

N° d'ordre :

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOULOUD MAMMARI DE TIZI-OUZOU
FACULTE DES SCIENCES
DEPARTEMENT DE CHIMIE



DOMAINE : SCIENCES DE LA MATIERE
FILIERE : CHIMIE

MEMOIRE DE MASTER

SPECIALITE : CHIMIE DE L'ENVIRONNEMENT

THEME

*Elaboration et caractérisation d'un nouveau
matériau composite à base de PVC et farine de
roseau commun par voie de solvant THF*

Présenté par : NAIT BAHA FATIMA
DERRAB RADOUANE

Devant le Jury composé de :

M^r LATEB Yacine	MAA	UMMTO	Président
M^{me} LOUNI Dalila	MAA	UMMTO	Promotrice
M^r BAIT Larbi	MAA	UMMTO	Examineur
M^r GRABI Hocine	Docteur	UMMTO	Invité

Session 2022

Remerciements

Nous remercions Dieu Le Tout Puissant de nous avoir donné le savoir et la faculté de pouvoir poursuivre nos études afin de choisir un métier d'avenir noble.

Ce travail n'aurait pas vu le jour sans la vraie présence et la générosité de notre Promotrice, Mme LOUNI Dalila maitre assistante (A) à la faculté des sciences à l'UMMTO, que nous voulons particulièrement remercier pour son soutien.

Nous tenons à remercier le personnel de laboratoire de l'unité de production des câbleries électriques d'Alger(CABEL) et plus particulièrement monsieur BELHOUCINE R.

Nous tenons aussi à remercier le personnel de la société de production des fils et câbles de télécommunications (CATEL).

Nous tenons également à adresser nos plus vifs remerciements à :

- *Le personnel du laboratoire de chimie de Tamda, faculté des sciences biologiques et des sciences agronomiques (UMMTO)*
- *Le personnel du laboratoire de faculté des sciences géologiques.*
- *Les enseignants qui nous ont formés durant tout notre cursus.*
- *Le personnel de la bibliothèque de chimie pour leur patience et leur compréhension.*
- *Le personnel de l'administration du département de chimie.*

Merci également à :

Mr, LATEB Yacine. Maître assistants (A) à l'UMMTO, de nous avoir fait l'honneur d'accepter de présider le jury, et Mr. BAIT Larbi Maître assistant (A) à l'UMMTO aussi, d'avoir accepté d'examiner et d'évaluer ce travail, Mr GRABI Hocine .enseignant à UMMTO, de nous avoir fait l'honneur d'accepter notre invitation.

A tous ceux et celles qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.



Dédicaces

À, La mémoire de ma grand - mère «Djedda A3ZIZAN»

J'aurais souhaité votre présence en ce moment pour partager ma joie. Vous m'avez toujours fait preuve d'amour et d'affection, vous êtes toujours présents dans mon esprit et dans mon cœur. J'espère que, vous appréciez cette humble geste comme preuve de reconnaissance de la part de votre petite fille qui a toujours prié pour le confort de votre âme.

Je dédie ce modeste travail

A mes chers parents : MOUHAND et ALIA.

A mes frères: CHABANE, FARID et sa femme ANIA

A mes sœurs : TAOUS, TASSADIT ainsi que son époux NORDINE

A mes chères nièces : MARIEM ET NYLIA

A mes neveux : HECHAM et ADAM

A mes oncles et mes tantes

A Tous les membres de ma famille, petits et grands

A toute personne que j'aime et qui m'aime

A toute la famille : NAIT BAHA, CHALLAL, BAHA, HAND OUALI

A ma chère NAOUARA THANINA et à toute sa famille : Djamila, Azwaw, Sonia, Sofia

A mes chers amis(es) spécialement : SOUHILA, SIHAM, ZINEB, FATIMA, et KAMILIA

A tous mes camarades de la spécialité chimie de l'environnement

Ainsi que toute personne chère pour moi qui ma donner le soutien et le courage de penser a mes études et de réaliser ce modeste travail

A mon binôme et sa famille

NAIT BAHA Fatima



Dédicaces

J'ai le grand plaisir de dédier ce modeste travail,

*À ma très chère mère, qui me donne toujours l'espoir de vivre et qui n'a
jamais cessé de prier pour moi.*

À mon père pour ses sacrifices que dieu le guérisse.

À mes sœurs Fatiha, Assia et Siham.

*À ma belle fiancée **Kenza**, pour son soutien.*

*En fin je remercie mon binôme, **NAIT BAHA**, qui a contribué à la
réalisation de ce travail.*

DERRAB Radouane

Liste des abréviations

C : Carbone

C.à.d. : C'est-à-dire

Cl : Chlore

cm : Centimètre

°C : Degré Celsius

G Pa : Giga Pascale

g : Gramme

CVM chlorure de vinyle monomère

h : Heure

IRFT: Infra Rouge à Transformation de Fourier

j/m : Joule par mètre

Kg/m³: kilogramme par mètre cube

m: mètre.

mm : milli mètre.

mn : minute

MPa: Méga Pascal

ml : milli litre

MEB : Microscopie Electronique à Balayage

nm: nanomètre

PA: Polyamide

PAV : Poly acétates de Vinyle

PC : Polycarbonates

PE : Polyéthylène

PP : polypropylène

PET : polyesters saturés thermoplastiques

PS : Polystyrène

PVC: Poly (Chlorure de Vinyle)

R.C : Roseau commun

SEM: Scanning Electron Microscopy

THF: tétrahydrofurane

T: Température

T_f : Température de Fusion

T_g : Température de Transition Vitreuse

Liste des abréviations

UV: ultra Violet

µm : micromètre

WPC : Wood Plastique Composite

Figure 1. Les constituants d'un matériau composite bois-polymère	3
Figure 2. Types de matrice	4
Figure 3. Production mondiale des WPC's en 2010,2012 et les prévisions pour 2015.....	5
Figure 4. Exemples de quelques applications des WPC's	6
Figure 5. Classification des fibres naturelles	7
Figure 6. Classification des fibres végétales.....	8
Figure 7. Représentation schématique des différentes couches de la paroi cellulaire	9
Figure 8. Composition d'une fibre végétale	9
Figure 9. Structure de la cellulose	10
Figure 10. Structure d'un type de xyloglucane.....	11
Figure 11. Les monomères de la lignine.....	12
Figure 12. Structure de pectine	12
Figure 13. Schéma d'une extrudeuse	14
Figure 14. Schéma d'une presse à injection	15
Figure 15. Schéma d'une presse a compression	15
Figure 16. Roseau commun (phragmites austral s)	17
Figure 17. Différentes parties du roseau commun.....	18
Figure 18. Schéma de polymérisation du chlorure de vinyle	20
Figure 19. Schéma de fabrication du composant de base la résine PVC Ou "compound	21
Figure 20. Image de roseau commun lavée et séchée.....	25
Figure 21. Image de roseau coupé et exemple de broyeur utilisé pour broyage	25
Figure 22. Tamis utilisé de marque RETSCH AS 200	26
Figure 23. Les échantillons après Broyage et Tamisage	26
Figure 24. Détermination le taux d'absorption d'eau de la farine du roseau.....	27
Figure 25. Détermination du taux de cendre de la farine du roseau.....	28
Figure 26. Appareil infrarouge (Fourrier FTIR-8400S de type SCHIMADZU).....	29
Figure 27. Résine de PVC vierge	30
Figure 28. Tetrahydrofuran(THF)	30
Figure 29. Agitateur mécanique et la plaque de verre	31
Figure 30. Dispositif expérimental de mode opératoire	32
Figure 31. Eprouvette de type H.....	33
Figure 32. Appareil mécanique utilisé pour l'obtention des éprouvettes	33

Figure 33. Machine d'essai de traction de marque ZWICK de type BTC-FR 2,5TN.N.09	34
Figure 34. (a)- Eprouvette avant le test de traction et (b)- éprouvette après le test de traction.	34
Figure 35. Aspect des trois échantillons après calcination	35
Figure 36. Spectre IR de la farine de roseau.....	37
Figure 37. Micrographie (MEB) des constituants vierges	38
Figure 38. Image de film obtenu (1 ^{er} essai).....	39
Figure 39. Image des films obtenus (2 ^{eme} essai)	39
Figure 40. Image de film obtenu à (5%).....	40
Figure 41. Images de film obtenu à (10%)	40
Figure 42. Images de film obtenu à (15%)	40
Figure 43. Contrainte à la rupture du composites PVC/roseau commun	41
Figure 44. Allongement à la rupture du composite PVC/Roseau commun.....	42
Figure 45. Module de Young du composite PVC/farine du roseau commun.....	43
Figure 46. Image d'adhésion PVC /fibre à 5%.....	44
Figure 47. Image d'adhésion PVC /fibre à 10%.....	44

Tableau 1. Composition chimique de quelques fibres végétales	10
Tableau 2. Résumé des avantages et inconvénients des fibres et charges végétales	16
Tableau 3. Composition chimique d'une fibre de roseau	18
Tableau 4. Propriétés du PVC	23
Tableau 5. Masse de PVC, THF et fibre végétale.....	32
Tableau 6. Résultats de calcul du taux d'absorption de la farine.....	35
Tableau 7. Résultats de calcul du taux de cendre	36

Remerciements	
Dédicaces	
Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction générale	1
Chapitre I : synthèse bibliographie	
Partie A : les composites bois-polymère et les fibres végétales	
Les composites bois-polymère	
Généralités sur les composites bois-polymère	3
I. Les constituants d'un matériau composite	3
I.1. Le renfort	4
I.2. La matrice	4
I.2.1. Matrices thermoplastiques	4
I.2.2. Matrices thermodurcissables	5
I.3. Application des composites à base des fibres végétales	5
La fibre végétale	
II. Présentation de la fibre naturelle	7
II.1. Définition de la fibre végétale	7
II.2. Structure de la fibre végétale	8
❖ <i>La paroi secondaire</i>	8
❖ <i>La paroi primaire</i>	8
❖ <i>La couche intercellulaire</i>	8
II.3. Composition chimique des fibres naturelles.....	9
II.3.1. La Cellulose	10
II.3.2. L'hémicellulose.....	11
II.3.3. La lignine	11
II.3.4. Les pectines.....	12
II.4. Adhésion fibre/matrice	13
II .5. Mise en œuvre des bio-composites bois-polymère	13

II .5.1.Techniques plasturgistes	13
❖ <i>L'extrusion</i>	13
❖ <i>L'injection</i>	14
❖ <i>La compression</i>	15
II .6.Avantages et inconvénients de l'utilisation de la fibre dans le matériau composite	15

PARTIE B : le roseau commun et PVC

Le Roseau commun

III. Généralités sur le Roseau commun	17
III. 1.Définition du roseau commun	17
III.2Composition chimique de la fibre du roseau	18
III.3.Utilisations du roseau commun	19
III.4.Impacts sur l'environnement.....	19

Le PVC

Généralités sur le PVC	20
IV .Historique.....	20
IV.1.Définition	20
IV.2.La synthèse de PVC	21
IV.2.1. La polymérisation en suspension.....	21
IV.2.2. La polymérisation en émulsion	21
IV.2.3. Polymérisation en masse	22
IV.3.Les propriétés du PVC	22
IV.4.Les applications du PVC.....	23

Chapitre II: Matériels et méthodes

Mise en œuvre du composite	25
I. Préparation de la farine du roseau commun	25
1. La récolte	25
2. Lavage et séchage.....	25
3. Broyage	25
4. Tamisage	25
II. Caractérisation physique-chimique de roseau commun	26
A. Détermination le taux d'absorption d'eau de la farine du roseau	26
B. Détermination du taux de cendre.....	28

C. Analyse par spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (IRTF).....	29
D. Analyse morphologique par MEB.....	29
III .Elaboration des composites fibres/PVC	30
III.1. Matériaux utilisés	30
❖ La résine de PVC	30
❖ THF (tétrahydrofurane).....	30
III.2. Partie expérimentale	31
Partie A : fixer les paramètres	31
Partie B : Adhésion pvc et la fibre végétale (roseau commun).....	32
III.3.Préparation des éprouvettes de types H	33
III.4. Caractérisation mécaniques des composites PVC/Roseau commun.....	34
III.4. 1 .Test de traction.....	34

Chapitre III: Résultats et discussion

III .Caractérisation de la fibre (roseau commun)	35
1. Détermination du taux d'absorption d'eau de la farine du roseau commun	35
2. Détermination du taux de cendre de la farine du roseau commun.....	36
3. Analyse par spectroscopie Infra Rouge de la farine du roseau commun	37
4. Analyse morphologique par le MEB des constituants vierges	38
II.les résultats d'élaboration du composite fibres/PVC	40
III. Caractérisation mécaniques des composites PVC/Roseau commun	41
III. 1 .Test de traction (L'allongement et la contrainte aux ruptures)	41
III. 2. Le module de traction (module de Young).....	43
IV .Analyse MEB des différentes formulations	44
Conclusion	45
Références Bibliographiques	
Annexe	
Résumé	

Introduction

Depuis les dernières décennies, les matériaux bio-polymères ont partiellement remplacé les composites naturels ou transformés tels que les bois, le verre, le papier dans plusieurs applications industrielles.

L'industrie des matériaux qui contiennent dans leur constitution des fibres minérales s'est tournée vers des nouveaux matériaux avec des bonnes performances mécaniques, mais aussi respectueux de l'environnement [1 ,2]

En effet les nouvelles réglementations sur le recyclage des composites ont poussé les industriels à développer de nouveaux matériaux issus de ressource renouvelable [3]

En introduisant des fibres naturelles dans des matrices polymères (biodégradables ou non) peut apporter aux fibres traditionnellement utilisées à avoir faibles densités, bonnes propriétés mécaniques faibles coût et biodégradabilité [4]

Les matériaux composites conventionnels constitué d'au moins de 2 constituants non miscibles. Les composites bois polymère wood plastic composite (WPC) sont des matériaux à matrice polymère thermoplastique ou thermodurcissable et à renfort de charge végétale.

Les avantages techniques de l'utilisation des matériaux ligno-cellulosique tel que alfa, le sisal, coton,...etc, serait intéressants.

L'objectif de ce travail est de mettre en valeur cette plante (le roseau commun) dans l'élaboration d'un composite à base PVC ensuite la caractérisation par les propriétés chimiques (taux d'adsorption de l'eau, taux de cendres etc...), des tests mécaniques de traction (allongement et contrainte à la rupture, module d'Yong) et le test structural microscopie électronique à balayage (MEB). Ce mémoire est organisé en 3 chapitres

- ✚ Chapitre 1 : il est consacré aux généralités et notions théoriques sur les composites bois- polymère, les fibres végétales, le roseau commun et PVC ;
- ✚ Chapitre 2 : il présente la partie expérimentale, où nous mettrons l'accent sur les matériaux utilisés à travers des descriptions, les techniques expérimentales élaborées, et la mise en œuvre du composite, ainsi que les techniques de caractérisation physico-chimique, morphologique de la charge de roseau et du composite, ainsi l'analyse mécanique de ce dernier;
- ✚ Chapitre 3 : il est consacré à la discussion de l'ensemble des résultats obtenus à partir des différents tests effectués ;

Introduction

Enfin, le mémoire s'achève par une conclusion générale. Il s'agit d'une synthèse des résultats obtenus lors de la réalisation de ce travail, les conclusions tirées de cette étude et les perspectives envisagées.

Chapitre 1: Synthèse bibliographique

The title 'Chapitre 1: Synthèse bibliographique' is rendered in a bold, sans-serif font. Each letter is filled with a different color from a rainbow spectrum, starting with purple for 'C', transitioning through red, orange, yellow, green, and ending with blue for 'e'. The text is presented in a 3D perspective, with a soft, grey shadow cast beneath it, giving it a floating appearance against the white background.

PARTIE A



Les composites bois-polymère

Généralités sur les composites bois-polymère :

Le composite polymère-bois, ou Wood Plastic Composite (WPC), est un matériau fabriqué à partir d'un mélange de fibres, de bois et d'un polymère thermoplastique ou thermodurcissable afin de produire un matériau similaire aux produits 100% à base de plastique [5, 6]. Cette association des matériaux permet d'obtenir des caractéristiques spécifiques, en particulier une bonne résistance à la détérioration biologique où les produits en bois seul ne conviennent pas. Ainsi, l'association de fibres de rigidité et de résistance mécanique élevées avec un polymère, permet d'obtenir un composite optimal en assurant : le maintien des fibres dans la bonne direction ; la distribution des efforts ; une bonne cohésion pour limiter la propagation de fissures ; de bonnes propriétés mécaniques en cisaillement du composite.

Souvent fabriqué à partir de matières recyclées, ils offrent la possibilité de valoriser les résidus du bois et le plastique. Si la production des composites bois-polymère trouve de plus en plus de place dans l'industrie [7]

I. Les constituants d'un matériau composite :

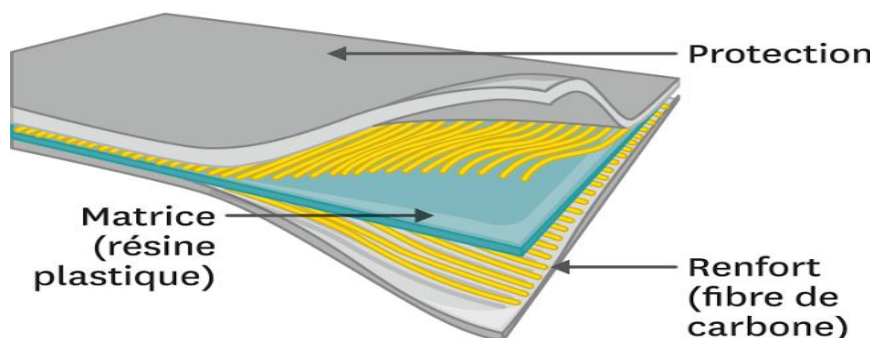


Figure. 1. Les constituants d'un matériau composite bois-polymère

Un matériau composite consiste, dans le cas le plus général, d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. La phase discontinue est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue. La phase continue est appelée la *matrice*. La phase discontinue est appelée le *renfort* ou *matériau renforçant*. [8]

I.1.Le renfort :

Se présente sous forme de fibres de bois joue le rôle de squelette ou d'armature assurant la bonne tenue mécanique (rigidité et résistance) de ces matériaux. Les renforts peuvent avoir plusieurs géométries

I.2.La matrice :

La matrice est constituée de résine mélangée, pour améliorer ses caractéristiques, à une charge qui facilite aussi la mise en œuvre et diminue le coût de la production. Le mélange est considéré mécaniquement comme une phase homogène, et nous obtenons ainsi un matériau composite formé d'un renfort et d'une matrice. Le rôle de la matrice est d'assurer le lien entre les fibres et de transmettre les sollicitations. Elle assure la résistance du matériau dans le sens transverse du renfort, ainsi qu'une protection physico-chimique des fibres contre les agents nocifs de l'environnement. De plus elle conditionne directement la tenue thermique, et la résistance à la compression et au cisaillement inter-laminaire.

La classification des types de matrices couramment rencontrées est donnée sur la figure (I. 2). [9]

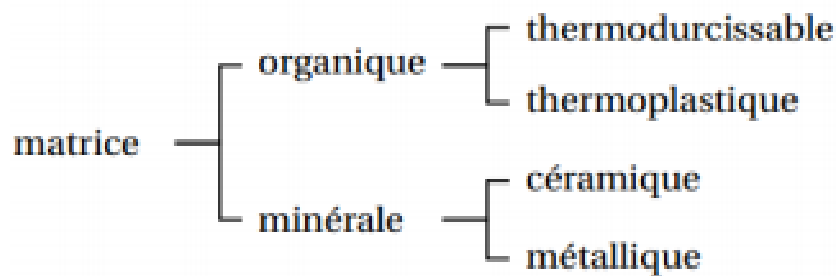


Figure. 2.Types de matrice. [5]

Dans le domaine des WPC'S, les deux grandes familles de polymères synthétiques utilisées sont les thermodurcissables et les thermoplastiques [10].

I.2.1.Matrices thermoplastiques :

Les thermoplastiques sont des matériaux synthétiques constitués de polymères linéaires ou ramifiés. Ils ont la propriété d'être fondus et refondus à des températures plus élevées, puis solidifiés dans un moule par refroidissement sans une modification significative de leurs propriétés [11]. Cette aptitude confère aux déchets thermoplastiques des propriétés de recyclage très intéressantes. Dans cette catégorie, on peut citer : le PVC, PE, PP, PA, PC, PAV, l'acétate...etc.

I.2.2. Matrices thermodurcissables :

Les thermodurcissables sont des polymères qui ne peuvent être mis en forme qu'une seule fois, mais possèdent une stabilité thermique beaucoup plus élevée en comparaison avec les matériaux thermoplastiques, un grand avantage pour des applications d'une demande très élevée. Cette famille comporte les polyesters insaturés (vinyle ester, les dérivés allyliques, les polyesters condensés, etc.), les résines époxydes et les résines de condensation (les phénoliques, les aminoplastes, etc.) [12]

C'est durant les années 90 que les composites bois-polymères sont popularisés en Amérique du nord, et au 21ème siècle se sont propagés en Asie [13]. Toutefois, l'Amérique du Nord et la Chine sont les régions du monde où la production est la plus élevée telle que la montre la figure I. 3 :

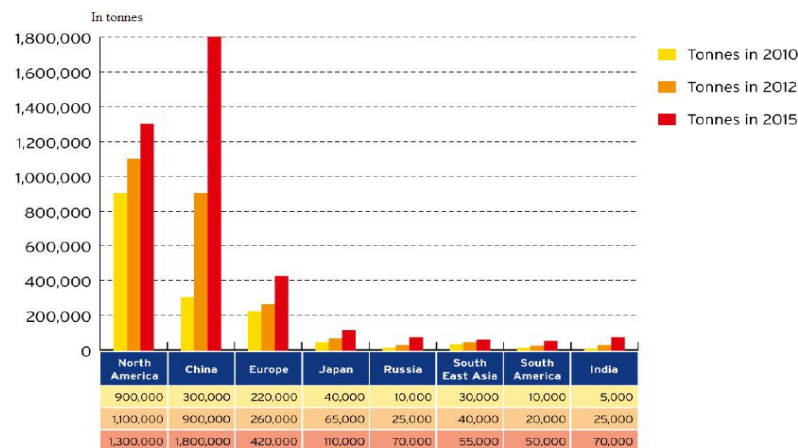


Figure 3 : Production mondiale des WPC's en 2010,2012 et les prévisions pour 2015[14].

I.3. Application des composites à base des fibres végétales

À cause de leurs nombreux avantages, les composites bois-polymères sont utilisés dans différents secteurs [15] :

- ❖ Matériaux de construction (planches, volets, châssis, portes et fenêtres) ;
- ❖ Matériels de consommation et industriels, (armoires, planchers, palettes, revêtement de sols) ;
- ❖ Véhicules automobiles (panneaux de portes, composants de coffres arrières, des vide poches, des couvercles de pneus de rechange) ;

Autres applications (bancs, tables de pique-nique, modules de jeux, ordures de jardin. Ponts et pièces de bateaux).



Figure 4 : Exemples de quelques applications des WPC's .

La fibre végétale

II. Présentation de la fibre naturelle :

Depuis de nombreux siècles, les fibres naturelles ont reçu une attention croissante tant auprès du monde universitaire, que de diverses industries dans les différents domaines des composites. Elles sont très utilisées en raison de leur disponibilité, leur utilisation valorise donc les ressources locales d'un pays donné, tout en respectant l'environnement [1]

Il existe une grande variété de fibres naturelles classées en trois grandes familles selon leur nature (végétale, animale, minérale) (voir Figure II), dans le cadre de ce mémoire nous intéressons au type végétale.

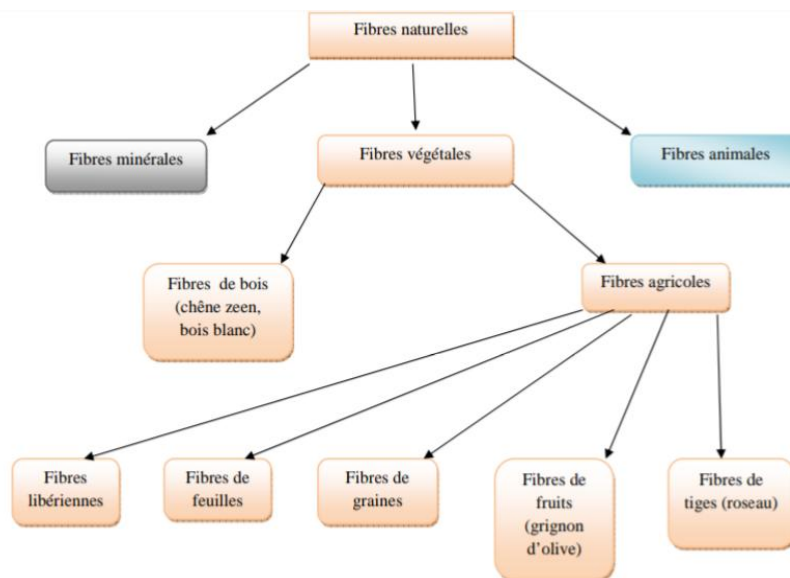


Figure 5. Cclassification des fibres naturelles

II.1. Définition de la fibre végétale

Une fibre végétale est une expansion cellulaire morte de la plante, de forme allongée et de structure biologique fibrillaire.

Les fibres végétales sont classées selon leur provenance. On peut citer alors les fibres de bois (chêne zéen et bois blanc) et les fibres dites agricoles qui dans notre cas issu des tiges (roseau), et des fruits



Figure 6. Classification des fibres végétales

II.2. Structure de la fibre végétale :

La paroi cellulaire du bois est multicouche et constituée d'une couche intercellulaire de deux parois, primaire et secondaire, elle-même contient trois couche : S1, S2, S3.

- ❖ **La couche intercellulaire** : apparaît après la division de la cellule mère. Son épaisseur varie entre 0,5 et 1,5 μm . Cette couche permet de lier les cellules les unes aux autres, elle possède une importante quantité de lignine.
- ❖ **La paroi primaire** : très mince mesure environ 0,1 μm d'épaisseur, elle contient une grande quantité de lignine.
- ❖ **La paroi secondaire** : Elle est constituée de trois sous-couches:
 - **La sous-couche S1** est constituée de micro fibrilles croisées, avec un angle compris entre 60° et 80° par rapport à l'axe de la cellule.
 - **La sous-couche S2** constitue la partie la plus volumineuse de la paroi. Elle est composée de micro fibrilles en hélice formant un angle de 5° à 50° par rapport à l'axe de la cellule.
 - **La sous-couche S3** est relativement mince. Son épaisseur varie entre 0,5 μm et 1,1 μm . Elle est constituée de micro fibrilles dont l'orientation varie entre 60° et 90° par rapport à l'axe de la cellule.

Chacune de ces trois sous-couches contient également de la lignine et des hémicelluloses [16].

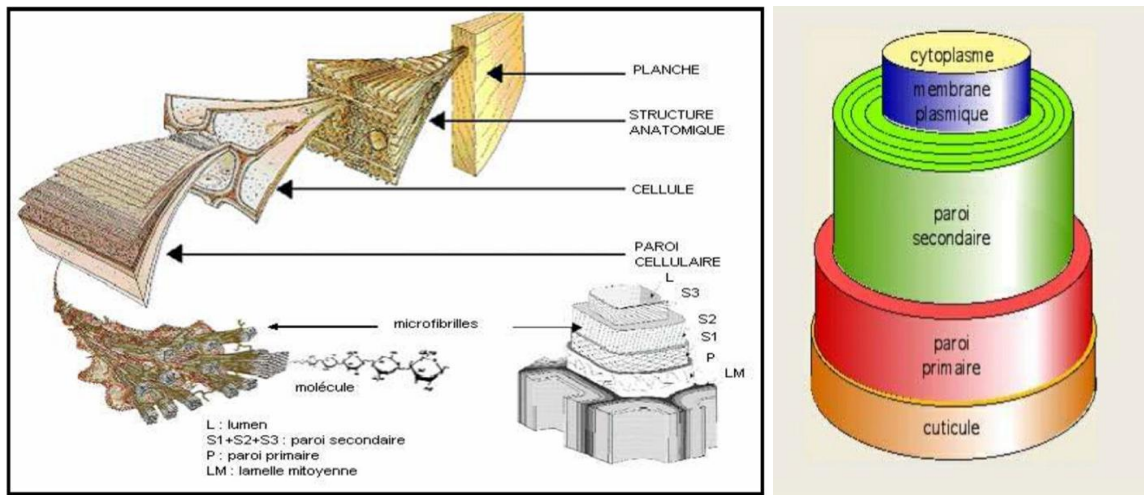


Figure 7. Représentation schématique des différentes couches de la paroi cellulaire [16].

II.3. Composition chimique des fibres naturelles :

Les principaux constituants des fibres naturelles sont : la cellulose, les hémicelluloses et les lignines. Elles comprennent aussi des protéines, des extractibles et certains composés inorganiques en pourcentage limité [17].

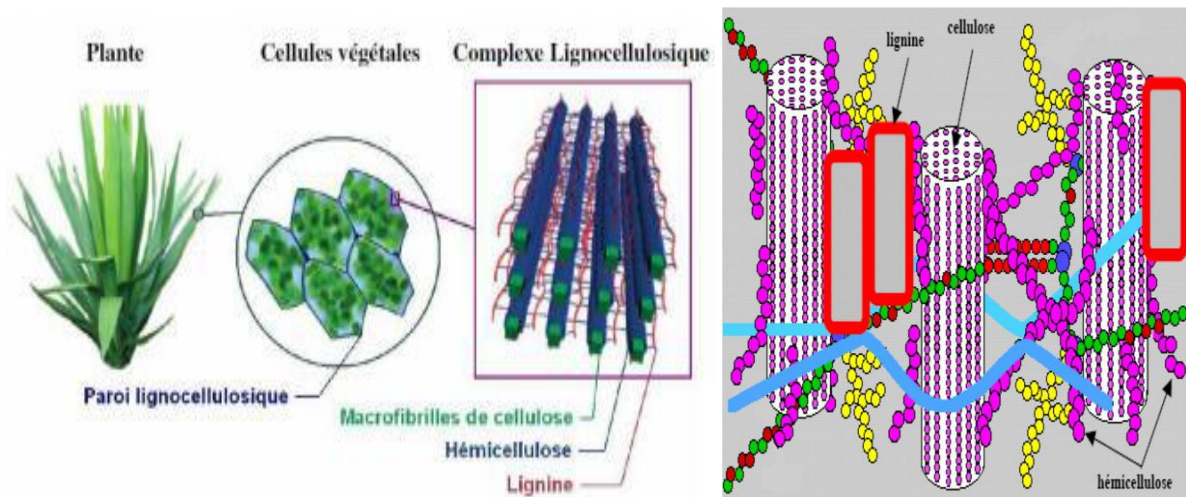


Figure 8. Composition d'une fibre végétale.

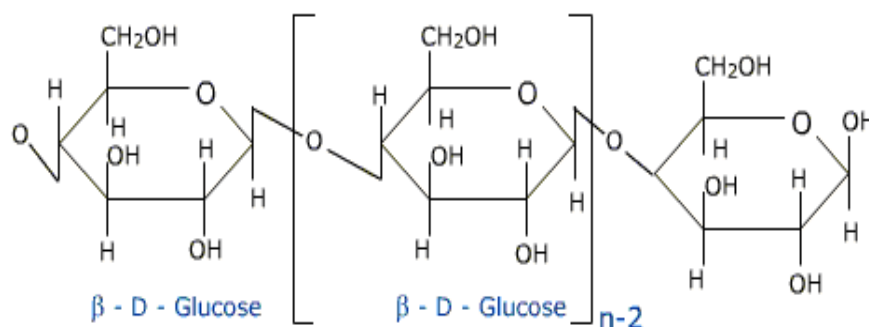
Tableau 1. Composition chimique de quelques fibres végétales

Fibres	Cellulose(%)	Hémicelluloses(%)	Lignine(%)	Pectine(%)	Cire(%)
Diss	44.10	15.15	16.80	11.85	12.10
Lin	71	18.6 - 20.6	2.2	2.3	1.7
Chanvre	70 - 74	17.9 - 22.4	3.7 - 5.7	0.9	0.8
Jute	61.1 - 71.5	13.6 - 20.4	12 - 13	0.2	0.5
Ramie	68.6 - 76.2	13.1 - 16.7	0.6 - 0.7	1.9	0.3
Sisal	66 - 78	10 - 14	10 - 14	10	2
Coco	32 - 43	0.15 - 0.25	40 - 45	3 - 4	-
Alfa	45	24	24	5	2

II.3.1. La Cellulose :

La cellulose est un polymère homogène semi-cristallin dont la chaîne est formée d'un même motif chimique. Elle présente sur sa chaîne de nombreux groupement hydroxyles (figure II.3). Ce sont ces groupements qui sont à l'origine de la cohésion avec l'autre chaîne de celluloses par des liaisons appelées pont d'hydrogène [18].

Ces groupements constituent des zones cristallines appelés cristallites. Cette structure particulière confère à la cellulose une rigidité importante. En effet, le module d'élasticité de la cellulose est d'environ 136 GPa, il est très grand par rapport à celui de la fibre de verre qui est de l'ordre de 75 GPa, et la contrainte à la rupture peut atteindre 700 MPa à sec, qui peut perdre jusqu'à 30% de sa valeur en atmosphère humide [19].



n : degré de polymérisation.

Figure 9. Structure de la cellulose [19].

II.3.2 L'hémicellulose :

L'hémicellulose est un polymère hétérogène ramifié composé de chaînes de plusieurs sucres. Les molécules d'hémicelluloses sont très hydrophiles et susceptibles de gonfler au contact de l'eau, ce qui les rend responsables de l'instabilité dimensionnelle du bois [20] (figure II.5).

Elles sont thermiquement beaucoup moins stables que la cellulose et la lignine.

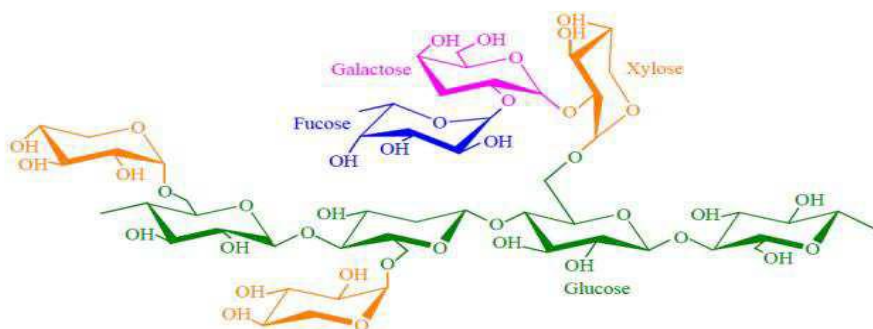


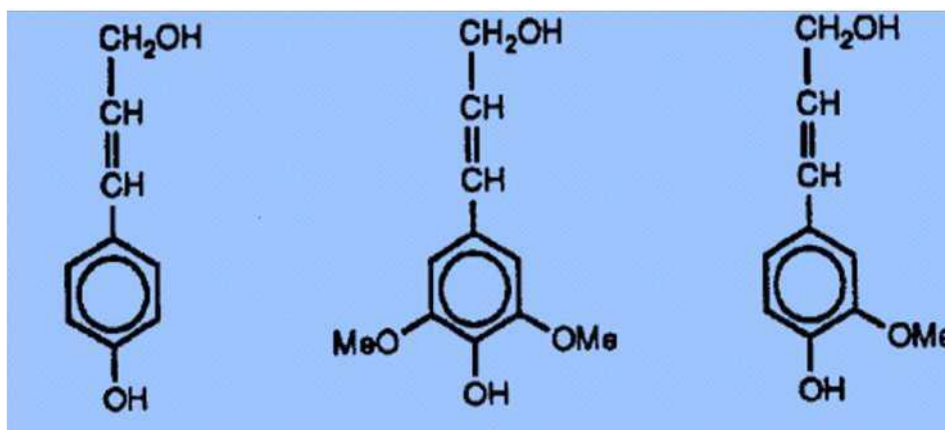
Figure 10. Structure d'un type de xyloglucane [20].

Les hémicelluloses jouent le rôle d'agent de couplage entre la cellulose polaire et la lignine beaucoup moins polaire et forment des liaisons hydrogènes avec la surface des micro-fibrilles et des liaisons covalentes avec la lignine.

II.3.3 La lignine :

La lignine est un polymère rigide tridimensionnel composé d'unités de phényle propane, c'est un thermodurcissable, phénolique amorphe d'un poids moléculaire indéterminé. Les unités primaires (mono lignols) constituant la lignine sont l'alcool p-coumarylique, l'alcool coniférylique et l'alcool synapylique (figure II.6).

Les feuillus (les feuillus sont des arbres produisant des feuilles bien développées, par opposition aux conifères ou résineux dont la forme des feuilles est réduite à des aiguilles) contiennent 18% à 25% de lignine alors que les résineux en contiennent 25% à 35% [21]



Alcool p-coumarylique

Alcool synapylique

Alcool coniféryl

Figure 11. Les monomères de la lignine.

La lignine sert de ciment entre les fibres, elle est très peu hydrophile mais facilement oxydable par les radiations lumineuses. L'humidité et la chaleur accélèrent son vieillissement [22].

II.3.4 Les pectines :

La pectine, substance dérivée de glucides complexes, analogue à l'amidon, produite par de nombreux végétaux. Les pectines sont des substances amorphes blanches qui forment dans l'eau une solution visqueuse [23].

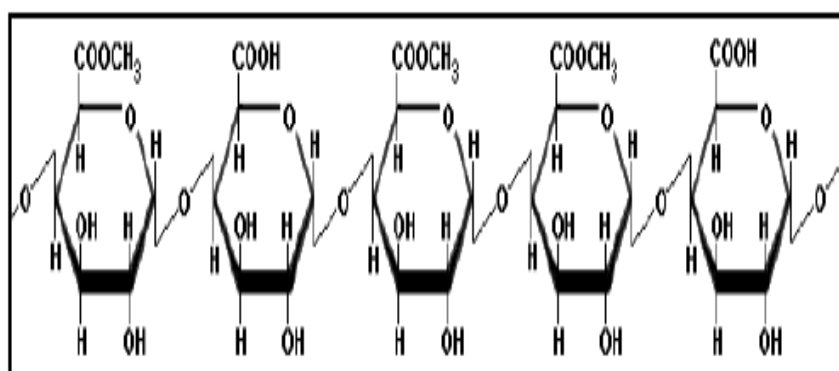


Figure 12. Sstructure de pectine [24].

II.4. Adhésion fibre/matrice :

L'adhésion entre les fibres et la matrice est sans doute le point le plus important au niveau des caractéristiques des matériaux composites. En effet, leurs propriétés mécaniques chutent si l'adhésion fibre/matrice est mauvaise. Pour les WPC, ce phénomène est lié au fait que les fibres végétales sont hydrophiles et polaires alors que les polymères thermoplastiques couramment utilisés pour ces composites, sont hydrophobes et polaires. Les études menées jusqu'à présent ont cherché à renforcer l'affinité de la matrice et des fibres de manière à en augmenter la force d'adhésion [25].

II .5.Mise en œuvre des bio-composites bois-polymère :

Il existe plusieurs procédés de fabrication de composites renforcés par des fibres naturelles [26]. Parmi les modes de fabrication de bio-composites thermoplastiques/bois (WPC) figurent l'extrusion-injection ou l'extrusion-compression. Ces procédés sont souvent suivis d'un moulage qui détermine la forme finale du matériau composite. Le moulage peut être effectué de plusieurs manières : sous pression, par compression, sous vide.

II .5.1.Techniques plasturgistes :

Dans le domaine de plasturgie, l'injection, compression et l'extrusion sont les principaux procédés utilisés jusqu'à présent pour la fabrication des composites bois-polymère. Le point commun des techniques plasturgistes est de réaliser un mélange des matières premières à une température correspondante à la phase liquéfiée des plastiques. Ce mélange à chaud conduit à différents modes de fabrication. Ces modes peuvent être appliqués aux composites à renforts végétaux à condition que la température de mise en œuvre reste assez basse pour éviter la dégradation des fibres

❖ *L'extrusion* : L'extrusion est un procédé de fabrication et de transformation de matières à l'état granulaire ou poudre en un profilé. Lors de l'extrusion, les fibres sont incorporées au thermoplastique fondu à l'aide d'un système de vis [27]. L'extrusion de bois-polymères se définit comme le mélange de fibre de bois et de polymère thermoplastique. Le but est de fabriquer un matériau qui ressemble au bois naturel.

C'est un procédé à basse température (70 à 200°C) qui permet à la fois de mélanger de la farine de bois et un thermoplastique, ainsi que la mise en forme du matériau grâce à une filière adaptée. Les extrudeuses utilisées sont à simple vis ou généralement à doubles visco-rotatives ou contrarotatives qui permettent d'améliorer la qualité du mélange bois-polymère.

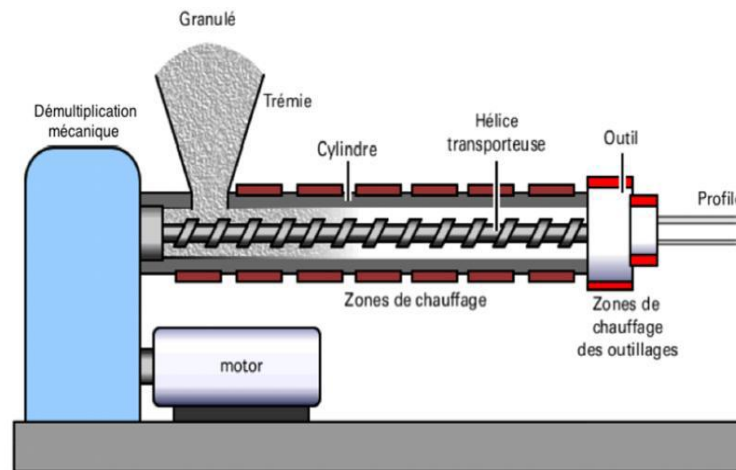


Figure 13. Schéma d'une extrudeuse

❖ *L'injection* : est un procédé semi-continu dans lequel un polymère fondu est injecté d'abord dans un moule tempéré et retenu sous pression. Le procédé d'injection est un procédé semi-continu. Il permet de réaliser la mise en forme d'un thermoplastique à l'état fondu chargé de renfort court ou non dans un moule tempéré et d'obtenir des pièces minces. Le moulage par injection est l'une des méthodes les plus importantes appliquées pour former des produits en plastique. Parmi ces avantages, on cite :

- Court cycle de fabrication,
- Faible cout,

De plus, leur conception est simple et ils ont une excellente finition [27].

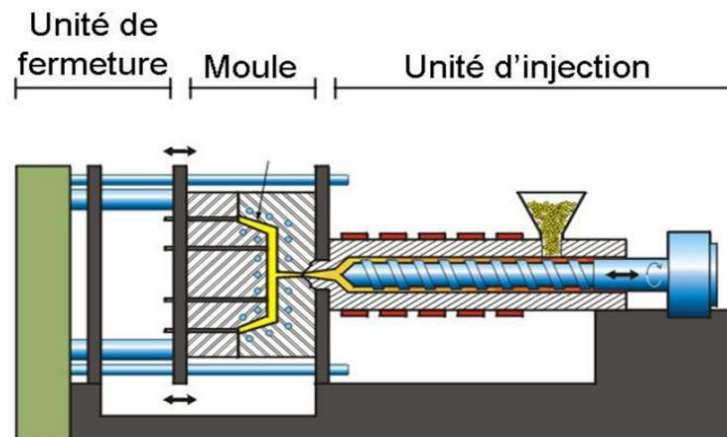


Figure 14. Schéma d'une presse à injection

❖ *La compression* : Le composite est introduit entre deux plaques chauffantes et soumis à de grandes pressions. La température doit être choisie de façon à affliger un minimum de dégradation thermique à la fibre. On procède à un refroidissement rapide du moule pour limiter la coalescence des cellules [27].

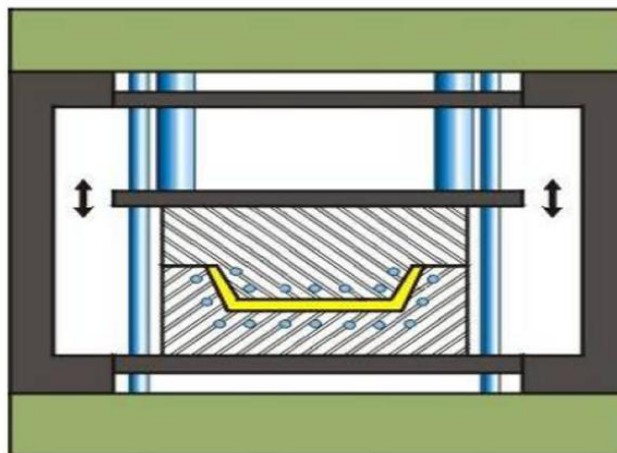


Figure 15. Schéma d'une presse à compression

II .6. Avantages et inconvénients de l'utilisation de la fibre dans le matériau composite :

Si la production des composites bois-polymère trouve de plus en plus de place dans l'industrie, c'est parce que la fibre utilisée présente plusieurs avantages et peu d'inconvénients récapitulés dans le tableau suivant :

Tableau 2. Résumé des avantages et inconvénients des fibres et charges végétales [28]

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> ✚ Faible densité ✚ Biodégradabilité ✚ Propriétés mécaniques élevés (résistance et rigidité) ✚ Demande peu d'énergie ✚ Matière première renouvelable avec un caractère écologique ✚ Pas d'irritation lors de la manipulation ✚ Séparation plus facile ✚ Disponibilité ✚ Non abrasive vis-à-vis du matériel de transformation ✚ Faible coût 	<ul style="list-style-type: none"> ✚ A cause de leur caractère hydrophile et polaire, elles sont incompatibles avec les polymères apolaires ✚ Leur température de dégradation (200°C) rend ça transformation difficile ✚ Absorption de l'eau ✚ Nécessite de traitement à certains risques (moisissures par exemple) ✚ Peu d'adhérence fibre-matrice ✚ Qualité variable la provenance, la date de récolte...) ✚ Mauvaise tenue en vieillissement (blanchiment, odeurs) ✚ La faible résistance à l'humidité conduit au gonflement

PARTIE B



III LE ROSEAU COMMUN



IV. POLYCHLORURE DE VINYLE (PVC)

Le Roseau commun

III. Généralités sur le Roseau commun :

Les espèces du genre roseau commun se développent en large population, constituant un élément important des écosystèmes des zones submergées. Il est le plus répandu dans le monde, on le trouve sur tous les continents, sauf en antarctique a l'exception de la toundra arctique et des forêts équatoriales pluvieuses



Figure 16. Roseau commun (phragmites australs)

III. 1.Définition du roseau commun :

Le roseau commun nommé le *phragmite commun* est une plante vasculaire d'une famille des graminées, Il s'agit d'une espèce hydrophile qui se trouve naturellement dans les milieux humides ou les plaines inondables, comme les marais d'eau douce ou saumâtre [29].

Cette plante vivace peut atteindre une grande taille (plus de 6 m) et former des colonies mono spécifiques particulièrement denses pouvant contenir jusqu' à 325 tiges par mètre carré. Les tiges, dont le diamètre varie de 4 à 10 mm, sont produites à chaque printemps, mais elles meurent à la fin de l'automne. Elles demeurent toutefois érigées en hiver, et ce n'est qu'au printemps suivant qu'elles s'affaissent progressivement sur le sol et forment une litière qui peut atteindre plusieurs centimètres d'épaisseur et qui est lente à se décomposer. Les tiges sont surmontées d'une panicule (inflorescence) plus ou moins touffue selon le génotype en présence [29].



Figure 17. Ddifférentes parties du roseau commun

III.2Composition chimique de la fibre du roseau :

Une fibre du roseau commun est constituée comme toutes les fibres végétales de cellulose, d'hémicelluloses, de lignine, de cendres, et de silice. Le tableau 2 donne le pourcentage massique des principaux composés d'une fibre de roseau commun :

Tableau 3. Composition chimique d'une fibre de roseau [30]

Fibre de roseaux	Cellulose	Lignine	Hémicellulose	Cendre	Silice	Autres
Composition (%)	44.72	22.8	20.0	3	2	7.48

III.3.Utilisations du roseau commun

Les roseaux étaient utilisés localement, dans les toitures des maisons et pour fournir de la litière aux animaux. Ils constituent un abri de choix pour les passereaux et les petits mammifères. Ils sont aussi largement utilisés dans les stations d'épurations à filtre planté de roseaux (pytto-épuration), en effet, les racines (rhizomes) assurent une grande surface de contact entre sol-eau usées. Ces derniers produisent des exsudats toxiques pour les bactéries pathogènes [31]

III.4.Impacts sur l'environnement

Le roseau est une espèce qui présente des inconvénients sur l'environnement que nous énumérons comme qui suit [32] :

- Plantes agressives très difficile à contrôler
- Il colonise rapidement un site grâce à des rhizomes et stolons qui peuvent s'étendre sur plusieurs mètres en quelques semaines
- Adaptable et résistant, il tolère les inondations et le sel de déglacage ;
- Il profite des périodes sèches et des sols dénudés par les travaux pour coloniser d'autres sites
- Des fragments de tiges transportés avec le sol ou l'eau génèrent de nouvelles populations
- Son expansion est favorisée par les perturbations humains (lessivage d'engrais, la dégradation des berges)
- Les milieux envahis par le roseau commun sont denses et impénétrables
- Ils ont une flore peu diversifiée et sont peu propices à la nidification des oiseaux aquatiques
- La navigation y devient difficile et le paysage monotone
- Il peut aussi envahir les champs et son abondante litière obstrue les canaux de drainage

Le PVC

IV. Généralités sur le PVC

Historique

Le *polychlorure de vinyle* est la première matière plastique qui a été utilisée dans les matériaux composites bois-polymères. Il a été découvert par accident à au moins deux occasions au cours du XIXe siècle, d'abord en 1835 par Henri Victor Regnault et en 1872 par Eugen Baumann. Dans les deux cas, le polymère est apparu comme un solide blanc dans des bouteilles de chlorure de vinyle après exposition à la lumière solaire. Au début du XXe siècle, les chimistes russes Ivan Ostromislensky et Fritz Klatte ont tous deux tenté d'utiliser le PVC dans des produits commerciaux, mais leurs efforts ne furent pas couronnés de succès à cause des difficultés de transformation du polymère. En 1926, Waldo Semon, en collaboration avec la société B.F. Goodrich, a développé une méthode de plastification du PVC en le mélangeant avec des additifs. Ceci a permis de rendre le matériau plus flexible et plus facile à fabriquer.

IV.1. Définition

Le **poly (chlorure de vinyle)** est un polymère thermoplastique de grande consommation, amorphe ou faiblement cristallin, connu sous le sigle **PVC**.

Il est généralement sous formule $-(CH_2 - CHCl)_n$.

Le PVC est obtenu par polymérisation du chlorure de vinyle (CVM) ou mono chloroéthylène :

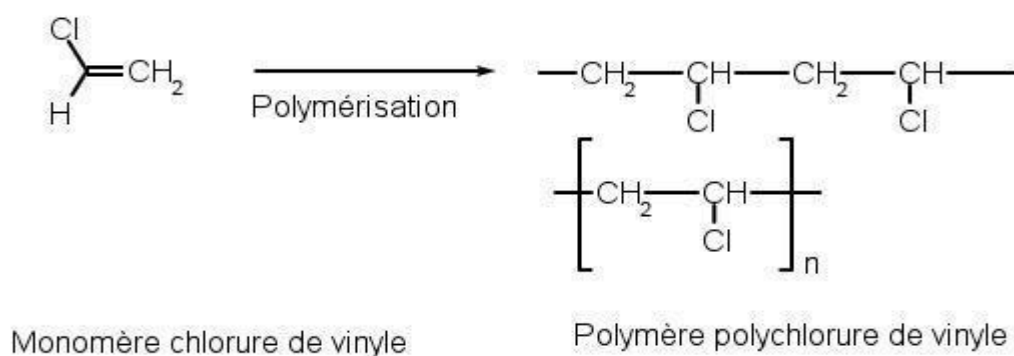


Figure 18. Schéma de polymérisation du chlorure de vinyle [33]

Il est fabriqué à partir de sel, matière naturelle abondante, à hauteur de 57 %, et de dérivés de pétrole, à hauteur de 43 %. Ces dérivés sont des résidus issus de la transformation du pétrole brut en carburant. Il se présente sous forme de poudre, à laquelle en fonction de son utilisation finale sont ajoutés différents adjuvants : lubrifiants, stabilisants, plastifiants, charges

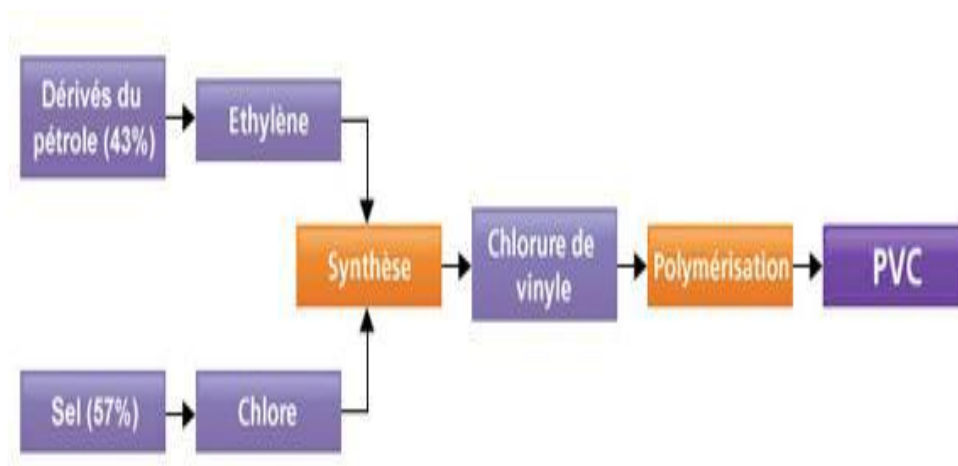


Figure 19. Schéma de fabrication du composant de base : la résine PVC

IV.2. La synthèse de PVC

Par réaction entre le chlore et l'éthylène, on obtient le chlorure de vinyle monomère CVM qui, par polymérisation, donne le PVC. La polymérisation est la réaction chimique par laquelle les molécules s'additionnent les unes aux autres pour former une chaîne de grande longueur.

Sa production industrielle peut se faire selon trois procédés : la polymérisation en suspension en émulsion ou en masse.

IV.2.1. La polymérisation en suspension

C'est le procédé est la plus utilisée aujourd'hui à 80%. Le monomère de chlorure de vinyle est dispersé en fines gouttelettes dans l'eau puis la réaction est activée par des amorceurs solubles dans le monomère (peroxydes de diacétyle, peroxydicarbonates, peroxyesters d'alkyle). Le PVC est séparé du milieu par centrifugation et décantation puis séché [34].

IV.2.2. La polymérisation en émulsion

Il est utilisé mais uniquement dans 12% des cas. Le monomère est alors maintenu en émulsion stable dans l'eau avec des émulsifiants. La polymérisation est activée par des amorceurs solubles dans l'eau. Des fines particules de 0, 13,0 µm de diamètre se forment puis

s'agglomèrent au séchage (particules de 1 à 100 μm de diamètre). Après broyage, leur taille est comprise entre 5 et 15 μm de diamètre. Enfin, la polymérisation en masse (8% des cas) requiert le mélange du monomère et de l'initiateur fraîchement préparé, puis une fraction des produits est introduite dans un réacteur afin de «l'ensemencer» pendant qu'on effectue une agitation mécanique énergique. Cette méthode permet d'éviter l'utilisation d'eau et de dispersants – la difficulté étant, par contre, d'évacuer la chaleur de la réaction. Le PVC ainsi obtenu se présente sous forme de grains de diamètre compris entre 130 à 160 μm [35].

IV.2.3. Polymérisation en masse

Tel que rapporté par les techniques d'ingénieurs: «Ce procédé consiste à polymériser le monomère en l'absence totale d'eau et d'agent dispersant. Un initiateur organon-soluble est ajouté au chlorure de vinyle monomère. Le PVC, insoluble dans son monomère, précipite dans le milieu réactionnel au fur et à mesure de sa formation.

Le procédé comporte 2 étapes :

- ✓ Une étape de pré polymérisation dans laquelle environ 10 % du monomère est polymérisé dans des conditions spécifiques pour former des grains de caractéristiques morphologiques définies ;
- ✓ Une étape de polymérisation au cours de laquelle les grains de « semence » sont transférés dans le réacteur principal où sont ajoutés du monomère et des initiateurs ; la polymérisation se poursuit par croissance de grains initiaux.

Après l'élimination du monomère n'ayant pas réagi, le PVC est tamisé. Il se présente sous forme de grains de 120 à 150 μm de diamètre moyen. Les performances des résines obtenues par le procédé en masse sont en général voisines de celles des résines fabriquées par le procédé en suspension». [36]

IV.3. Les propriétés du PVC

Il s'agit d'un plastique dur et solide résistant à l'eau, à la combustion et aux UV, auquel on ajoute souvent des plastifiants pour améliorer sa souplesse. Ce matériau se caractérise également par une très bonne résistance chimique aux acides, Par contre, il est sensible à certains solvants organiques (aromatiques, cétoniques et chlorés). Les composites à base de PVC présente une bonne tenue au vieillissement naturel.

Le polychlorure de vinyle ne doit pas être brûlé avec d'autres déchets en plein air car il dégage de l'acide chlorhydrique en présence de la vapeur d'eau contenue dans l'atmosphère. Il peut être recyclées après utilisation. Il est généralement ductile. Le tableau suivant montre quelques caractéristiques du PVC.

Tableau 4. Propriétés du PVC [37]

PROPRIETES	PVC
Masse Volumique kg /m ³	1.03-1.58
Résistance à la traction °C	160-220
Résistance à la traction MPa	41-52
Module de traction GPa	2.41-4.14
Allongement à la rupture, %	2-80
Résistance à l'impact (J/m)	21-1068
Température de distorsion à chaud °C	57-82
Tf °C	160-220
Tg °C	75-105

IV.4. Les applications du PVC

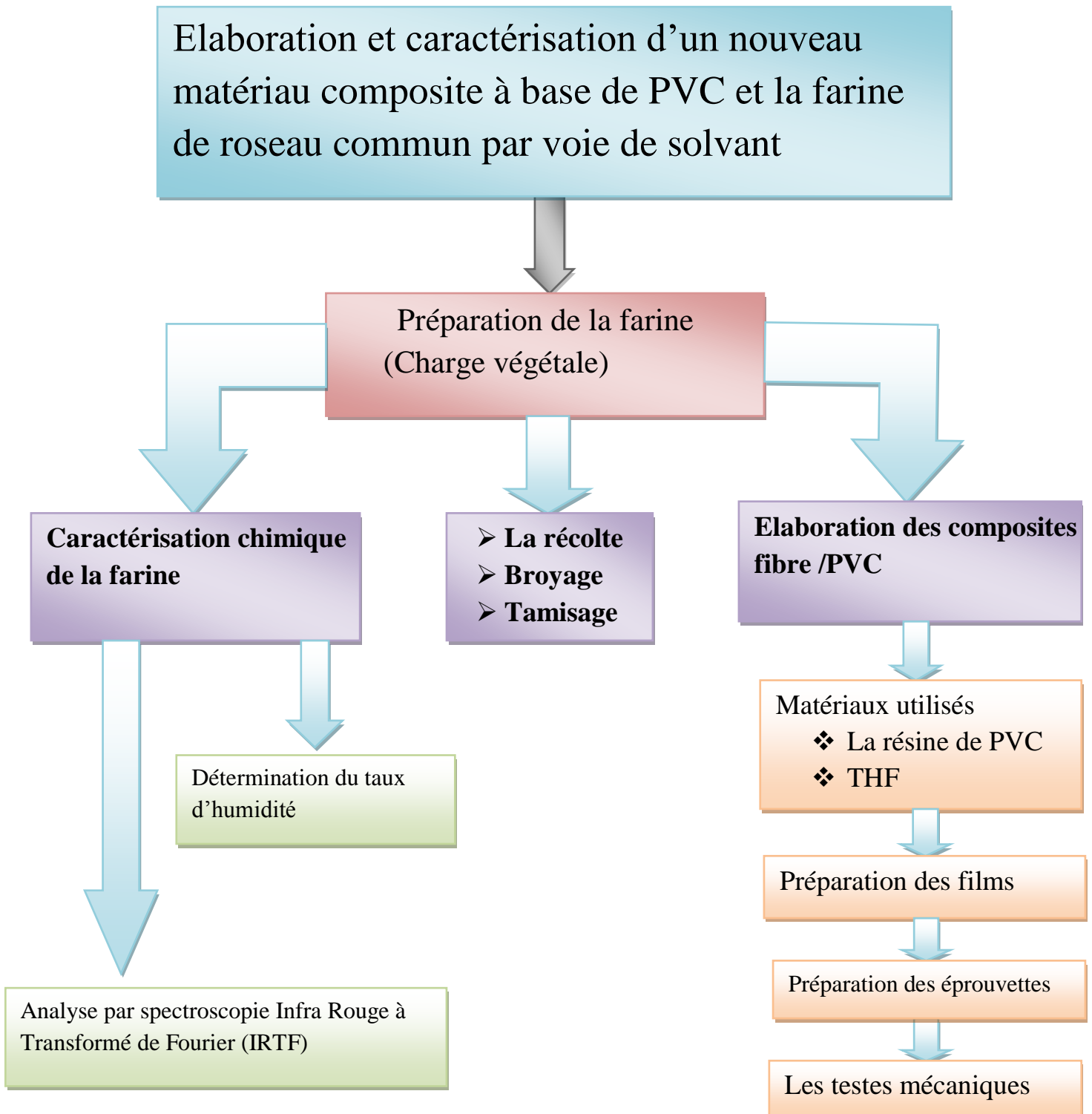
Le polychlorure de vinyle trouve aujourd'hui de nombreuses utilisations dans l'industrie. On distingue principalement trois types de matériaux :

- Le PVC rigide, lisse et dur, utilisé pour fabriquer les tuyaux de canalisation, les garnitures et habillage des fenêtres.
- Le PVC souple, qui sert à recouvrir les manches de pinces et les câble ou à fabriquer des plafonds tendus ; des imperméables et des rideaux de douche.
- Les films de PVC plastifié utilisés pour le marquage publicitaire ou comme emballage ; sous forme de film étirable.
- Cette matière plastique figure aussi en bonne place parmi les nouveaux revêtements de sol et sert à fabriquer les bouteilles, les pellicules photo.

Chapitre 2: Matériels et Méthodes

Ce chapitre présente le procédé d'élaboration et la caractérisation de notre nouveau matériau composite à base d'une matrice PVC et de la farine du roseau commun par voie de solvant THF

Toutes les étapes de travail sont regroupées dans l'organigramme suivant :



Mise en œuvre du composite :

I. Préparation de la farine du roseau commun

Les différentes étapes d'obtention de la farine du roseau peuvent être expliquées comme suit :

- 1. La récolte :** qui s'est faite d'une manière rudimentaire, pour l'obtention de farine du roseau
- 2. Lavage et séchage :** après la récolte, les tiges du roseau commun sont lavées plusieurs fois, et puis laissées sécher à l'air libre pendant trois jours afin de réduire leurs taux d'humidité.



Figure 20. Image de roseau commun lavée et séchée

- 3. Broyage :** roseau commun ont été coupés en petits morceaux. Ces derniers ont subi un broyage en utilisant un Moulin à café.



Figure 21. Image de roseau coupé et exemple de broyeur utilisé pour le broyage

- 4. Tamisage :** Les fibres broyées ont été tamisées dans un tamis de la marque **RTSCH** avec des différents diamètres afin d'obtenir une farine très fine ayant un diamètre

inférieure ou égale à 125 μm (0.125 mm). Ce tamisage a été réalisé au laboratoire de géologie du département biologie au niveau de l'Université Mouloud Mammeri (Tizi-Ouzou).

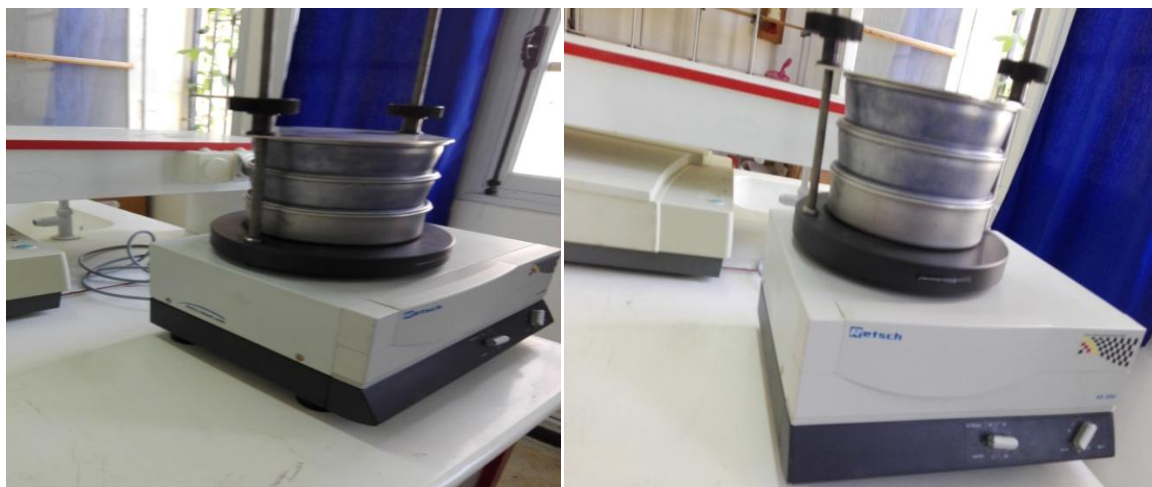


Figure 22. Tamis utilisé de marque RETSCH AS 200 (original 2022).



Figure 23. Les échantillons après Broyage et Tamisage

II. Caractérisation physique-chimique de roseau commun

A. Détermination du taux d'absorption en eau de la farine du roseau

Le taux d'absorption est la quantité d'eau maximale que peut absorber un échantillon de 05 grammes préalablement étuvé pour qu'il puisse perdre son eau libre, après une immersion complète dans de l'eau distillée.

Nous avons déterminé ce taux comme suit :

Pour commencer, nous avons préparé trois échantillons de 5g de farine du roseau, puis nous avons mis chaque échantillon de farine dans des béchers (trois essais ont été effectués) pour

ensuite les peser. Ces différents échantillons ont été étuvés pendant 24 h dans une étuve à 105°C avant l'immersion dans l'eau distillée. Le lendemain, nous avons récupéré les échantillons, nous les avons placés dans le dessiccateur pendant 45 minutes.

Après refroidissement, les échantillons ont été immergés dans 100ml d'eau distillée pendant 24 h.

Après les 24 heures, à l'aide d'un passoir et du papier filtre, nous avons filtré les échantillons et nous avons pesé la farine pour avoir la masse après immersion.



Figure 24. Détermination du taux d'absorption d'eau de la farine du roseau

B. Détermination du taux de cendre

C'est le pourcentage de résidus restant après oxydation sèche de la matière organique c.à.d. une oxydation entre 580 – 600°C.

Nous avons procédé dans notre cas de la façon suivante :

On a introduit 5g de notre broyat de farine de roseau dans trois creusets, après l'avoir pesé ; et les avoir mis dans un four à moufle à une température de 550 ° C pendant 3 heures et 30 min (les 30 minutes c'est la durée que prend le matériel pour atteindre la température voulue). Ensuite après avoir sorti les échantillons du four à moufle, nous les avons mis dans un dessiccateur pour éviter l'absorption de l'humidité de l'air;

Une fois refroidis, les creusets ont été repesés pour obtenir le taux de cendre (matière minérale).

Pour calculer la teneur en cendre on utilise la formule suivante :

$$\text{TC}\% = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100$$

TC : teneur en cendre en pourcentage.

m1 : poids de creuset avec les cendres en gramme.

m2 : poids de creuset vide en gramme.

m0 : prise d'essais ; 5g.



Figure 25. Détermination du taux de cendre de la farine du roseau

C. Analyse par spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (IRTF)

La spectroscopie infrarouge est une technique simple et fiable utilisée aussi bien en chimie organique qu'inorganique, en recherche et dans l'industrie. Cette technique exploite le fait que les molécules absorbent des fréquences spécifiques caractéristiques de leur structure.

Les absorptions correspondent aux fréquences de résonance, à savoir les fréquences telles que le rayonnement absorbé correspond à la fréquence de la liaison ou du groupe en vibration.

La partie infrarouge du spectre électromagnétique est généralement divisée en trois régions :

- **L'infrarouge proche, moyen et lointain**, cette appellation se rapportant au spectre visible.

- **L'infrarouge proche** à plus haute énergie, de 14000 à 4000 cm^{-1} , peut exciter des vibrations harmoniques. L'infrarouge moyen de 4000 à 400 cm^{-1} , peut être utilisé pour étudier les vibrations fondamentales et les structures associées rotations-vibrations.

- **L'infrarouge lointain**, ($400 - 10\text{ cm}^{-1}$)

Pour ce faire, on a utilisé l'analyse infrarouge à transformée de Fourier (IRTF), à l'aide d'un spectrophotomètre IRTF.

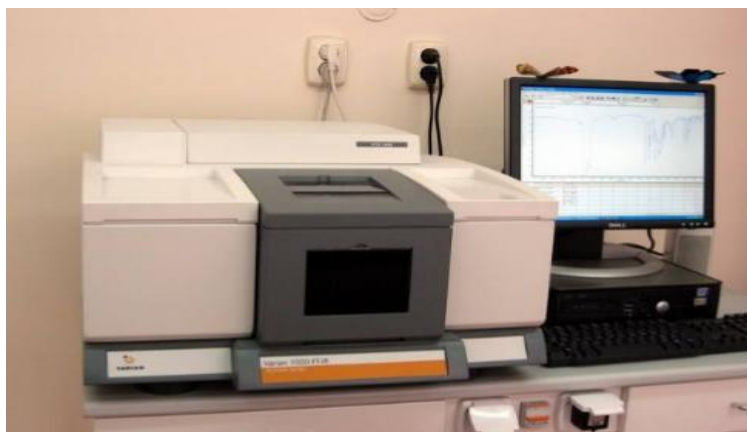


Figure 26. Appareil infrarouge (Fourier FTIR-8400S de type SCHIMADZU)

D. Analyse morphologique par MEB

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopie) est une technique qui est basée sur le principe des interactions électrons-matière. Elle nous renseigne sur la morphologie de surface des échantillons. Son principe consiste en un faisceau d'électrons balayant la surface de l'échantillon à analyser, qui à son tour réémet certaines particules. Ces différentes particules sont analysées par différents détecteurs qui permettent de reconstruire une image en trois dimensions de la surface.

Les photomicrographies ont été obtenues au niveau du laboratoire de chimie situé à l'Université Mouloud Mammeri (Hasnaoua) à Tizi-Ouzou où nous avons effectué une observation sur un échantillon de la farine du roseau commun et le pvc vierge.

III. Elaboration des composites fibre/PVC

III.1. Matériaux utilisés

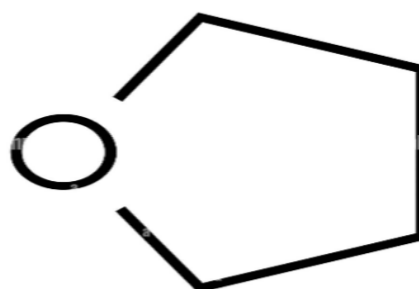
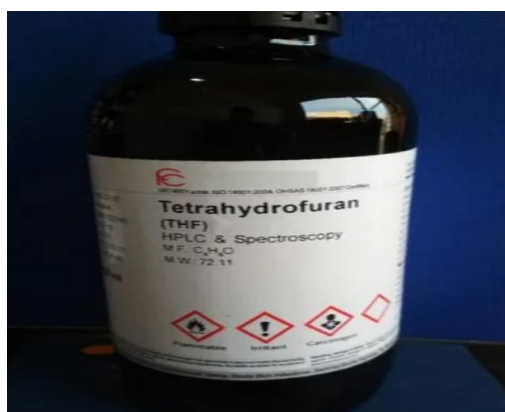
- ❖ **La résine de PVC** : Une matrice de type SE-1200 produite par la société américaine polymérisée en suspension, de masse volumique 0,509-0,520 g/cm³ et d'une densité de 0,481-0,561 g/cm et une viscosité de 0,99-1,030



Figure 27. Résine de PVC vierge

Le PVC résine sont polymérisés par processus de suspension, leur apparence en forme de poudre blanche. Ils sont essentiels pour la préparation de composés de matériaux de PVC

- ❖ **THF (tétrahydrofurane)** : est un liquide incolore, très volatil, d'odeur étherée. Il est miscible à l'eau, très soluble dans l'éther éthylique, l'acétone, l'éthanol, le benzène, ainsi dans la plupart des solvants organiques.



tetrahydrofuran

Figure 28. Tetrahydrofurane (THF)

Notre étude expérimentale a été réalisée dans les laboratoires de chimie du département biologie (Tamda), au niveau de l'Université Mouloud Mammeri (Tizi-Ouzou).

La préparation des éprouvettes de type H et les études mécaniques a été réalisé à CATEL (Oued Smar) à Alger. Notre travail est divisé en deux parties

Partie A: Dans cette partie on à réalisé des expériences pour fixer les paramètres,

2 essais ont été effectués

1^{er} essai : matériau utilisé

- 5g de résine PVC
- 75 ml de THF
- Température 60°C

Mode opératoire

Dans un bécher, on a introduit 5g de PVC 75 ml de THF en maintenant une agitation mécanique afin d'homogénéiser la solution pendant 2-4 minutes à une température 60°C.



Figure 29. Agitateur mécanique et la plaque de verre

La solution homogène a été étalée sur une plaque de verre lavé avec l'acétone à l'aide d'une tige cylindrique en verre et le film est obtenu après quelques minutes.

2^{eme} essai : matériaux utilisé

- 7,5 g de résine PVC
- 90 ml de THF

Il a été réalisé avec le même mode opératoire à 60°C

Partie B : Adhésion PVC et la fibre végétale (roseau commun)

Pour préparer les films, nous avons fixé les paramètres suivants :

La température à 60°C, 5g de PVC résine suivie de 75 ml de THF

Dans cette partie on a réalisé 3 expériences, les quantités et les paramètres sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau 5. Masse de PVC, THF et fibre végétale

Expériences	1(2 essai)	2 (2essai)	3
PVC (g)	5	5	5
THF (ml)	75	115	150
Fibre (g)	5	10	15
T (°C)	60	60	60

Mode opératoire :

Dans un bécher on mélange les 75 ml de THF les 5g de PVC et une quantité de fibre végétale (5, 10, 15)

Le mélange a été soumis à une agitation à 60°C

La solution homogène obtenue sera étalée sur une plaque en verre lavé à l'acétone et séchée. Le film se forme en quelque minute

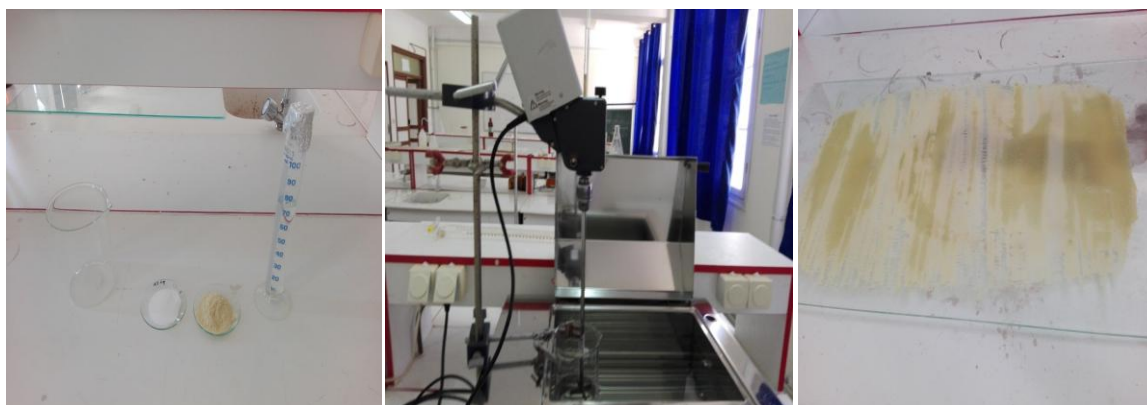


Figure 30. Dispositif expérimental de mode opératoire

III.3.Préparation des éprouvettes de types H

À partir des plaques, cinq éprouvettes de type H (figure 19) ont été découpées à l'aide d'un appareil mécanique (figure 20), dont les caractéristiques sont comme suit :

- ✓ Longueur totale : $75 + 2\text{mm}$
- ✓ Longueur de la partie calibrée : $25 + 0,5\text{mm}$
- ✓ Largeur aux extrémités : $12.5 + 1\text{mm}$
- ✓ Largeur partie de la étroite : $4 + 0,1 \text{ mm}$

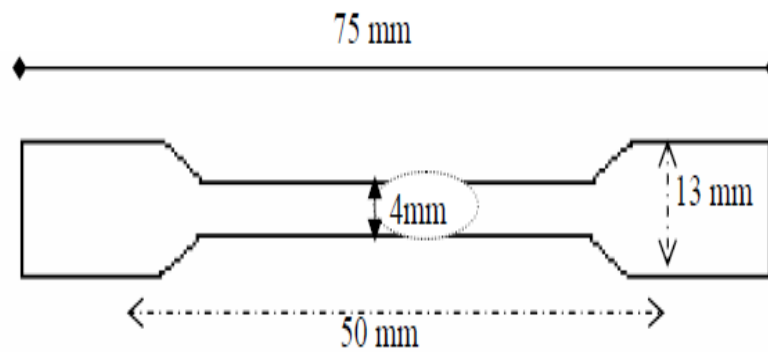


Figure 31. Eprouvette de type H.

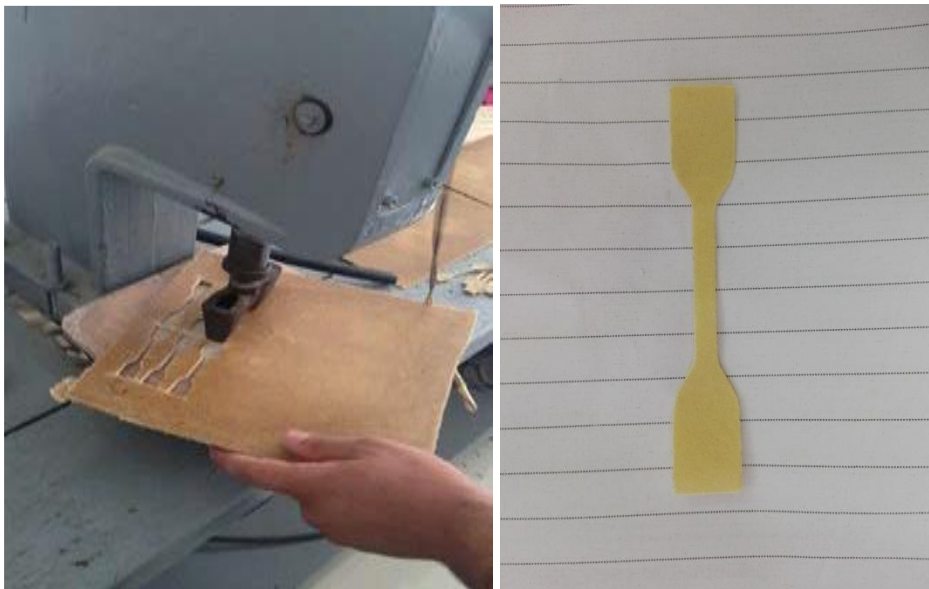


Figure 32. Appareil mécanique utilisé pour l'obtention des éprouvettes

III.4. Caractérisation mécaniques des composites PVC/Roseau commun

III.4.1 .Test de traction

Les tests mécaniques ont été réalisés sur une machine d'essai de traction, de marque ZWICK de type BTC-FR 2.5TN.D09. L'essai est réalisé selon la norme NFC 32-200 à une température de 19.3°C et à une vitesse de 50 mm/mn sur les éprouvettes préparées



Figure 33. Machine d'essai de traction de marque ZWICK de type BTC-FR 2,5TN.N.09

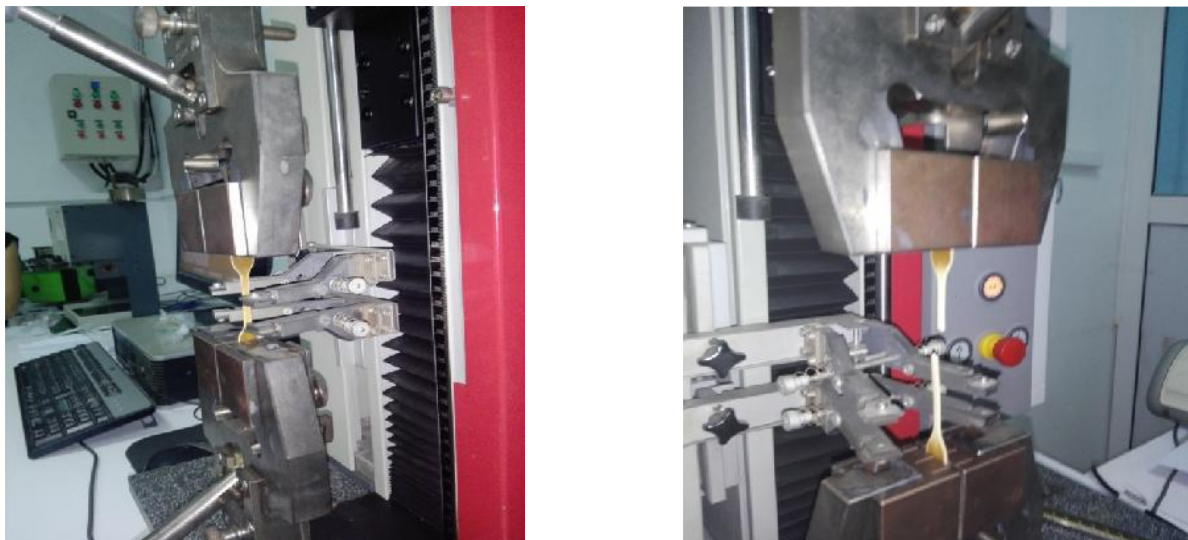


Figure 34. (a)- Eprouvette avant le test de traction et (b)- éprouvette après le test de traction

Chapitre 3: Résultats et discussions

I. Caractérisation de la fibre (roseau commun)

1. Détermination du taux d'absorption d'eau de la farine du roseau commun

Les résultats obtenus après 24 h d'immersion des trois échantillons dans de l'eau ainsi que le taux d'absorption d'eau sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau 6. Résultats de calcul du taux d'absorption de la farine.

Mo (masse avant immersion) en g	M _f (masse après immersion) en g	Taux d'absorption %
28,3654	35,2133	24,14%

Nous avons remarqué du tableau 6 que le taux d'absorption de la farine, est de 24,14%. Ceci est dû au caractère hydrophile de la fibre qui renferme dans sa structure chimique, comme toutes charges ligno-cellulosiques, des groupements polaires capables d'interactions physiques avec l'eau.

2. Détermination du taux de cendre de la farine du roseau commun

Après calcination totale de la matière organique, les différents échantillons de la farine la figure (16) représente l'aspect des trois échantillons après calcination.



Figure 35. Aspect des trois échantillons après calcination

Le tableau ci-dessous montre les résultats du taux de cendre des échantillons obtenus lors des essais :

Tableau 7. Résultats de calcul du taux de cendre

Les creusets vides	Les creusets remplis	Les creusets avec cendre	Taux de cendre %
31,77g	36,77g	31,97g	4%

Le taux de cendre correspond à la disparition de la matière organique contrairement à la matière minérale (cendre) qui y'est reste.

La teneur en matière minérale de la fibre de roseau commun est de 4%. Cette valeur est légèrement élevée à celle que nous avons trouvée dans la littérature (3%) [38].

Cette richesse en matière minérale peut être expliquée par le fait que cette fibre est une plante semi-aquatique et dite vasculaire qui affectionne les milieux humides, et se trouve souvent dans les marais, donc elle prend les éléments nutritifs nécessaires à sa croissance grâce à la sève brute absorbée au niveau de ces racines.

Et aussi, il faut savoir que la teneur en cendre varie considérablement selon l'espèce, et dépend de la nature et la composition du sol sur lequel ces plantes poussent. En effet, ces dernières prennent du sol les éléments qui leurs sont indispensables.

3. Analyse par spectroscopie Infra Rouge de la farine du roseau commun

La figure représente les résultats d'analyse IRFT des farines de roseau

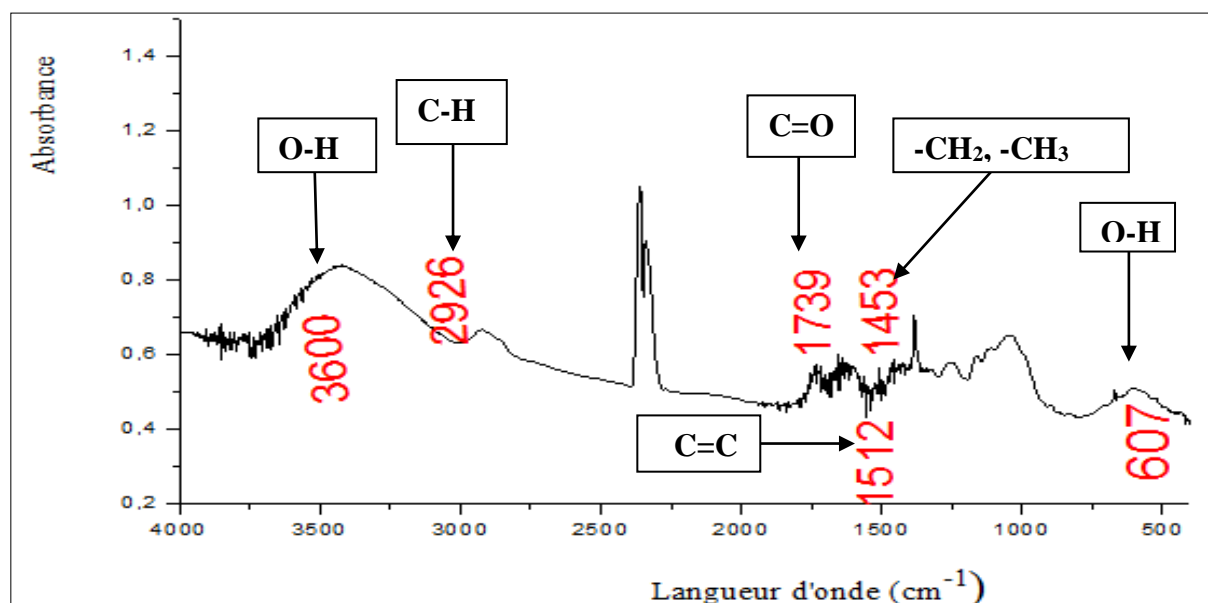


Figure 36. Spectre IR de la farine de roseau.

Chaque bande d'absorption qui apparaît sur les spectres correspond à une fonction ou groupement chimique. Ainsi, la bande qui s'étend de 3600 cm^{-1} est attribuée à la vibration des groupes hydroxyles (-OH) dans la lignine et hémicellulose. La bande d'intensité moyenne centrée vers 2926 cm^{-1} traduit les vibrations d'élongation des liaisons C-H du groupe $-\text{CH}_2$ des segments de la cellulose, hémicellulose et de la lignine [39].

Le spectre révèle aussi une bande d'absorption centrée à 1739 cm^{-1} , associée aux vibrations d'élongation des groupements carbonyles C=O des groupes acétyles des substances d'hémicelluloses. On note également l'apparition d'une bande d'absorption à 1512 cm^{-1} qui traduit la vibration de déformation de C=C de la lignine, l'élongation des liaisons C=C du cycle aromatique présent dans la structure de la lignine.

Les bandes d'absorption se trouvant entre 1453 et 1412 cm^{-1} et à 1383 cm^{-1} sont essentiellement dues aux vibrations de déformation des groupements $-\text{CH}_2$ et $-\text{CH}_3$, contenus dans les structures de la lignine et l'hémicellulose.

Enfin, un pic vers 607 cm^{-1} lié à la déformation du groupement (C-OH)

4. Analyse morphologique par le MEB des constituants vierges

La figure suivante montre la micrographie de MEB des éléments vierges à différents agrandissements, du PVC et de la fibre respectivement. Nous avons remarqué que la surface du PVC est plate, lisse et compacte sans défauts. La fibre végétale présente un aspect polygonal régulier qui revient à la cellule végétale munie de pores

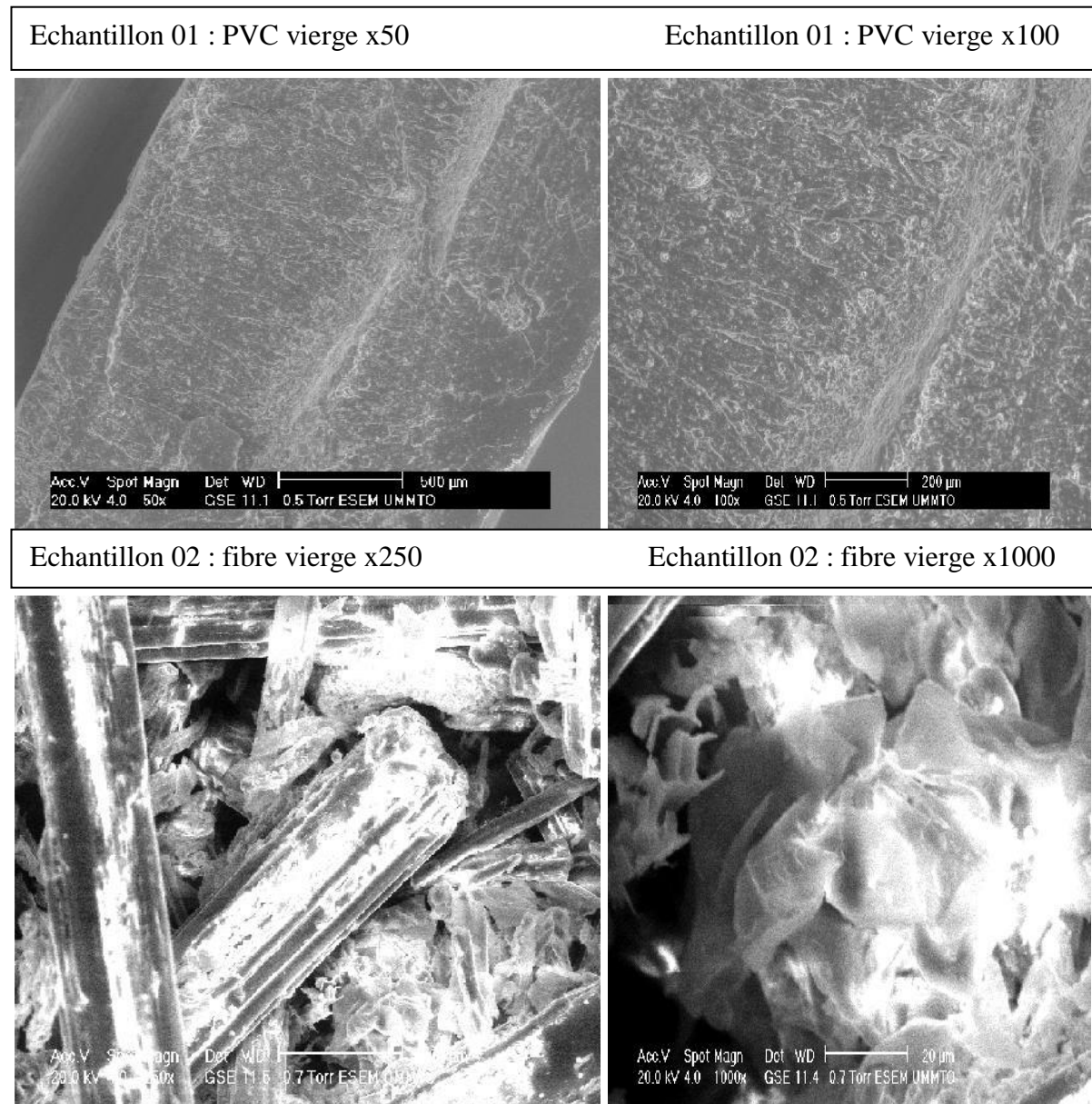


Figure 37. Micrographie des constituants vierges.

II. les résultats d'élaboration des composites fibre/PVC

Partie A: pour fixer les paramètres

Afin d'élaborer les films nous avons procédé plusieurs essais dans le but d'optimiser les paramètres expérimentaux de :

- Température : 60°C
- Quantité de PVC : 5g
- Quantité de THF : 75ml

1^{er}essai : nous avons obtenu un film fin et translucide.



Figure 38. Image de film obtenu (1^{er}essai)

2^{eme}essai les films obtenus

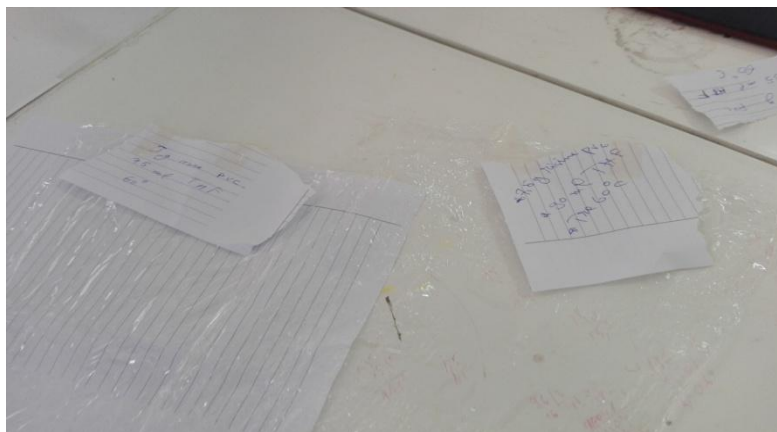


Figure 39. Image des films obtenus (2^{eme} essai)

Le 2^{eme}essai a été plus intéressant et plus clair, on l'a adopté

Partie B : Adhésion pvc et la fibre végétale (roseau commun)

L'adhésion du pvc et la fibre végétale à 5% nous à donné un composite homogène après plusieurs essais



Figure 40. Films obtenus à (5%)

À 10% de la fibre végétale s'est parfaitement incorporée dans le film, donc le composite obtenu est parfait.



Figure 41. Films obtenus à (10%)

Après avoir intégré 15% de la fibre végétale dans le THF, ce dernier s'est évaporé, on a obtenu un mélange poudreux non homogène (formation hétérogène)



Figure 42. Images de film obtenu à (15%)

III. Propriétés mécaniques des composites PVC/Roseau commun

III. 1 .Test de traction (L'allongement et la contrainte aux ruptures)

Les histogrammes des figures suivantes (24 et 25) illustrent la contrainte et l'allongement à la rupture en fonction de la teneur du mélange de la résine du pvc et du roseau commun.

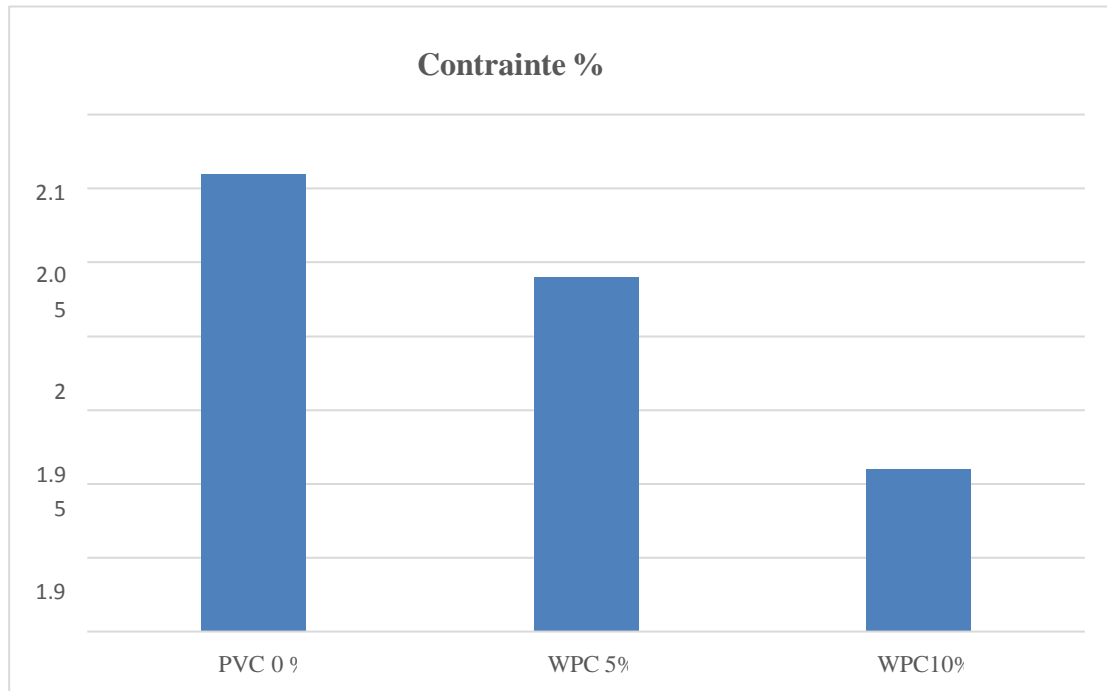


Figure 43. Contrainte à la rupture des différentes formulations composites PVC/roseau commun

D'après les histogrammes, les résultats obtenus montrent que les contraintes à la rupture ont tendance à diminuer en fonction du taux de la farine comparativement au PVC vierge.

Les histogrammes nous montrent que la contrainte à la rupture du PVC de 5% serait plus élevée que celle de 10%

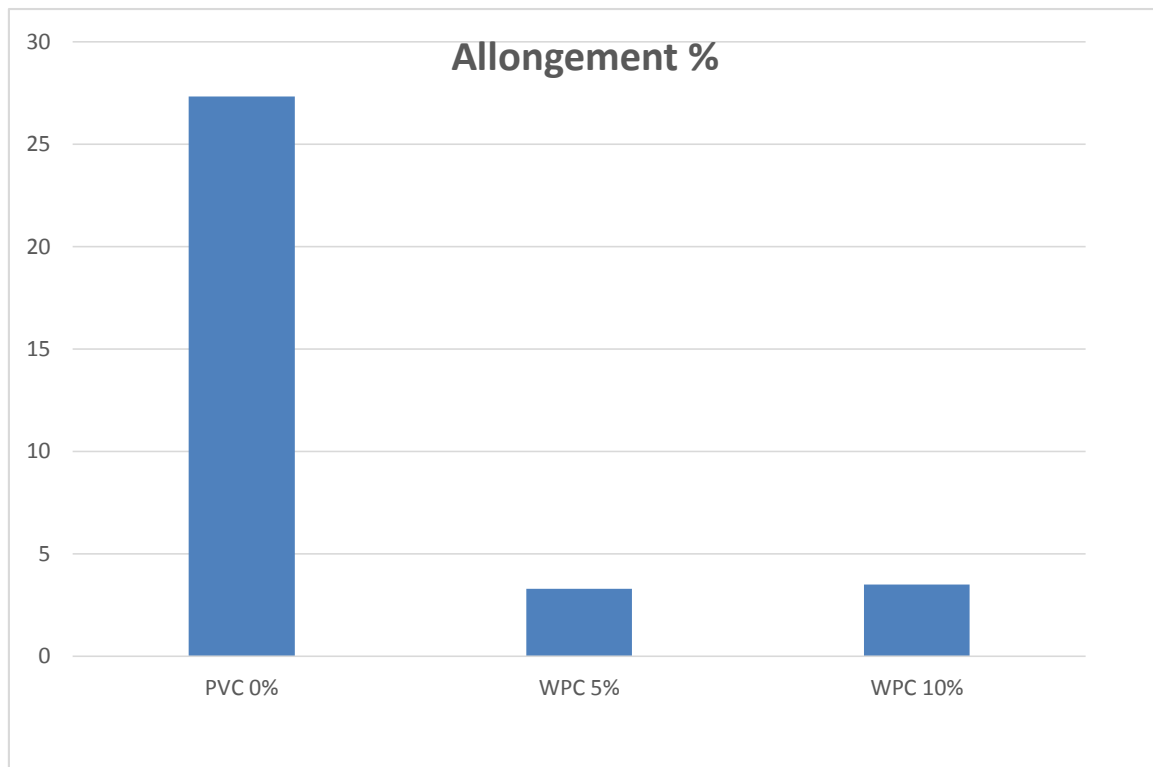


Figure 44. Allongement à la rupture des différentes formulations du composite PVC/farine du roseau commun

L'allongement à la rupture des différentes formulations est plus intéressant à 10% et à 5% elle reste faible.

Cette diminution est due à la nature antagoniste des charges utilisées et le PVC. En effet, les fibres sont hydrophiles et le **PVC** est hydrophobe, ce qui conduit à une interface charge/matrice faible, un mauvais transfert de contrainte, et par conséquent une diminution des propriétés mécaniques. Aussi, l'absorption est à l'origine de défauts tel que les vides après la compression dans l'étape d'élaboration, qui conduit à l'évacuation de l'eau retenue.

III. 2. Le module de traction (module de Young)

Le module de Young du composite PVC/ farine du roseau, qui indique la rigidité des matériaux, est porté sur la figure 26.

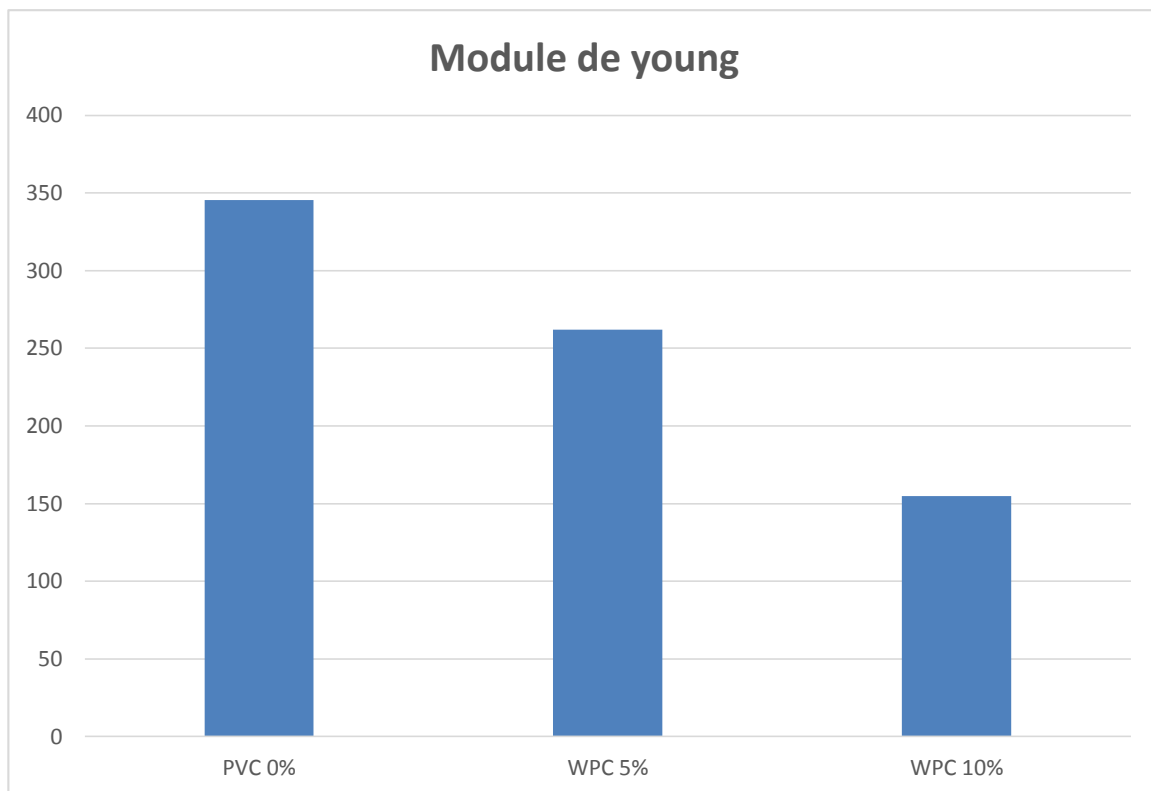


Figure 45. Module de Young des différentes formulations du composite PVC/farine du roseau commun.

On remarque de la figure 3 que tous les modules des différentes formulations sont inférieurs au module du PVC (345.57 MPa), le module de Young a donné le meilleur résultat à 5% (250 MPa)

Les essais mécaniques nous ont montré que le meilleur composite serait à 5% de fibre végétale

IV .Analyse MEB des différentes formulations

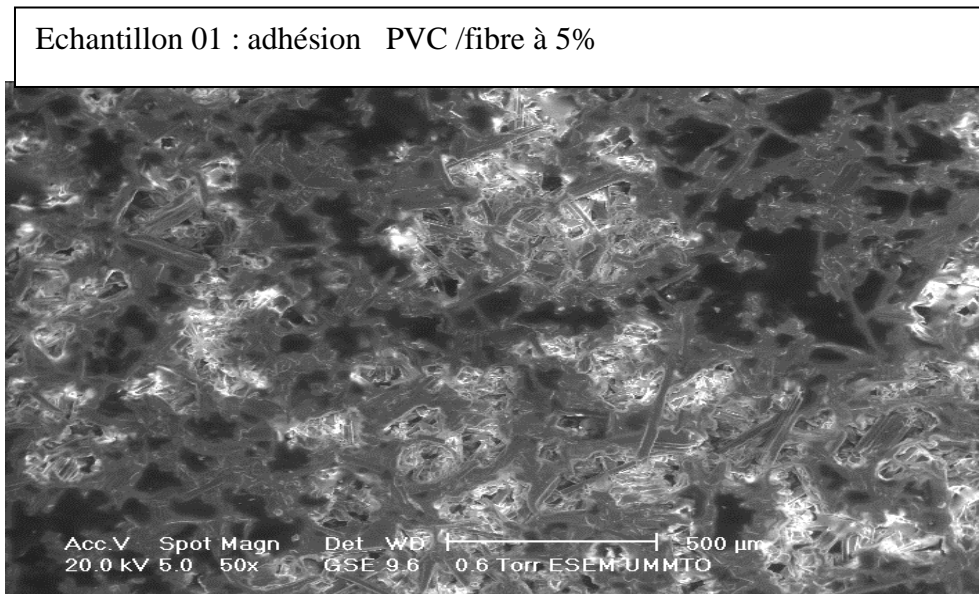


Figure 46. MEB de PVC /farine du roseau à 5%

Le MEB à montré que la micrographie à 5% de charge végétale nous montre une adhésion dans le PVC mais il ya une certaine porosité qui apparait

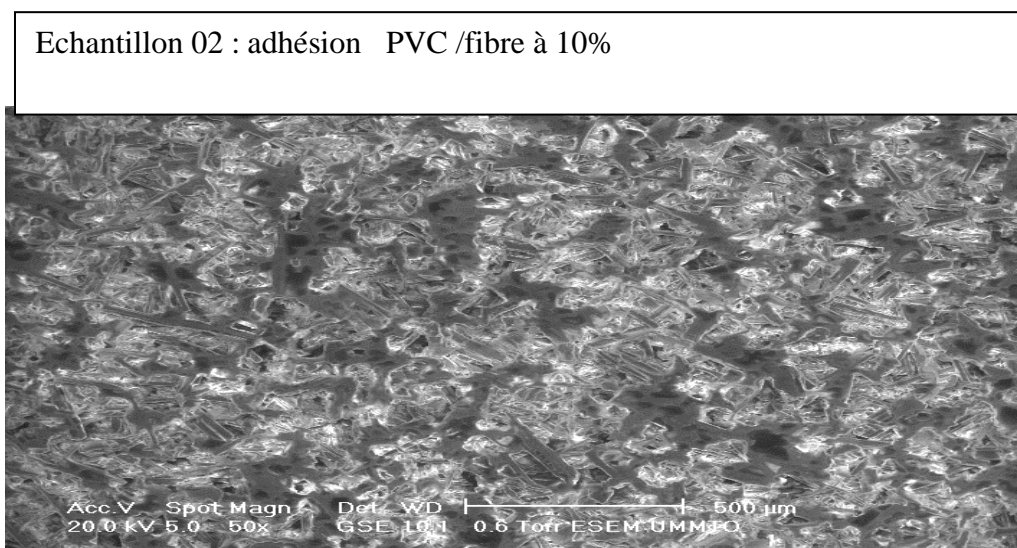


Figure 47. MEB de PVC /farine de roseau à 10%

Le MEB à 10% de charge à 500 um nous montre que la charge végétale à bien adhérer au PVC ce qui pourrait donner un matériau Composite adéquate car la porosité est faible

Conclusion générale

L'objectif de ce travail est l'élaboration d'un composite à base de PVC par voie de solvant THF et une farine de roseau commun, qui est une espèce colonisatrice, très disponible dans la région

Aussi, un point importants qui a incité à cette recherche est le fait d'utiliser des techniques simples et peu coûteuses tout en respectant l'environnement (écologique) .

Au cours de cette étude, nous avons élaboré un film à base de solvant THF (75 ml) mélangé à une quantité de PVC (5g) à une $T^{\circ} = 60^{\circ}\text{C}$, après le 2^{eme} essai nous avons obtenu des films translucides, qui ont été adoptés. Ces films ont été chargés de fibres végétales à différentes teneurs 5,10, et 15% avec un diamètre de 0,125mm.

À l'issu de notre travail on peut conclure ce qui suit :

- le composite qui contient 15% de la fibre végétale n'a pas été formé, on a obtenu une solution solide dispersée
Après plusieurs essais avec 5% de charge végétale nous avons obtenu un composite homogène, et à 10% la fibre s'est parfaitement incorporée.
La micrographie MEB nous a montré que les matériaux a 10% de charge végétale a donné un composite adéquate de faible porosité
- les résultats des tests mécaniques (module de Young, allongement et contrainte à la rupture) montré que le composite avec 5% offre un bon compromis entre le module, l'allongement et la contrainte à la rupture, faits lié à sa relative bonne adhésion de la charge végétale et à sa bonne adhésion
- les résultats MEB montre que la formulation de 10 % massique offre une meilleure adhésion

Les perspectives de cette étude, on pourra suggérer :

- traitement de la fibre de roseau ou encore a ajouter un agent couplant afin d'avoir une meilleur adhésion.
- Une ATG
- Un mélange de fibres serait à prévoir avec le PVC pour peut-être obtenir un meilleur composite

Références bibliographique

[1] **ABIR. M (2013)**. Etude de la production et de la caractérisation de composites bois-plastiques. Mémoire de maîtrise en Génie chimique. Québec, p : 10-83.

[2] **AUGIER. L (2007)**. Etude de l'élaboration de matériaux composites PVC/bois à partir de déchets de menuiserie : formulation, caractérisation, durabilité et recyclabilité. Thèse doctorat de l'institut National Polytechnique de Toulouse. Toulouse, p17.

[3] **EL HADJI. B (2008)**. Nouveaux matériaux composites thermoformables _a base de bres de cellulose. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG.

[4] **TALEL. B (2011)**. Utilisation d'une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique de composites bois/plastique 'WPC'. Mémoire de doctorat de l'Université de Pau et des Pays de l'Adour.

[5] **SCHINDEL. D. W (1999)**. "Air-coupled ultrasonic measurements of adhesively bonded multi-layer structures", *Ultrasonic*, vol. 37, n° 13, pp. 185-200.

[6] **EREN. E, KURAMA. S et SOLODOV. I (2012)**. «Characterization of porosity and defect imaging in ceramic tile using ultrasonic inspections», *Ceramics international*, vol. 38, n° 13, pp. 2145- 2151.

[7]- **BOURAI. K (2010)**. Étude du comportement thermique d'un composite bois-polymère pour une application en rotomoulage (Mémoire M.Sc.), Université Laval, Québec, P 128.

[8] **ROKBI MANSOUR (2001)**. « Comportement à la rupture et caractérisation mécanique de composites polyester fibres de verre ». Diss. Université de M'Sila-Mohamed Boudiaf.

[9] **DANIEL GAY (2009)**. « Matériaux Composites 4ème Edition », Hermès

[10]-**BEN'MBAREK. T(2011)**. Utilisation d'une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique de composites bois/plastique 'WPC'. Thèse de docteur de l'université de Pau et des pays de l'Adour, Ecole doctorale des sciences exactes et de leurs applications P 211.167

Références bibliographique

- [11] **ARRAKIZ PZ, EI ACHABY M, KAKOU AC, VAUDREUIL S, BENMOUSSA K, BOUHFIID R (2012)**. Mechanical properties of high density polyethylene reinforced with chemically modified coir fibers: impact of chemical treatments. *Mater Design*, 37:379-38.
- [12] **EI HADJI B.L (2008)**. Nouveau matériaux composites thermo formables à base de fibre de cellulose, Thèse doctorat, p 32,47, 48
- [13] **ASHORI. A (2008)**. Biotechnol.
- [14] **DAMMER. L, CARUS. M, RASCHKA. A, SCHOLZ. L (2013)**. Nova-Institute for Ecology and Innovation, Allmagne.
- [15] **WACHOWSKI. A (2006)**. « Les Parois de Cellules Végétales», [en ligne]. Disponible sur <http://www.lycees.ac-rouen.fr/lgcorneille/SPIP/IMG/DS206.pdf>
- [16] **TALEL B. (2011)**. Utilisation d'une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique de composites bois/plastique 'WPC', thèse doctorat, Université de Pau et des Pays de l'Adour .
- [17] **BLEDZKI. A.K, GASSAN. J and THEIS. S. (1998)**. "Wood-filled thermoplastic composites", *Mechanics of Composite Materials*, vol. 34, n° 6, pp. 563-568.
- [18] **MIR. A, HACHEMANE. B, BEZZAZI. (2007)**.Eco conception & matériaux composites à base de renforts naturels. International Symposium on Composites and Aircraft Materials: damage and fatigue diagnostics.
- [19] **COUHERT. C (2007)**. « Pyrolyse flash à haute température de la biomasse ligno-cellulosique et de ses composés - production de gaz de synthèse », Thèse de pour obtenir le de Doctorat de l'Ecole des Mines de Paris Energétique.

Références bibliographique

[20] **ABDELHAKIM. N, KHINECH. S (2014)**. « Etude de comportement mécanique des composites bio-sourcés », thèse master de l'université Kasdi Merbah Ouargla, gène productique.

[21] **JOLY. N (2003)**. « Synthèse et caractérisation de nouveaux films plastiques obtenues par acylation et réticulation de la cellulose », thèse doctorat de l'université de Limoges, chimie des substances Naturelles.

[22] **KARRY. M (2012)**. Caractérisation des propriétés mécaniques et électriques des matériaux composites par méthode holographique numérique 3D et analyse diélectrique. Université du Maine, Français.

[23] **BOUSTINGORRY. P (2002)**. « Elaboration d'un matériau composite à matrice gypse et renfort bois fragmenté - Amélioration de la résistance au vissage de produits préfabriqués en gypse », Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne.

[24] **YAHIAOUI. L (2011)**. «Caractérisations d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss) ». Mémoire de magister, université Ferhat Abbas-Sétif.

[25] **AUGIER. M. L (2007)**. Etude de l'élaboration de matériaux composite PVC/bois à partir des déchets de menuiserie : formulation, caractérisation, durabilité et recyclabilité, thèse doctorat, Institut National Polytechnique, Toulouse, p 26 -28.

[26] **BALEY. C, GROHENS. Y, AND PILLIN. I (2005)**. "Etat de l'art sur les matériaux composites biodégradables", *Revue des composites et des matériaux avancés*, vol. 14, n° 2, pp. 135-166.

[27] **BOUMERDASSI. K (2008)**. Elaboration Et Caractérisation D'un Composite Biodégradable A Matrice Thermoplastique Et Renfort Polysaccharide. Mémoire de magistère .Boumerdès:Univ M'hemed BOUGGARA DE BOUMERDES.

Références bibliographique

[28] **SEDAN. D (2007)**. Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite. Thèse de doctorat de l'université de limoges, p24-6-25-50-120.

[29] **LAVOIE. C (2008)**. rapport préparé pour le comité interministériel du gouvernement du Québec sur le roseau commun et pour canards illimités.44P

[30] **ROWELL R.M, YOUNG R.A, ROWELL J.K (1997)**. Paper and composites from Agro based resources, Ed Rowell R.M, Lewis publishers, Boca Raton, USA.

[31] **MARIKA. T, JAANIS. J, JAAK. T (2009)**. Microbial biomass, activity and community composition in constructed wetlands. Science of the total environnement, 407, 3958-3971.

[32] **SAINT. J, OBV du Fleuve**, Une espèce exotique envahissante : Le roseau commun ou phragmites australis.

[33] **TINGAUT. PH (2006)**. Modification de la structure chimique du bois par des Alcoxysilanes diversement substitués, Thès Doct. Univ Bordeaux, 17-27p.

[34] **MERCIER J.P (1983)**. Polymérisation des monomères vinyliques, presse polytechnique romandes.

[35] **TALEL. B (2011)**. Utilisation d'une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique de composites bois/plastique 'WPC', thèse doctorat, Université de Pau et des Pays de l'Adour.

[36] **AUSSEUR. D** Technique d'Ingénieur, le Poly (chlorure de vinyle), AM 3 325.

[37] **SLAMA. I (2008)**. *Caractéristiques physico-mécaniques des composites bois plastiques provenant de la valorisation des résidus des panneaux mdf-étude des possibilités de recyclage*. Thèse de la maîtrise en ingénierie. Québec : Univ du Québec à Chicoutimi, p3-6-14-28-1-38-70.

Références bibliographique

[38] HAMMICHE. D, BOUKERROU. A, DJIDJELLI. H, DJERRADA. A. Effets de certains anhydrides maléiques greffés de pvc (pvc-g-ma) sur la morphologie, et la mécanique et propriétés thermiques de matériaux composites pvc renforcé/fibre d'Alfa.232 journal of vinyl & additive technology.doi 10.1002/vn.226-232.

[39] Tableau de fréquences de vibrations des principales fonctions rencontrées dans les composés organiques

ANNEXES

Annexe 1. Essai de traction

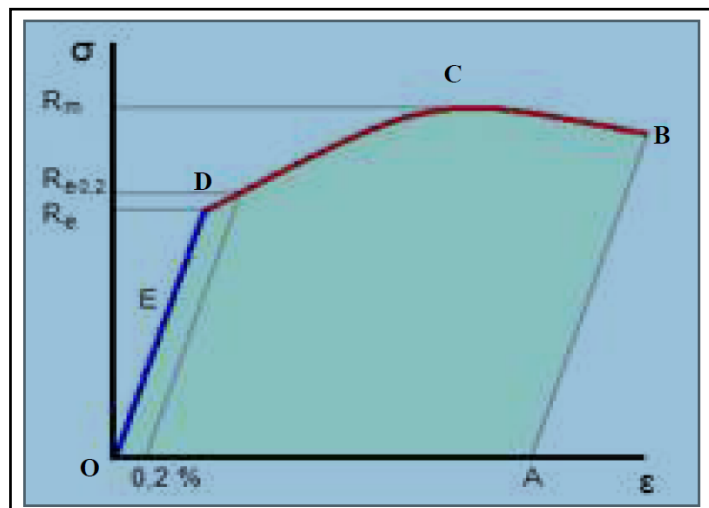
Un essai de traction est une expérience de physique qui permet de mesurer le degré de résistance à la rupture d'un matériau quelconque.

Cet essai ou expérience consiste à placer une petite éprouvette du matériau à étudier entre les mâchoires d'une machine de traction qui tire sur la barre jusqu'à sa rupture.

On enregistre l'allongement et la force appliquée, que l'on convertit ensuite en l'allongement et la force appliquée, que l'on convertit ensuite en déformation et contrainte.

L'essai de traction donne des valeurs importantes :

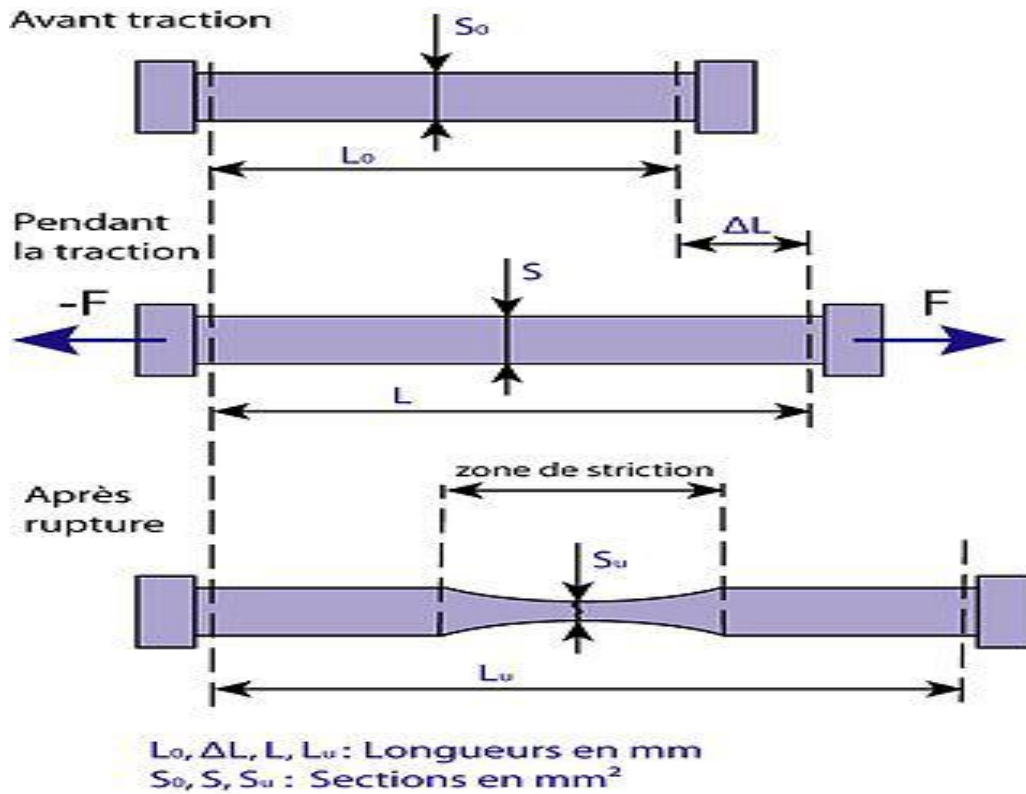
- le module de Young E , ou module d'élasticité longitudinale.
- la limite d'élasticité R_e (Réversible).
- la limite à la rupture R_m .
- l'allongement à la rupture A , qui mesure la capacité d'un matériau à s'allonger sous charge avant sa rupture.
- Rupture du matériau au point B.
- OD : Régime élastique.
- DC : Déformation plastique.
- CB : Réduction localisée de la section S_0 .



Graphique de test de traction

Allongement à la rupture

L'allongement à la rupture est une caractéristique sans dimension des matériaux. Elle définit la capacité d'un matériau à s'allonger avant de rompre lorsqu'il est sollicité en traction.



Évolution d'une barre soumise à un essai de traction

Avec :

L_0 : la longueur initiale, longueur de la barre avant le début de l'essai de traction.

L_u : longueur de la barre juste avant la rupture.

Annexe 2. Module d'Young

Le module d'Young ou module d'élasticité est la constante qui relie la contrainte de traction et la déformation pour un matériau élastique isotrope.

Le module d'Young est la contrainte mécanique qui engendrerait un allongement de 100 % de la longueur initiale d'un matériau (il doublerait donc de longueur), si l'on pouvait l'appliquer réellement : dans les faits, le matériau se déforme de façon permanente, ou se rompt, bien avant que cette valeur soit atteinte

- E : module d'YOUNG ou module d'élasticité longitudinale (GPa).
- Le module d'YOUNG caractérise la raideur du matériau :
- E élevé : matériau rigide ;
- E faible : matériau souple.

Résumé

Résumé

L'objectif de ce travail est d'élaborer et de caractériser un matériau composite à matrice PVC et à charge d'origine végétale, farine de roseau commun par voie de solvant THF. Cette dernière est obtenue par broyage et tamisage à une granulométrie de 0.25mm, de roseau commun. Ce projet met en évidence l'effet de la granulométrie ainsi que la concentration de la farine de roseau commun sur la morphologie, l'absorption et sur les propriétés mécaniques (l'allongement à la rupture et la contrainte à la rupture, module élastique). Pour se faire, différentes méthodes d'investigation ont été utilisées ; Le test d'absorption d'eau, le taux de cendres, les tests de traction, l'analyse IRTF et Le MEB. On démontre que l'adhésion et la dispersion des fibres végétales au sein de la matrice étaient bonnes à faible dimension de fibre. On montre aussi que l'ajout de la farine de bois a augmenté le module du Young et a diminué significativement l'allongement et la contrainte.

Enfin, on déduit que l'ajout du bois améliore considérablement les caractéristiques mécaniques de ces composites.

Mots clef : composite, PVC, roseau commun, polymère, le module du Young, l'allongement et contrainte à la rupture.

Abstract

The objective of this work is to elaborate and characterize a PVC-matrix composite material with plant-based filler, the common reed flour by solvent THF. The latter is obtained by grinding and sieving to a grain size of 0.25 mm, of common reed. This project highlights the effect of the grain size as well as the concentration of common reed flour on the morphology, the water absorption and the mechanical properties (elongation at break, the tensile strength and elastic modulus). To do this, different investigative methods have been used; the water absorption test, ash rate, FTIR analysis and the SEM. Adhesion and dispersion of plant fibers to the matrix was demonstrated to be good at low fiber size. The results show also that common reed flour addition increased the Young's modulus and reduced substantially both the elongation at break and the stress. Thus, common reed flour addition increased significantly the mechanical properties of the composites.

Keywords: composite, PVC, reed common polymer, Young's modulus, elongation, and stress.