

**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI TIZI OUZOU**



**FACULTE DES SCIENCES
DEPARTEMENT DE CHIMIE**

MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

En vue de l'obtention de Diplôme de Master II en chimie

Spécialité : Chimie de l'environnement

THEME

***Elaboration et caractérisation d'un nouveau
matériau composite à base de PVC et de la farine de
bois de chêne zeen modifiée***

Préparé par : M^r OUSSAID ABDALLAH

Présenté devant le Jury composé de :

Mr HALEM N. Professeur à l'UMMTO. Président

Mme LOUNI D. Maître assistante classe A à l'UMMTO. Promotrice

Mr CHAOUCHI A. Professeur à l'UMMTO. Examineur

Mr RAHMOUNE M. Maître assistant classe A à l'UMMTO. Co-promoteur

Soutenu le : 08/12/2016

Remerciements

Je remercie Dieu le tout puissant de m'avoir donné la faculté de pouvoir poursuivre mes études.

Ce travail n'aurait pas vu le jour sans la vraie présence et la générosité de ma Promotrice, Mme LOUNI Dalila. Maitre assistante (A) à la faculté des sciences biologiques et des sciences agronomiques à l'UMMTO, que je veux particulièrement remercier.

Je remercie également mon Co-promoteur Mr RAHMOUNE M maitre assistant à la faculté des sciences. pour son soutien.

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

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

Merci également à :

- Mr. HALEM N. Professeur à la faculté des sciences à l'UMMTO, de nous avoir fait l'honneur d'accepter de présider le jury.

-Mr. CHAOUCHI A. Professeur à la faculté des sciences UMMTO, d'avoir accepté d'examiner et d'évaluer ce travail.

Je tiens également à adresser mes plus vifs remerciements au personnel du laboratoire de chimie de Tamda, faculté des sciences biologiques et des sciences agronomiques.

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

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail

A mes parents

A mes frères et sœur

A toute la famille

A tout ceux que j'aime et m'aiment

Merci 

Liste des figures

Figure1 : Arbre de chêne zeen.....	3
Figure 2 : Coupe transversale d'un tronc d'arbre	4
Figure 3 : Plans de référence du bois.....	5
Figure 4 : Représentation schématique des différentes couches de la paroi cellulaire.....	6
Figure 5: Représentation schématique des constituants chimiques du bois.....	7
Figure 6: Structure moléculaire de la cellulose	8
Figure 07 : Structure des chaînes polymères de cellulose	8
Figure 8: Structure d'un type de xyloglucane.....	9
Figure 9: Précurseurs de la biosynthèse de la lignine.....	10
Figure 10: Représentation schématique d'une fibre de bois.....	11
Figure 11: Schéma de fabrication du composant de base : la résine PVC ou compound.12	
Figure 12: Schéma. Modèle d'adhésion inter-fibres dans le cas des liaisons hydrogène en phase humide et sèche.....	16
Figure 13 : Mélangeur de marque Le GUNTER PEPMEILIER de typeTG6HK8.....	20
Figure 14 : Mélangeur à cylindres de SCUYER de type A 80.....	21
Figure 15 : presse de marque FONTJINE de model TP400.....	22
Figure 16 : Model de plaques obtenues.....	22
Figure 17 : Appareil mécanique des éprouvettes de type	23
Figure 18 : Appareil SHIMATZU FTIR 8400S	24
Figure 19: Echantillon Immergé dans l'eau.....	26
Figure 20: Balance analytique.....	26
Figure 21: Machine d'essai de traction de marque ZWICK de type BTC-FR 2.5TN.D09.....	27
Figure 22: Eprouvettes avant et après le test de traction.....	27
Figure 23 : Spectre IR de la fibre vierge de chêne zéen.....	29
Figure 24: Micrographies du faciès des éléments vierges.....	30
Figure26 : Spectre IR de la fibre modifiée de chêne zéen	31
Figure 25: Micrographies du faciès des fibres modifiées.....	32
Figure 27: Taux d'absorption des différents composites Pvc/ Chêne zeen.....	34
Figure 28: Micrographies du faciès des différents composites Pvc/ Chêne zeen.....	36
Figure 29: Module de Young des différents composites Pvc/ Chêne zeen.....	37
Figure 30: Contrainte à la rupture des différents composites Pvc/ Chêne zeen.....	38
Figure 31: Allongement à la rupture des différents composites Pvc/ Chêne zeen.....	39

Liste des tableaux

Tableau 01 : Propriétés du PVC	13
Tableau 02: Avantages et inconvénients des composites.....	14
Tableau 03: Stabilisants thermiques et lubrifiants	19
Tableau 04 : Résultats d'absorption des différentes plaques.....	33

Liste des abréviations

MEB : Microscopie Electronique à Balayage

Na: Sodium

PVC : Poly (Chlorure de Vinyle)

MPa : Méga pascal

GPa : Giga pascal

Kg /m³ : Kilogramme par mètre cube

J/m : Joule par mètre

Tf : Température de fusion

Tg : Température de transition vitreuse

DOP: Dioctyle Phtalate

ATG : Analyse Thermogravimétrique

IRTF: Infra rouge à Transformer de Fourier

°C : Degrée Celsius

Uv : Ultraviolet

DP : Degré de polymérisation

C : Carbone

S : Sous couche

CZ : Chêne zeen

Sommaire

Introduction générale	1
Chapitre I	
Partie I : Présentation du bois	
I. Aperçu sur le chêne zeen	3
II. Structure du bois.....	3
II.1 Structure macroscopique du bois.....	3
II.2 Microstructure du bois.	4
II.3 Ultrastructure du bois.....	5
II.3.1 Présentation de la fibre végétale.....	5
II. 3.2. Structure de la fibre végétale.....	6
III-Composition chimique du bois	7
III.1-La Cellulose	7
III.2.Hémicelluloses	9
III.3. La Lignine.....	9
III.4. Extractibles.....	10
III.5. Les cendres.....	10
Deuxième Partie : présentation du Pvc	
I. Généralités sur le pvc.....	12
II.1 Définition.....	12
I.2 Historique.....	12
I.3 les propriétés du PVC.....	13
Chapitre II: Les composites à fibres végétales	
1. Définition d'un matériau composite	14
2. Application des composites à base des fibres végétales	14
3. Principaux avantages et inconvénients	14
4. Facteurs influant sur les propriétés des matériaux composites	15
a. La dispersion de la fibre	15
b. L'orientation de la fibre	15
c. Influence de la nature et la quantité des constituants	15
d. L'effet de l'humidité	15
e. Adhésion fibre-matrice	16
5. Amélioration de la compatibilité charge-matrice	16

5.1. Le rôle de prétraitements chimiques	16
5.2. Méthodes de modification	16
5.2. 1 Les méthodes physiques	16
5.2.2 Les méthodes chimiques.....	16
Chapitre III	
Matériaux utilisés et techniques expérimentales	
I. L'objectif.....	18
II. Matériaux utilisés.....	18
II. 1 la résine de PVC.....	18
II. 2 Le plastifiant.....	18
II.3 Les stabilisants thermiques.....	18
II.4. Farine de chêne zeen	19
II.5. L'hydroxyde de sodium	19
III. La mise en œuvre des matériaux.....	19
III.1. Préparation de la farine de chêne zeen.....	19
III.1.1.La récolte de bois de chêne zeen.....	19
III.1.2. Broyage.....	20
III.1.3. Tamisage	20
III.2. Traitement de la farine par NaOH.....	20
III.3 Elaboration des composites PVC/fibre chene zeen.....	20
IV. La caractérisation	24
IV.1. La fibre.....	24
IV.1.1. L'essai spectrométrique (Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier).24	
IV.1.2 Analyse morphologique par MEB.....	25
IV.2. Les composites PVC/chêne zéen	25
IV.2.1. Détermination du taux d'absorption.....	25
IV.2.3. Essais mécaniques.....	26
IV.2.2.1Analyse morphologique par MEB.....	26
IV.2 .2.Caractérisation structurale.....	26
Chapitre IV	
Résultats et discussions	
I. Eléments vierges.....	29
I.1 Analyse par IRTF	29

I.2 Analyse morphologique par MEB.....	30
II. Eléments modifiés.....	31
II.1 Analyse par IRTF.....	31
II.2. Analyse morphologique par MEB.....	32
III. les composites Pvc / fibre du bois modifiée.....	33
III.1 Détermination du taux d'absorption.....	33
III.2 MEB des composites Pvc/Chêne zeen.....	35
III.3. Propriété de traction.....	37
Conclusion.....	40
Références bibliographiques	
Annexe	

INTRODUCTION

GENERALE

De nos jours, l'utilisation des ressources naturelles dans les matériaux composites devient de plus en plus fréquente, et ce, du fait que ces ressources sont moins coûteuses et disponibles. De plus, les tendances industrielles se penchent vers des produits propres et écologiques, d'où l'intérêt d'intégrer des produits naturels facilement recyclables et biodégradables. Il est donc important de faire le point sur les différentes catégories de matériaux issus de ressources renouvelables et biodégradables. Certains secteurs industriels, comme l'emballage et le transport, s'intéressent à l'utilisation de fibres cellulosiques qui conduisent à des produits de bonnes performances ayant une bonne aptitude à la mise en forme [1]. En Europe, les constructeurs automobiles utilisent des tapis fabriqués à base d'abaca. Notamment, le lin et le chanvre sont utilisés dans la fabrication des portes à panneaux pressés, tablettes arrière, dossiers de siège, boucliers moteur et appuie-tête. Pour les consommateurs, les composites à base des fibres végétales dans les voitures fournissent une meilleure isolation thermique et acoustique, par rapport aux fibres synthétiques [2].

Cependant, le manque d'adhésion avec les matrices polymères est une difficulté qui peut empêcher un large usage des fibres végétales dans les composites. Le caractère hydrophobe de la majorité des polymères et le caractère hydrophile des fibres végétales affectent négativement l'adhésion. Pour minimiser ces problèmes, la modification de la surface des fibres est généralement nécessaire afin d'améliorer leur adhésion avec la matrice polymérique et réduire l'absorption d'humidité. Il a été démontré qu'un traitement approprié appliqué sur les fibres peut entraîner une compatibilité avec la matrice polymère, ce qui améliore la qualité des composites. Des méthodes variées comme le traitement alcalin, le traitement avec des silanes ou encore avec d'autres produits chimiques ont permis d'améliorer la compatibilité des fibres avec la matrice polymérique [3].

En Algérie l'alfa, le diss, le crin végétal, sisal et le chêne se trouvent abondants. Leurs récoltes et leurs industrialisations sont une source de revenus considérable pour des populations entières. L'une des fibres végétales locales de la région de Kabylie est la fibre de bois de chêne zeen. Cette espee est intéressante du point de vue économique, car son abondance permet d'envisager sa possible utilisation pour la production de matériaux composites à base de matrice polymérique.

L'objectif de ce mémoire est l'élaboration et la caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de PVC comme matrice polymérique renforcé par la farine de chene zeen.

Cette dernière a été traitée en utilisant un traitement alcalin à différentes concentrations (5, 10 et 15 % de NaOH).

Notre mémoire se divise en quatre chapitres : une synthèse bibliographiques, matériels et méthodes suivies de résultats et discussions, enfin on termine par une conclusion.

CHAPITRE I
PRESENTATION DU BOIS

I. Aperçu sur le chêne zeen

Le chêne zeen ou chêne des canaries, *Quercus canariensis* est un chêne originaire du Sud de Portugal, de l'Espagne, de la Tunisie, de l'Algérie et du Maroc, il n'est pas actuellement présent dans les îles canaries. Bien plus répandu en Afrique du Nord, où il constitue la majeure partie des forêts semi caducifoliées en situation littorale dont fait partie la Kabylie [4].



Figure1 : Arbre de chêne zeen

II. Structure du bois

Le bois de chêne zéen est une fibre hygroscopique, anisotrope et hétérogène [5] nommée «matériau composite », tant en terme structural qu'au niveau de sa composition chimique.il constituent la matière première renouvelable la plus importante en quantité. Sa recyclabilité et sa biodégradabilité font de lui un éco-matériaux d'intérêt [6].

II.1 Structure macroscopique du bois

Lorsque l'on regarde la section transversale d'un tronc d'arbre, plusieurs éléments caractéristiques sont visibles à l'œil nu. De la moelle vers l'extérieur, nous pouvons distinguer une première zone centrale appelée duramen (bois mort), une zone plus claire appelée aubier (bois fonctionnel), le cambium et enfin l'écorce (figure02).

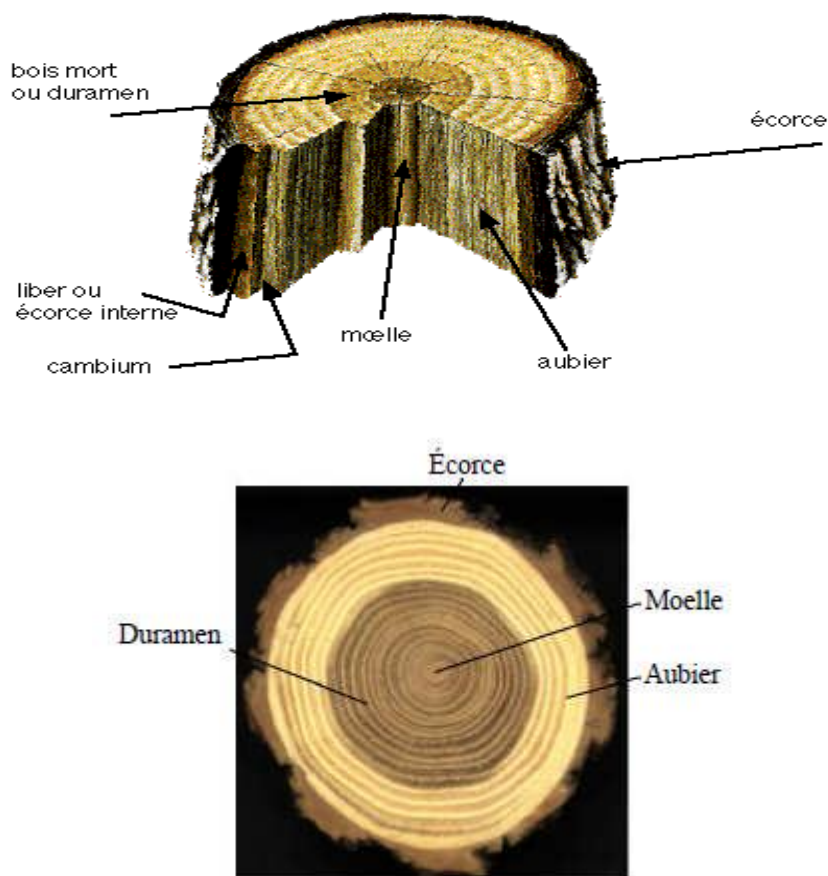


Figure 2 : Coupe transversale d'un tronc d'arbre. [7]

Les régions fonctionnelles et actives du bois ne sont en réalité localisées que dans l'aubier. Au fur à mesure que l'on s'éloigne de l'aubier, le bois fonctionnel se transforme en bois non fonctionnel, souvent appelé « bois de cœur » ou « bois parfait ». Ce bois n'assure plus le rôle de conduction mais seulement un rôle mécanique structural. [5]

II.2 Microstructure du bois.

- **Plans de référence du bois**

Pour connaître la structure d'un bois, il est nécessaire de le caractériser à l'aide de trois coupes réalisées dans trois sections perpendiculaires liées à une géométrie cylindrique : section transversale (Tr), radiale (Ra) et tangentielle (Tg) (Figure 3). La coupe transversale est perpendiculaire à l'axe de la tige, la radiale se fait dans un plan passant par la moelle et la tangentielle, dans un plan excentré et parallèle à l'axe de la tige.

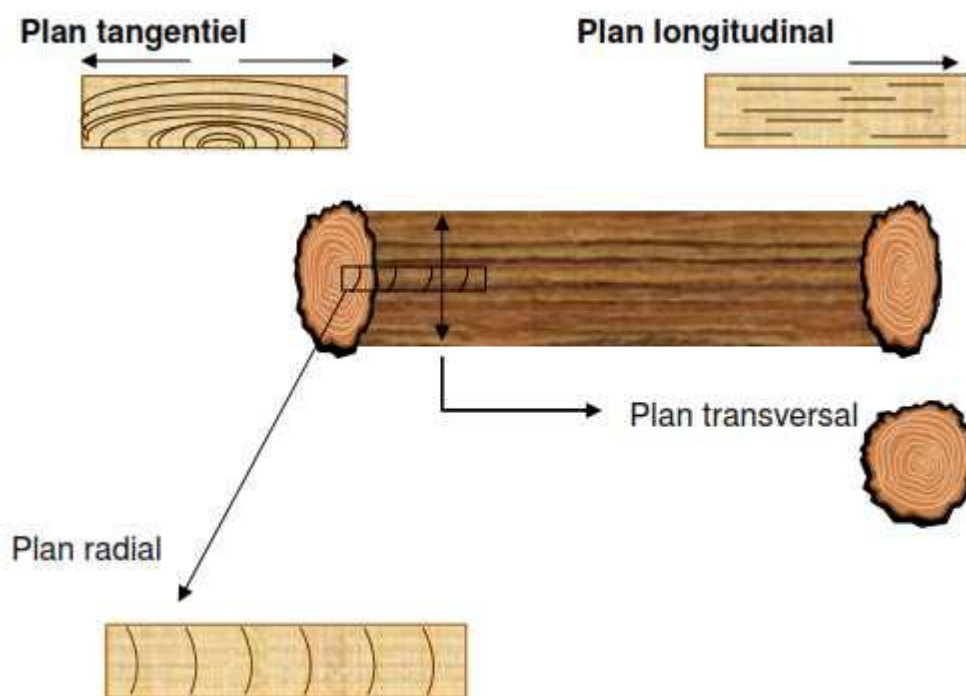


Figure 3 : Plans de référence du bois.

II.3 Ultrastructure du bois

II.3.1 Présentation de la fibre végétale

Les fibres naturelles sont utilisées depuis 3000 ans dans les composites, par exemple dans l'ancienne Égypte, où la paille et d'argile étaient mélangés pour construire des murs. Au cours de la dernière décennie, les composites renforcés de fibres naturelles ont reçu une attention croissante, tant auprès du monde universitaire que de diverses industries. Il existe une grande variété de fibres naturelles qui peuvent être utilisées pour le renforcement ou comme charges [8].

Les fibres sont très nombreuses dans le bois final, irrégulièrement réparties, à trajet rectilignes obliques. Chez le chêne zéen, le lumen est assez réduit à paroi très épaisse, confère à cette essence une densité très élevée, elles sont dotées de ponctuations simples [9].

II. 3.2. Structure de la fibre végétale

La fibre végétale est composée de plusieurs parois parallèles à l'axe de la fibre et disposée en couche superposée dans le sens radiale. Ces différentes couches qui forment la lamelle mitoyenne, la paroi primaire et la paroi secondaire. Ces dernières bordent un lumen de diamètre variable suivant l'espèce. La paroi secondaire est composée de trois couches de microfibrilles (S1, S2, S3).figure 4.

Chaque fibre se présente sous la forme d'un composite multicouches dans lequel la lignine joue le rôle d'une matrice enrobant l'élément structurant très rigide qu'est la cellulose.

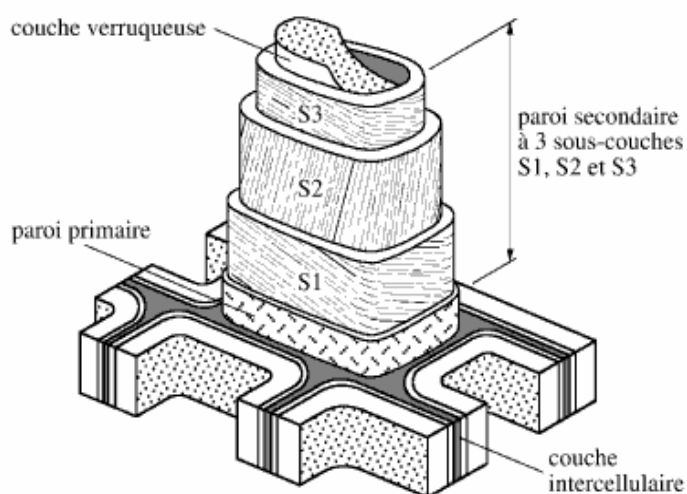


Figure 4 : Représentation schématique des différentes couches de la paroi cellulaire. [10]

III-Composition chimique du bois

Le bois est majoritairement constitué de substances macromoléculaires (cellulose, hémicellulose et lignine), mais contient également des composés de plus faible poids moléculaire (extractibles, sels minéraux) (figure 5).

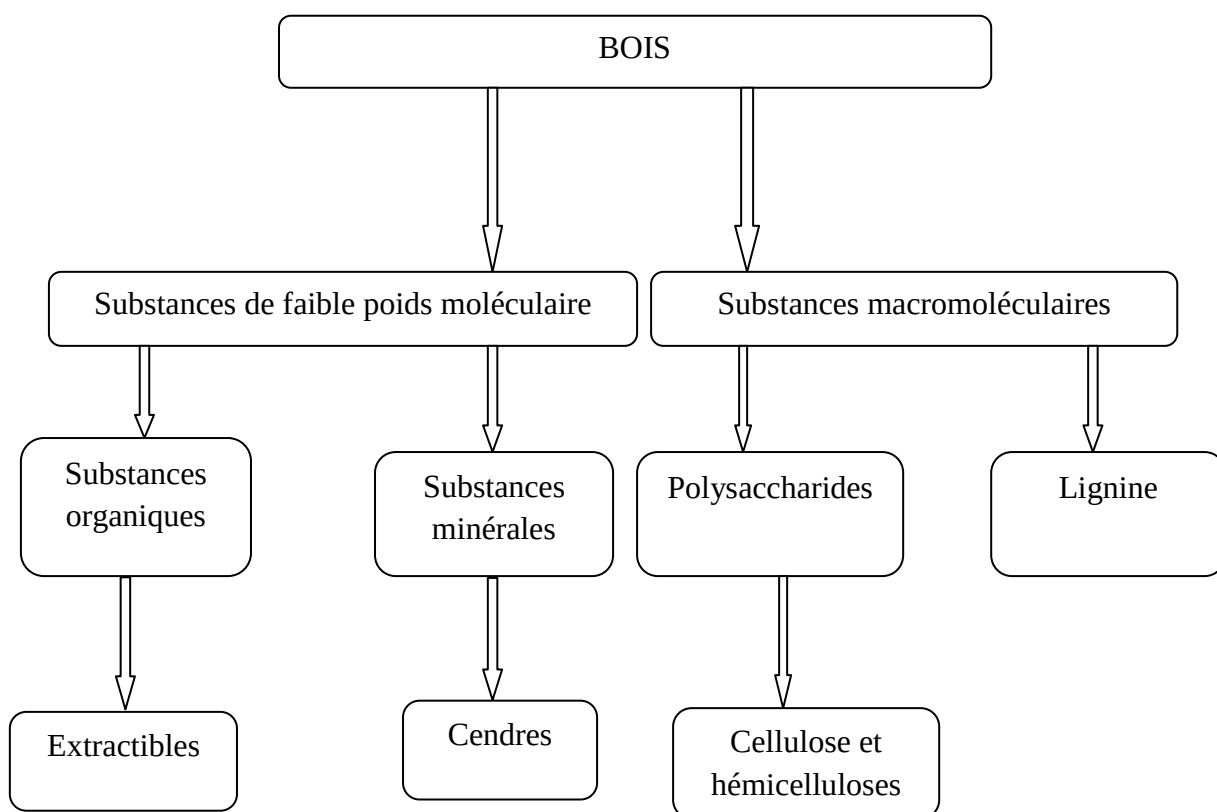


Figure 5 : Représentation schématique des constituants chimiques du bois. [5]

III.1-La Cellulose

Découverte en 1838 par Anselme Payen la cellulose est le composé majeur du bois, elle est un polymère naturel dont les molécules, formées de longues chaînes, sont constituées de D-glucopyranoses liés par des liaisons β -(1,4)-glycosidiques en position C₁ et C₄ (Figure 6). Le degré de polymérisation (DP) est d'environ 10 000, il varie selon l'espèce végétale. Chaque unité de répétition comporte trois groupes hydroxyles. Ces groupes hydroxyles et leur capacité à réaliser des liaisons hydrogène jouent un rôle majeur pour la cristallinité. **[11-13]**

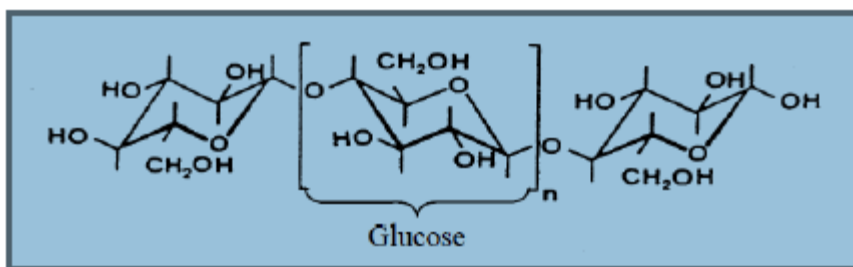


Figure 6: Structure moléculaire de la cellulose

Dans le bois, les longues chaînes de cellulose ont tendance à développer des liaisons hydrogènes intra- et intermoléculaires formant ainsi des microfibrilles dans lesquelles des régions cristallines (70% de la cellulose) alternent avec des zones moins organisées appelées zones amorphes.

Les propriétés de la cellulose sont étroitement corrélées à la forte densité de liaisons hydrogènes qui se développent entre les chaînes. Malgré la présence de groupements fonctionnels hautement réactifs qui sont les hydroxyles, la cellulose réagit difficilement.

Les interactions moléculaires inter- et intrachâînes sont fortes et assurent l'essentiel de la cohésion tout en empêchant la pénétration des réactifs car la rupture des interactions est le préalable à toute réaction. La cellulose n'est pas hydrosoluble mais est fortement hydrophile, propriété qui est à l'origine, pour les fibres exploitées, de leur grand confort en tant que fibres textiles.

La cellulose est résistante aux alcalins forts, mais est facilement hydrolysée par les acides [14].

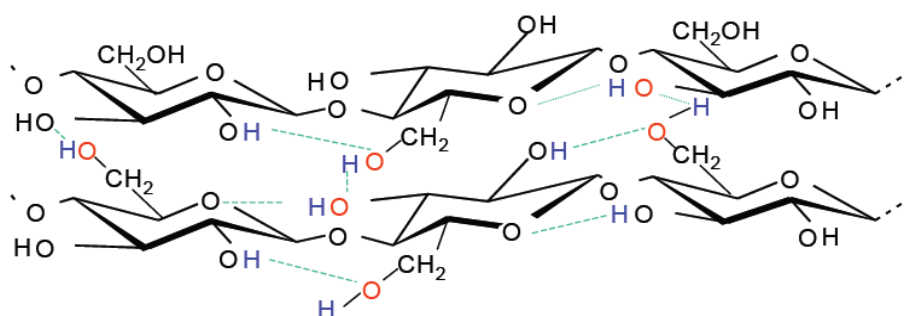


Figure 07: Structure des chaînes polymères de cellulose [15].

III.2. Hémicelluloses

L'hémicellulose comprend un groupe de polysaccharides composés d'une combinaison de cycles à 5 et 6 carbone (Fig.8). Elle forme la matrice de support des microfibrilles de cellulose [16].

Elle possède une structure chimique très différente selon l'origine végétale, le type cellulaire, la localisation dans la paroi ou bien encore l'âge des tissus. Parmi les hémicelluloses les plus fréquentes, de la paroi des cellules du bois, se trouvent; les familles des xylanes, des mannanes et des galactanes. La classe la mieux étudiée correspond aux xyloglucanes. Ils sont constitués d'une chaîne de glucose et de courtes chaînes latérales de xylose, galactose et fructose [17].

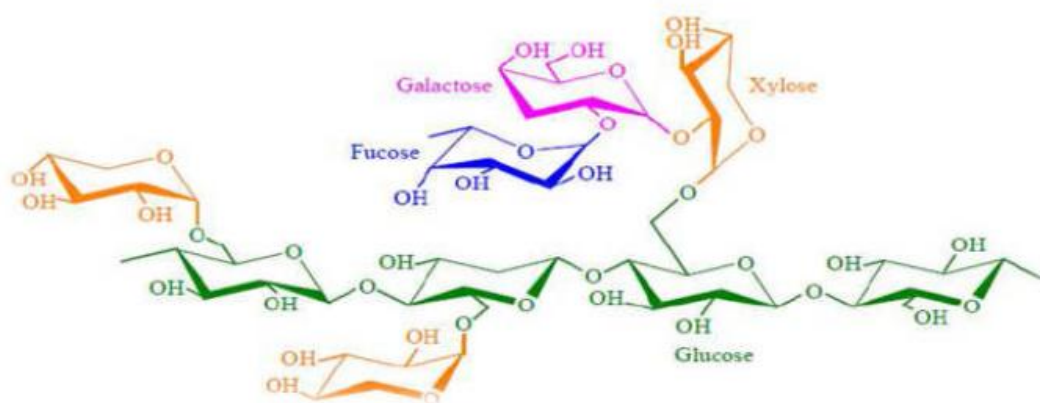


Figure 8: Structure d'un type de xyloglucane [18].

III.3. La Lignine

La lignine est après la cellulose, la matière organique renouvelable et la plus abondante à la surface terrestre. La lignine originelle ou "protolignine" constitue la plus importante fraction non saccharique des fibres végétales. C'est la matière "incrystalline" de la cellulose. La lignine est constituée de polymères phénoliques tridimensionnels, amorphes possédant trois unités différentes de type pénylopropane : les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique [19].

Parce qu'il est impossible d'isoler la lignine native du bois sans la dégrader, sa masse moléculaire reste encore inconnue. Nous pouvons trouver des masses moléculaires approximatives dont les valeurs moyennes sont de 5000 à 10000 g/mol pour les bois durs (des

feuillus), et de 20000 g/mol pour les bois tendres (des résineux). La figure 9 présente les motifs élémentaires de la lignine [19].

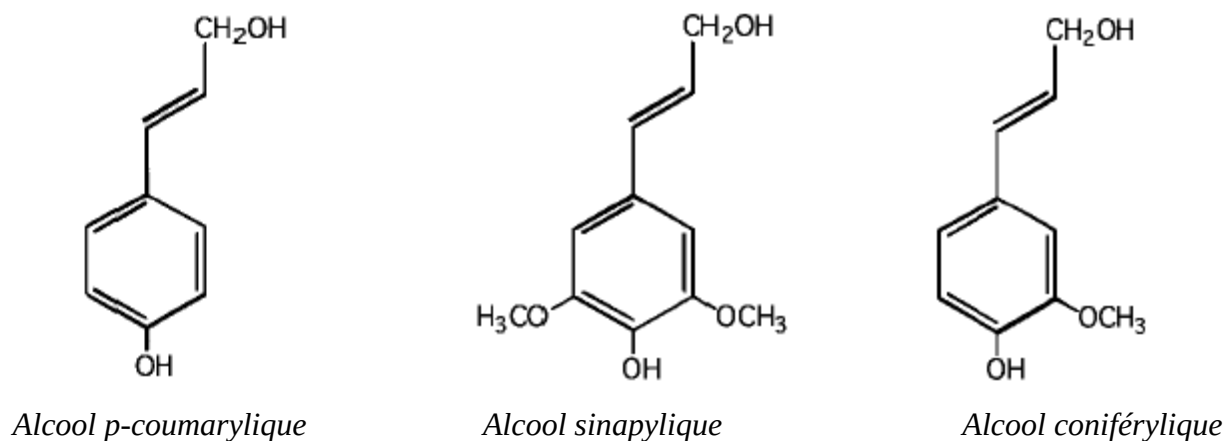


Figure 9: Précurseurs de la biosynthèse de la lignine [06].

La lignine est totalement amorphe et hydrophobe. Elle n'est pas hydrolysée par les acides, mais soluble à chaud dans la soude, facilement oxydée et facilement condensable avec du phénol.

III.4. Extractibles

Ce sont des molécules de faible masse molaire qui remplissent la lumière des cellules. Ils représentent 2 à 5 % de la masse sèche. La plupart de ces extractibles sont solubles dans l'eau ou des solvants organiques, d'où leur dénomination. La composition en extractibles varie en fonction de l'essence considérée et influe sur la couleur et l'odeur [20].

III.5. Les cendres

Ce sont les résidus minéraux obtenus après combustion du bois à haute température. Ce sont des constituants inorganiques qui représentent moins de 1 % de la masse du bois, mais ils sont plus grands pour la biomasse herbacée [20].

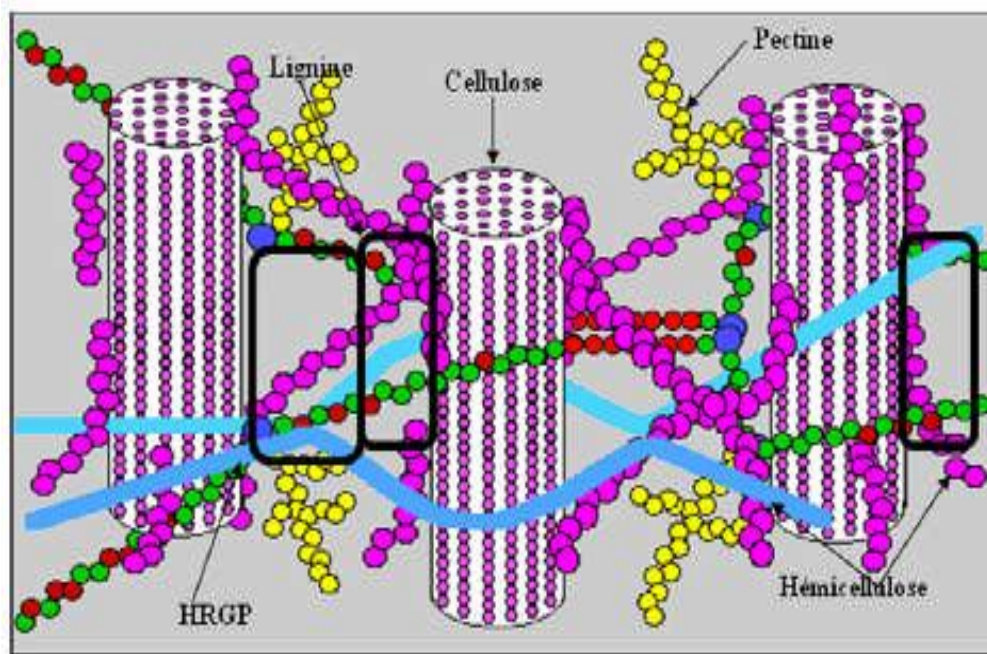


Figure 10: Représentation schématique d'une fibre de bois [18].

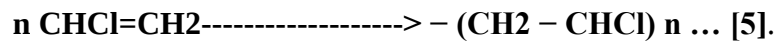
CHAPITRE I
PRESENTATION DU PVC

I. Généralités sur le PVC

II.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 $-(CH_2 - CHCl)_n$.



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... [1].

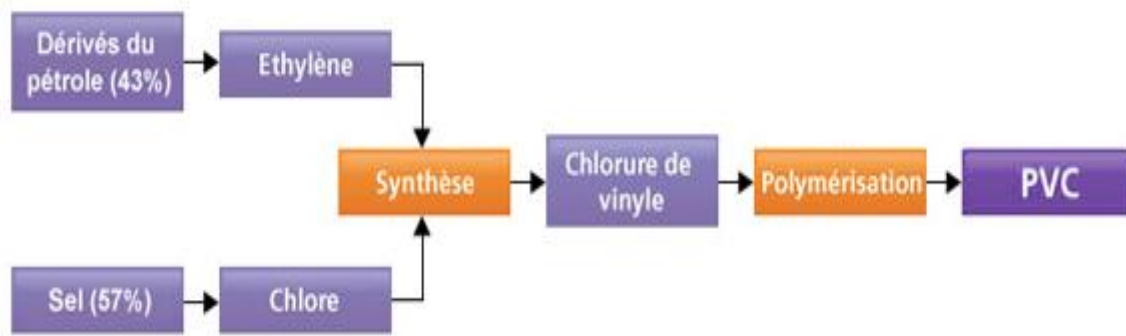


Figure 11 : Schéma de fabrication du composant de base : la résine PVC ou "compound"

I.2 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.

I.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). 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 1: Propriétés du PVC [21].

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

CHAPITRE II
LES COMPOSITES A
FIBRES VEGETALES

1. Définition d'un matériau composite

Un matériau composite est un assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles avec une forte capacité d'adhésion. Le nouveau matériau ainsi élaboré possède des performances supérieures à celles des éléments pris séparément. A ces deux composants principaux peuvent s'ajouter des additifs qui permettent de modifier l'aspect, ou les caractéristiques du matériau.

2. Application des composites à base des fibres végétales

Les composites bois-polymères sont utilisés dans différents secteurs :

- 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) [22].

3. Principaux avantages et inconvénients des composites

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'inconvénient.

Tableau 2: Avantages et inconvénients des composites.

Avantages	Inconvénients
Faible cout et disponibilité.	Peu d'adhérence fibre-matrice.
Ressources renouvelables avec un caractère écologique.	Absorption d'eau.
Biodégradabilité.	Faible résistance a l'humidité conduit au gonflement.
Propriétés mécaniques élevées.	Mauvaise tenue au vieillissement (blanchiment, odeurs).
Pas d'irritations cutanées lors de la manipulation.	Faible tenue thermique.
Non abrasive pour les outillages.	Nécessité de traitement à certains risques (moisissure par exemple).
Pas de résidus après incinération.	

4. Facteurs influant sur les propriétés des matériaux composites

Le renforcement des matériaux thermoplastiques par des fibres végétales est gouverné par les paramètres suivants: dispersion de la fibre, adhésion fibre/matrice et l'effet de l'humidité.

4.1. La dispersion de la fibre

La dispersion du renfort conduit à un mélange plus ou moins homogène des composants qui influence propriétés physico-mécaniques du matériau composite. En effet, les fibres ont tendance à se regrouper et à s'agglomérer ce qui crée des hétérogénéités. L'orientation des fibres génère une anisotropie, qui détermine des «Axes forts » pour le polymère, selon lesquelles les fibres seront sollicitées longitudinalement (direction la plus résistante de la fibre) [23].

4.2. L'orientation de la fibre

L'orientation des fibres est un autre facteur important qui influe sur le comportement des composites. Car les fibres sont rarement orientées dans les matériaux composites en une seule direction, laquelle est nécessaire pour que les fibres donnent un effet de renforcement maximal. Le degré de renforcement dans les composites à base des fibres, dépend beaucoup de l'orientation individuelle de chaque fibre par rapport à l'axe d'étirement.

Li et ses collaborateurs [24] ont permis d'établir expérimentalement que la force nécessaire pour arracher une fibre orientée d'un angle θ quelconque est supérieure à celle qui est suffisante pour arracher une fibre orientée perpendiculairement au plan de référence ($\theta=0$).

4.3. Influence de la nature et la quantité des constituants

L'augmentation du pourcentage de renforts améliore quasi systématiquement la rigidité d'un composite. Cependant, une trop grande quantité de renforts implique une adhésion plus difficile qui conduit à une baisse de performances dans certains cas. D'après la littérature, il est assez peu fréquent de trouver des composites fabriqués qui contiennent un pourcentage de fibres supérieur à 50-60%, sans rencontrer de nombreuses difficultés lors du moulage. Plusieurs études ont montrés qu'à partir d'un taux de 50% en fibres, le matériau devient rugueux et la surface présente des ruptures. L'augmentation de la proportion de fibres lignocellulosiques a aussi pour conséquence directe, la multiplication des problèmes liés à l'usage d'un matériau biologique hygroscopique et putrescible [25].

4.4. L'effet de l'humidité

Les propriétés mécaniques des composites renforcés par des fibres naturelles peuvent être réduites en grande partie dans des conditions humides. C'est une préoccupation profonde

car il y a des potentiels d'applications extérieures, où l'absorption d'humidité peut avoir une influence significative sur ces matériaux. Les liaisons entre les fibres naturelles (qui contiennent l'hydroxyle et d'autres groupes polaires) et les matrices relativement hydrophobes de polymère seraient affaiblies avec la prise d'eau élevée. L'interface affaiblie va causer la réduction des propriétés mécaniques des composites. Par conséquent, l'effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques est essentiel pour les applications des composites renforcés par des fibres naturelles. À cet égard, la résistance à l'eau de ces matériaux a pu être améliorée par la modification des fibres [26].

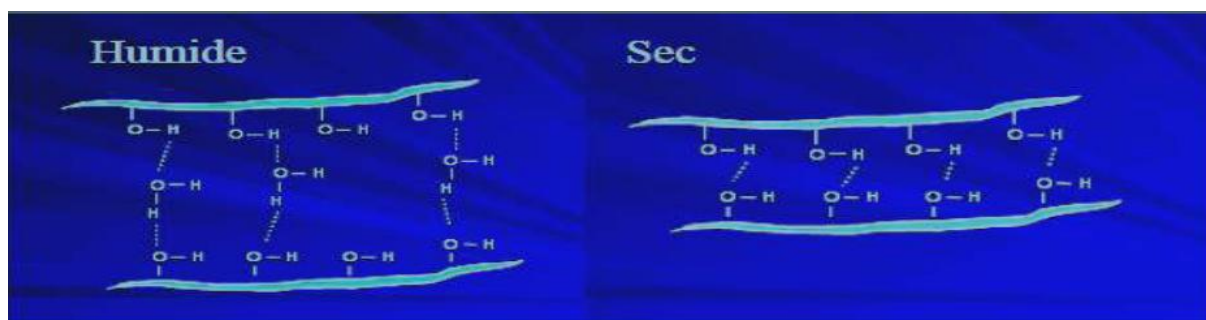


Figure12 : Schéma. Modèle d'adhésion inter-fibres dans le cas des liaisons hydrogène en phase humide et sèche [27].

Bisanda et ses collaborateurs [28] ont étudié l'effet du traitement chimique de la surface des fibres de sisal par le silane, sur l'évolution des propriétés mécaniques et physiques des composites époxyde/fibres de sisal. Les résultats ont montré que les deux traitements montrent une amélioration de la résistance à l'absorption d'eau des composites.

4.5. Adhésion fibre-matrice

Deux matériaux (fibre + pvc) de nature et de propriétés différentes, peuvent conduire à la formation de véritables interphases aux propriétés intrinsèques. Ces interfaces et interphases doivent être en mesure de supporter toutes les contraintes mécaniques, résiduelles ou externes, et de les transmettre de la matrice à la fibre pour que les matériaux composites présentent les propriétés mécaniques à l'usage requises [29].

Freire et ses collaborateurs [30] ont étudié les propriétés mécaniques, morphologiques et l'absorption d'eau des composites polyéthylène basse densité chargé de fibres cellulosiques non modifiées et modifiées. La modification de la surface des fibres améliore l'adhésion interfaciale avec la matrice polymérique, augmente les propriétés mécaniques et diminue le taux d'absorption d'eau.

Liao et ses collaborateurs [31] ont étudié l'influence des fibres de bois modifiées chimiquement sur les propriétés des composites de polyéthylène à basse densité/fibres de bois. Le traitement a montré une amélioration des propriétés mécaniques comparés aux composites à fibres de bois non traitées.

5. Amélioration de la compatibilité charge-matrice

Une des difficultés de la fabrication des composites est de créer une bonne adhésion entre les fibres et la matrice. La nature hydrophile des fibres végétales est à l'origine du manque de compatibilité avec la matrice plus hydrophobe. Très peu de liaisons existent entre la phase renfort et la phase matrice. Cette incompatibilité provoque une mauvaise dispersion des fibres dans la matrice et la formation d'un matériau hétérogène [32].

Plusieurs études ont déjà tenté de modifier les propriétés de surface des fibres de cellulose afin d'améliorer leur adhésion avec une matrice polymérique.

5.1. Le rôle de prétraitements chimiques

La cellulose et l'hémicellulose sont composées de groupements hydroxyles; qui rendent hydrophiles la surface des fibres. Ces dernières se présentent sous forme de faisceaux, associés les uns aux autres par la lignine. Ces modifications ont pour objectif de Créer des liaisons fortes entre la fibre et la matrice d'abaisser le caractère hydrophile des fibres végétales.

5.2. Méthodes de modification

5.2.1 Les méthodes physiques

Les méthodes physiques, telles que l'étirage, le traitement thermique, le laser, les rayons gamma, les UV,... modifient les propriétés structurelles et de surface de la fibre et influencent ainsi les liaisons avec les polymères [33].

5.2.2 Les méthodes chimiques

Les modifications chimiques engendrent des réactions à la surface des fibres comprennent des traitements avec de la soude, du silane, Etc [33].

La méthode la plus fréquemment utilisée dans la littérature est le traitement à la soude, nous utiliserons donc cette méthode pour traiter les fibres de chêne zeen.

CHAPITRE III
MATERIAUX UTILISES ET
TECHNIQUES
EXPERIMENTALES

I. L'objectif

Le but de cette étude est l'élaboration et la caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de PVC renforcé par une charge végétale de bois de chêne zeen à 30 % et avec diamètre de fibre de 0,25mm. Néanmoins, l'inconvénient majeur que l'on rencontre est l'incompatibilité entre la charge de nature polaire hydrophile et le PVC non polaire hydrophobe. Pour pallier cet inconvénient, la surface de la fibre a été modifiée par un traitement alcalin de concentration : 5, 10 et 15 (%). Nous avons étudié l'évolution des propriétés structurales, mécaniques et l'effet d'absorption d'eau des composites en fonction des différentes concentrations de NaOH.

II. Matériaux utilisés

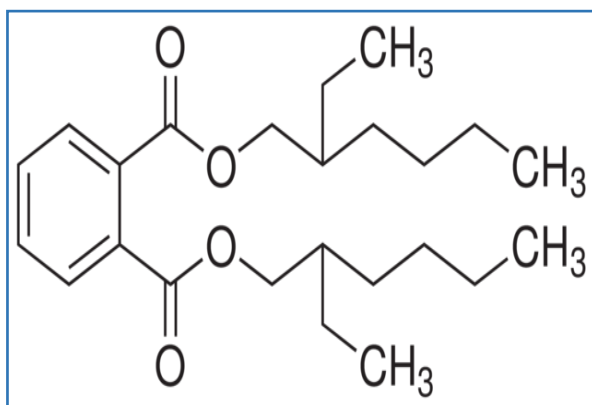
II. 1 la résine de PVC

Une matrice de type SE-1200 produite par la société Américaine polymérisée en suspension, de masse volumique 0,509 -0,520 g/cm³ et de valeur K-wert 71, une densité de 0.481-0.561 g/cm et une viscosité de 0.99-1.030.

II. 2 Le plastifiant

Le plastifiant utilisé dans la préparation des composites est fourni par la société générale des plastifiants (Tunisie). Il s'agit du dioctyle phtalate (DOP) masse molaire 390,6 g/mol.

- La formule chimique du plastifiant utilisé est la suivante :



II.3 Les stabilisants thermiques

Les stabilisants thermiques et le lubrifiant utilisés dans la préparation des différentes formulations sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau 03: stabilisant lubrifiants utilisés dans la préparation des formulations

Produit	Nature	Formule chimique	Nom commercial	Fournisseur	Aspect
Stabilisant thermique	Complexe calciumzinc		Complexe calciumzinc	BETAQUIMICA Espagne	Poudre Blanche
Lubrifiant	Poudre Blanche	CH ₃ -[CH ₂] ₁₆ -COOH	Stéarine JOS	Henkel (Allemagne)	Ecailles Blanches

II.4. Farine de chêne zeen

Le chêne zeen est un arbre de première grandeur, atteignant et même dépassant les trente mètres (30m) de hauteur avec un fût de vingt mètres (20m) et une circonférence de six mètres (6m) et plus, à cime développée, à couvert épais. Il est signalé par divers auteurs, que *Quercus canariensis willd* présente une longévité élevée, dépassant les 200 ans.

II.5. L'hydroxyde de sodium

III. La mise en œuvre des matériaux

III.1. Préparation de la farine de chêne zeen

III.1.1. La récolte de bois de chêne zeen

La fibre utilisée est issue du bois de chêne zeen, récolté dans la forêt d'Akfadou, sur des arbres centenaires en Octobre 2010, sous forme de planches longitudinales.

III.1.2. Broyage

Afin de réduire leur taux d'humidité à 13%, ces planches ont subi un séchage naturel pendant un an. Elles ont été coupées en petits morceaux, et ont subi un broyage en utilisant un rabot de menuiserie.

III.1.3. Tamisage

Les tiges ainsi broyées ont été tamisées dans un tamis de la marque RTSCH afin d'obtenir une farine ayant un diamètre inférieure à $250\mu\text{m}$.

III.2. Traitement de la farine par NaOH

La farine de chêne zeen a été immergée dans une solution de NaOH à différentes concentrations (5%, 10% et 15 %), à la température ambiante avec agitation pendant 45 minutes. Ensuite, la farine a été lavée complètement avec de l'eau pour enlever l'excès du NaOH et amener le PH aux alentours de 7. Puis elle a subi un étuvage à $T = 105^{\circ}\text{C}$ pendant 24h.

III.3 Elaboration des composites PVC/fibre chene zeen

La matrice PVC, le lubrifiant et le stabilisant sont introduits dans la chambre d'un mélangeur de marque GUNTER PEPMEILIER de type TG6HK8. Après un mélangeage de 4 à 5 minutes à une vitesse de 2000 tour /minute, on a ajouté le plastifiant et on a continué à mélanger pendant 7 minutes de telle manière à ne pas dépasser une température de 90°C . Le compound obtenu appelé mélange à sec, est utilisé pour la préparation des différentes formulations. Ces dernières sont le résultat d'un malaxage dans un mélangeur à cylindres de marque Le SCUYER de type A 80.



Figure 13 : Mélangeur de marque Le GUNTER PEPMEILIER de type TG6HK8.

Pour chaque formulation 300 grammes prélevés du mélange à sec sont ramollis à une vitesse de rotation des cylindres de 29 tour/minutes et à une température de 136 °C, après quoi on a introduit la fibre de chêne zéen à la teneur soit 30% massique pour une granulométrie de 0,25mm. Le malaxage est maintenu pendant 5 minutes.



Figure 14 : Mélangeur à cylindres de SCUYER de type A 80.

Chaque formulation est ensuite soumise à un moulage par pressage à chaud sous une pression de 300KN et à une température de 170°C à l'aide d'une presse de marque FONTJINE de model TP400. Les plaques ainsi obtenues avec une épaisseur de 2 mm sont refroidies à température ambiante.



Figure 15: Presse de marque FONTJINE de model TP400



Figure 16: Model de plaques obtenues

Préparation des éprouvettes de types H :

Nous avons découpé les plaques préparées en éprouvettes de type H à l'aide d'un appareil mécanique qui est représenté dans la figure 20, pour chaque échantillon cinq éprouvettes ont été découpées, dont les caractéristiques suivantes :

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



Figure 17: Appareil mécanique des éprouvettes de type H

IV. La caractérisation

IV.1. La fibre

IV.1.1. L'essai spectrométrique (Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier IRTF)

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse physique rapide, simple à mettre en œuvre et ne nécessitant que peu de quantité de matière à analyser. Basée sur les transitions entre les états vibrationnels et rotationnels d'une molécule, elle peut être employée tout aussi facilement sur des échantillons brutes et purifiés. A titre d'exemple, des bandes vers 1510 et 1595 cm^{-1} sont caractéristiques des cycles aromatiques de la lignine.

Le spectre infrarouge présente une première série de bandes communes à de nombreuses structures phénoliques : 3605-3150 (élongation des O-H dans les fonctions alcools et phénols), 3000-2800 cm^{-1} (élongation des C-H aliphatique et aromatique dans les groupements méthyle et méthylène). Puis une deuxième série de bandes caractéristiques des lignines : 1630-1580 (vibration du squelette aromatique et élongation des C=O), 1505-1480 (déformation des C-H dans les groupes -CH_2 et -CH_3). Enfin, une troisième série de bandes : 1328-1320 (élongation des O-H et C-O dans les alcools tertiaires), 1122-1118 (aryl-alkyl éthers), 1045-1038 cm^{-1} (aryl-aryl éthers ; déformation des C-O dans les alcools primaires et déformation des C=O non conjugués).

Pour ce faire, on a utilisé l'analyse infrarouge à transformée de Fourier (IRTF), à l'aide d'un spectrophotomètre IRTF de modèle SHIMATZU FTIR 8400S piloté par ordinateur. Les pastilles des différents échantillons de fibre sont obtenues à l'aide d'un mélange KBr/fibre d'alfa à une concentration de 1.25 % de fibre.

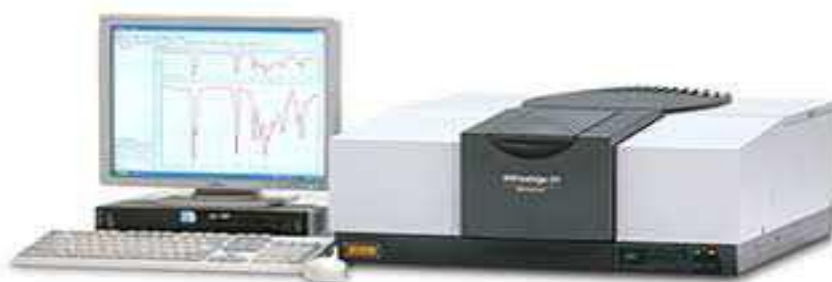


Figure 18: Appareil SHIMATZU FTIR 8400S [21].

IV.1.2 Analyse morphologique par MEB

La microscopie électronique à balayage MEB est une technique de microscopie électronique capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon, elle consiste en un faisceau d'électrons balayant la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet certaines particules. Ces particules sont analysées par différents détecteurs qui permettent de reconstruire une image en trois dimensions de la surface.

Nos photomicrographies ont été obtenues à partir des échantillons de la farine du bois modifiée par le test du MEB au niveau du laboratoire de chimie situé à Hasnaoua.

IV.2. Les composites PVC/chêne zéen :

Les différentes techniques expérimentales utilisées dans ce travail sont:

- L'essai d'environnement: l'absorption d'eau.
- Caractérisation structurale : le MEB.
- Les essais mécaniques: test de traction.

IV.2.1. Détermination du taux d'absorption

C'est la quantité d'eau maximale que peut absorber un échantillon de 08 gramme préalablement étuvé pour qu'il puisse perdre son eau libre, après une immersion complète dans de l'eau distillée.

- Nous avons préparé des échantillons de dimensions 50mm x 50mm x 2mm
- Nous avons pesé chaque échantillon.
- Nous avons immergés chaque plaque totalement dans de l'eau distillée à PH égal à 6, à température ambiante pendant 24h.
- Après les 24h, les échantillons ont été bien essuyés à l'aide du papier absorbant puis repesés pour déterminer enfin leur taux de d'absorption.



Figure 19: Echantillon Immergé dans l'eau.



Figure 20: Balance analytique.

Calcul de taux d'absorption

Pour le calcul de taux d'absorption, on utilise la formule suivante

$$\text{Le taux l'absorption d'eau (\%)} = \frac{M_f - M_0}{M_0} \times 100$$

M_0 : étant la masse de chêne zeen avant immersion.

M_f : masse de chêne zeen après immersion.

IV.2 .2.Caractérisation structurale

IV.2.2.1Analyse morphologique par MEB

Nos photomicrographies ont été obtenues à partir des faciès des éprouvettes par le test du MEB au niveau du laboratoire de chimie situé à Hasnaoua.

IV.2.3. Essais mécaniques

- **Test de Traction**

Les essais de traction ont été effectués avec des éprouvettes obtenues sur une machine de la marque **ZWICK de type BTC-FR 2.5TN.D09**.



Figure 21 : Machine d'essai de traction de marque ZWICK de type BTC-FR 2.5TN.D09.

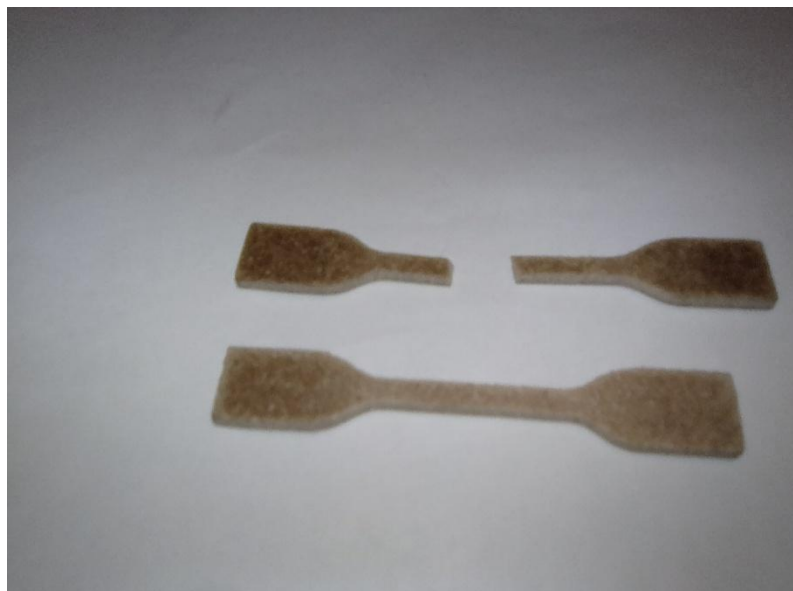


Figure 22: Eprouvettes avant et après le test de traction.

Module d'élasticité: C'est le rapport de la contrainte de traction à la déformation correspondante dans la limite de contrainte maximale qu'une matière peut supporter.

Contrainte à la rupture: C'est la charge de traction supportée par l'éprouvette à l'instant de sa rupture par unité de surface.

Allongement à la rupture: C'est l'augmentation de la distance entre les repères sur la partie calibrée de l'éprouvette produite par une charge de traction au moment de la rupture de l'éprouvette.

CHAPITRE IV
RESULTATS ET
DISCUSSIONS

I. Eléments vierges

I.1 Analyse par IRTF

On observe une large bande à $3422\text{--}3175\text{ cm}^{-1}$, qui est due principalement aux groupements OH caractéristiques des hémicellulose et de la lignine et un pic 2924 cm^{-1} correspond aux polysaccharides. Des groupements carbonyle $\text{C}=\text{O}$ de longueur d'onde de 1737 cm^{-1} traduit l'existence de l'acétyle et acides carboxyliques et/ou des esters des xylanes présents dans les lignines et hémicelluloses. On observe également la présence d'un pic à 1655 cm^{-1} correspond à des cétones conjuguées, la bande $1490\text{--}1426\text{ cm}^{-1}$ est signe de l'existence d'hémicellulose, et la bande $1317\text{--}1267\text{ cm}^{-1}$ est attribuée à la vibration (C-O) des groupements méthoxy de la lignine. Une dernière bande de $1160\text{--}1057\text{ cm}^{-1}$ correspond aux vibrations de valence des liaisons C-O et C-O-C, 806 cm^{-1} est attribuée au groupement C-H de noyau aromatique de la lignine, tandis que le pic de longueur d'onde de 668 cm^{-1} correspond à la cellulose.

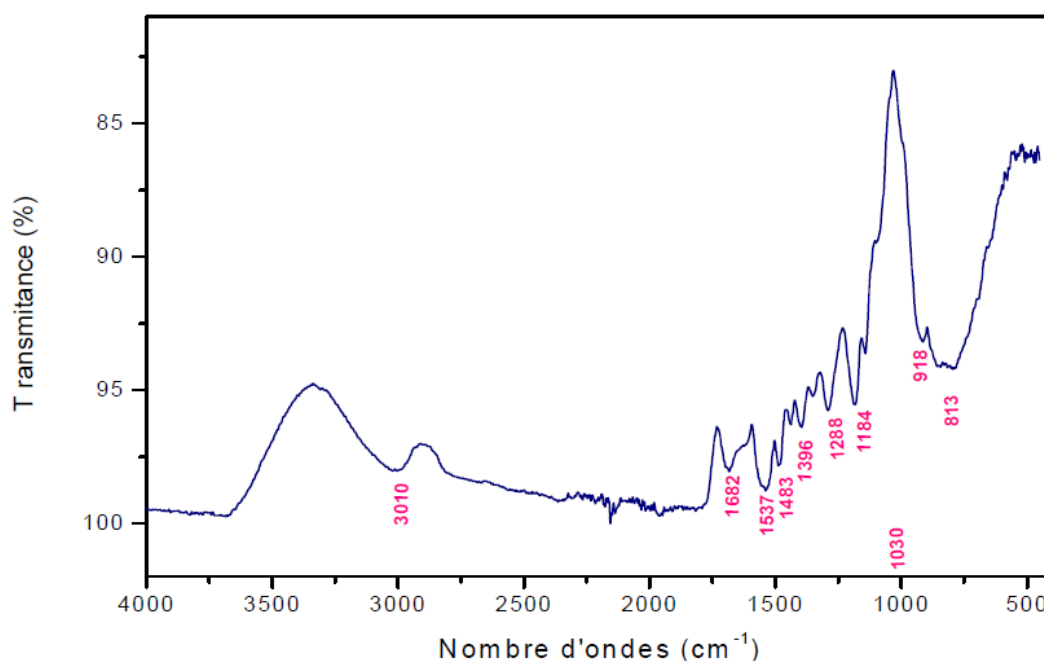


Figure 23: Spectre IR de la fibre vierge de chêne zéen.

I.2 Analyse morphologique par MEB

La figure 24 présente la micrographie de MEB des éléments vierges à différents agrandissements le PVC et la fibre respectivement. On remarque que la surface du PVC est lisse et compacte, sans défauts (vides ou fissures), et on observe la présence dans les fibres vierges de plusieurs pores et trachéides, clairement apparus sur l'image avec un agrandissement de 1000. Cette dernière observation faite est signalée par d'autres auteurs.

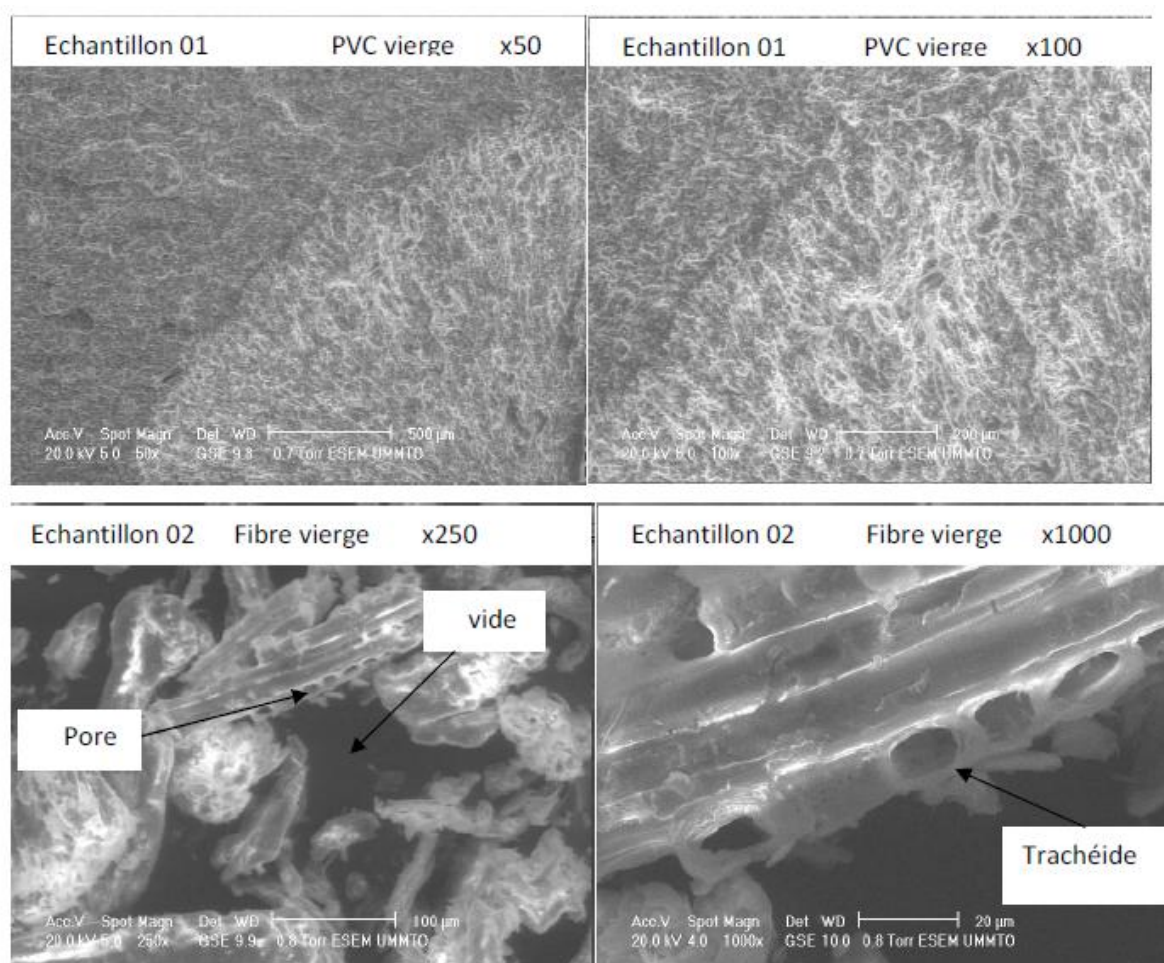


Figure 24: Micrographies du faciès des éléments vierges

II. Eléments modifiés

II.1 Analyse par IRTF

On remarque que les spectres infrarouge des fibres modifiées à 5, 10 et à 15% de NaOH se superposent largement, ce qui nous permis d'interpréter un seul spectre.

On observe que la bande à $3422-3175\text{ cm}^{-1}$ qui correspond aux groupements OH de l'hémicellulose et de la lignine deviens moins large le pic correspondant aux groupements carbonyles C=O (1750 cm^{-1}) n'est plus observé. Une explication est une hydrolyse partielle des hémicelluloses et de la lignine en milieu alcalin. Tandis que le pic de longueur d'onde de 668 cm^{-1} correspondant à la cellulose reste inchangé.

Il est difficile d'affirmer que la lignine et les hémicelluloses ont totalement disparu.

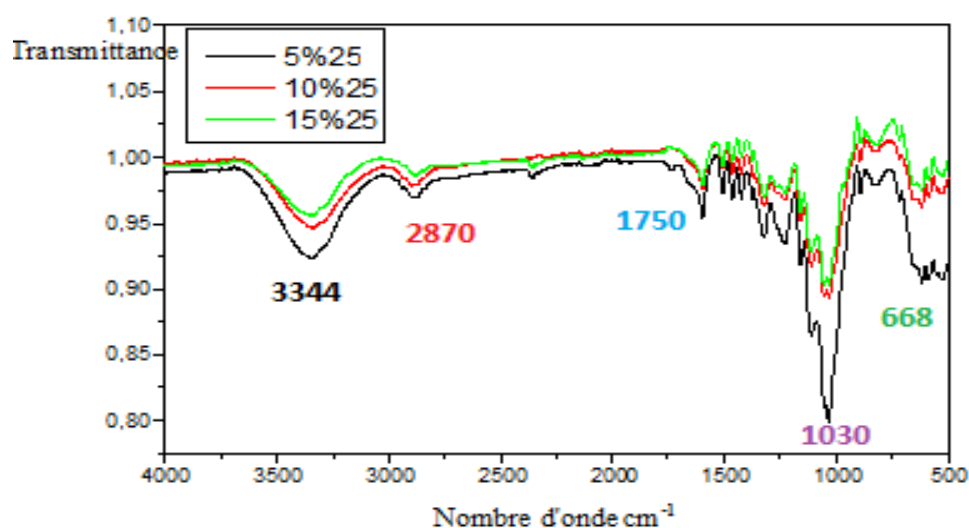


Figure 25 : Spectre IR de la fibre modifiée de chêne zéen.

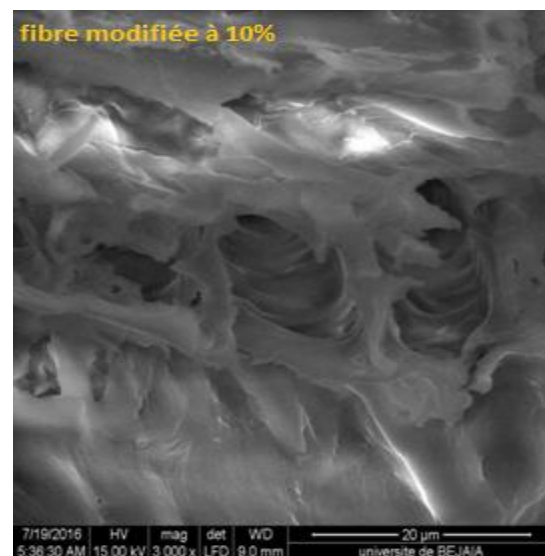
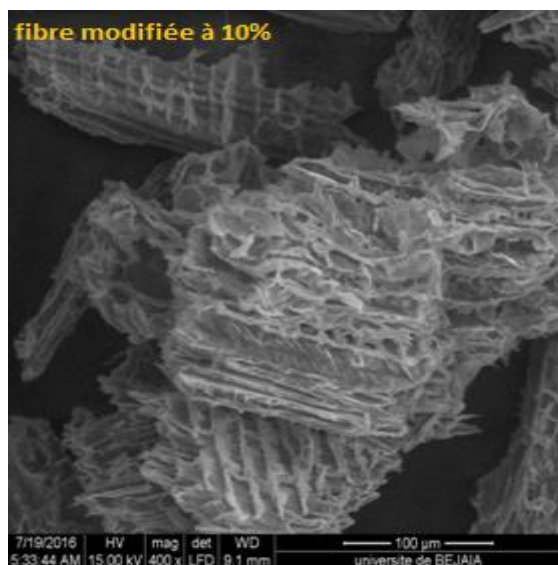
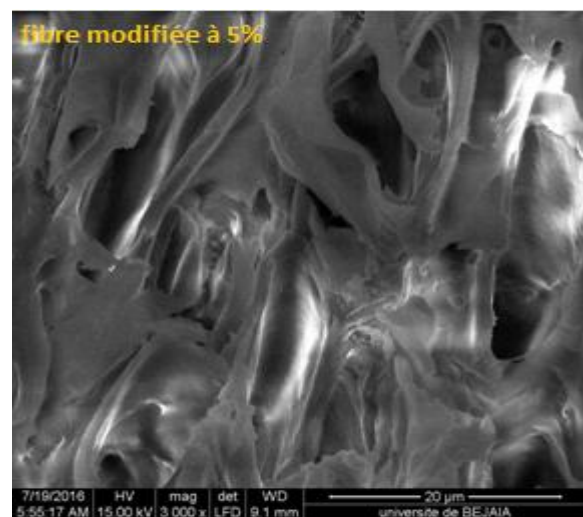
II.2. Analyse morphologique par microscopie électronique à balayage

Les changements morphologiques des fibres peuvent également être observés par microscopie électronique à balayage.

La Figure 26 présente des images obtenues en microscopie électronique à balayage sur des fibres traitées par la solution de la soude à température ambiante. On peut voir que les fibres non traitées présentent beaucoup plus de matières en surface.

La surface des fibres brutes est recouverte par les graisses, les cires ou encore des polysaccharides tels que les lignines, hémicelluloses et donc beaucoup plus rugueuse

Tandis que les fibres traitées présentent des pores plus déformés et leur rugosité de surface est réduite du fait de la dissolution partielle des parties amorphes des fibres.



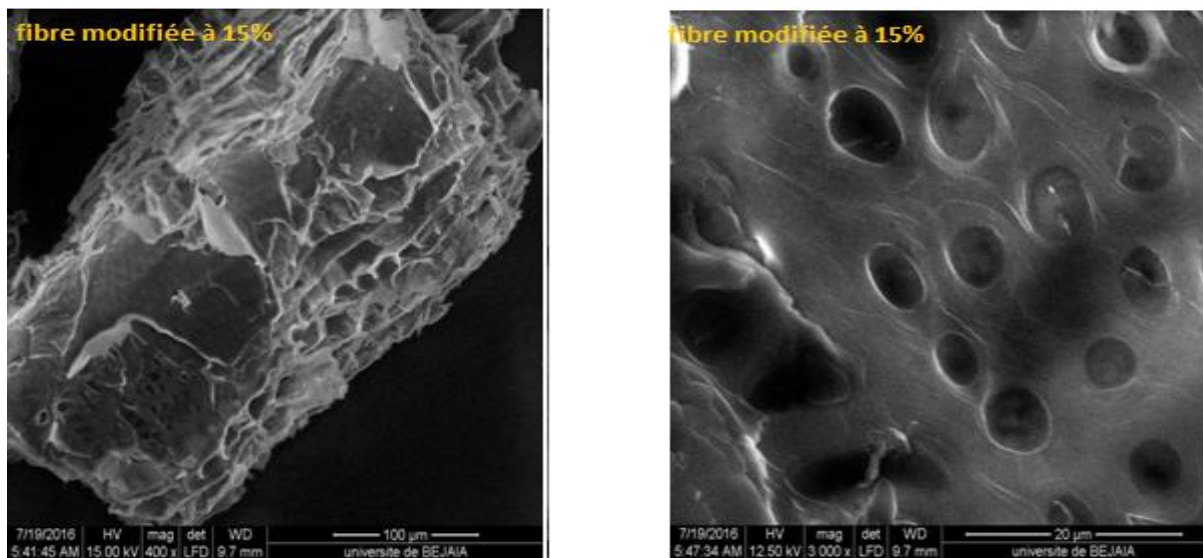


Figure 26: Micrographies du faciès des fibres modifiées

III. les composites PVC / fibre du bois modifiée

III.1 Détermination du taux d'absorption

Les résultats des calculs sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau 04: Les résultats d'absorption des différentes plaques

Taux d'absorption (%)	2.3629	1.825	1.414	1.275
Concentration de NaOH (%)	NON modifiée	5%	10%	15%

La figure 27 illustre les Histogrammes d'évolution du taux d'absorption D'eau en fonction des différentes concentrations de NaOH, des composites PVC/ CZ (70/30) formulés à partir de la farine non traitée et traitée respectivement. Nous remarquons que le traitement contribue à une décroissance du taux d'absorption d'eau des composites. Ce comportement est clairement dû à la diminution des groupements hydroxyles, après le traitement par NaOH. Ce qui provoque une augmentation considérable du caractère hydrophobe de la charge et amélioration de l'interface charge-matrice des composites PVC/CZ. Ainsi, on remarque qu'au fur et à mesure que la concentration du NaOH croît, le taux d'absorption diminue. Nos résultats sont conformes avec ceux trouvés par d'autres auteurs.

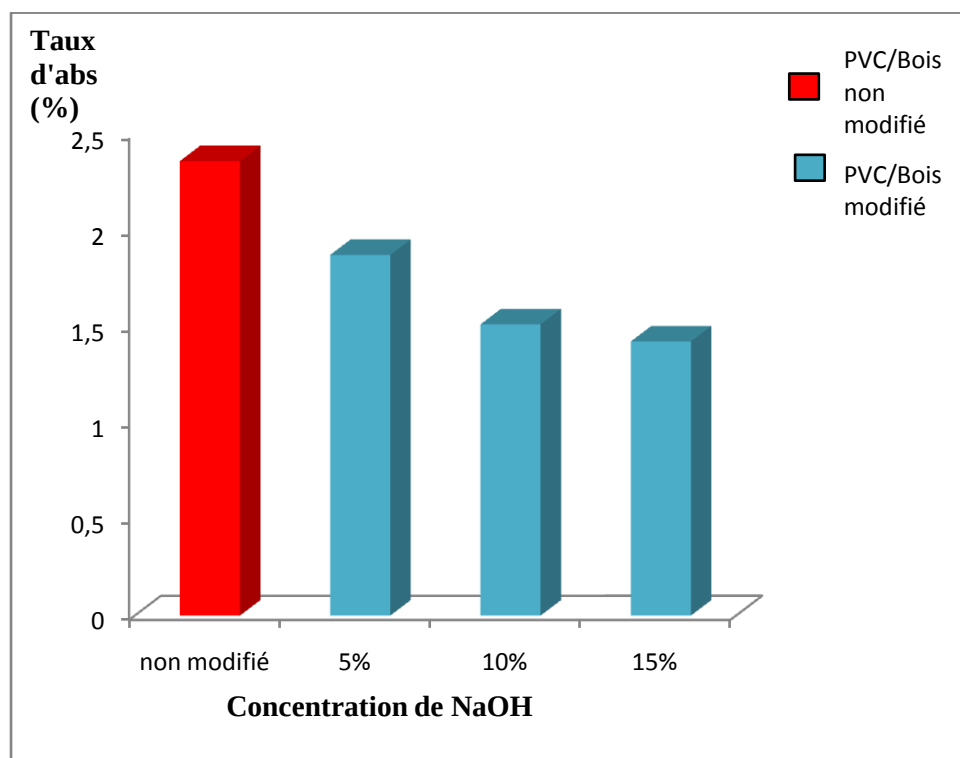
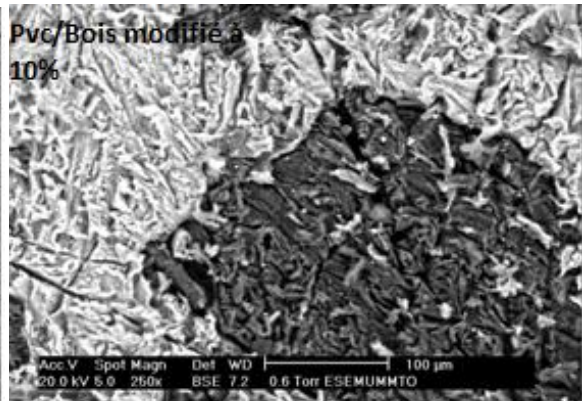
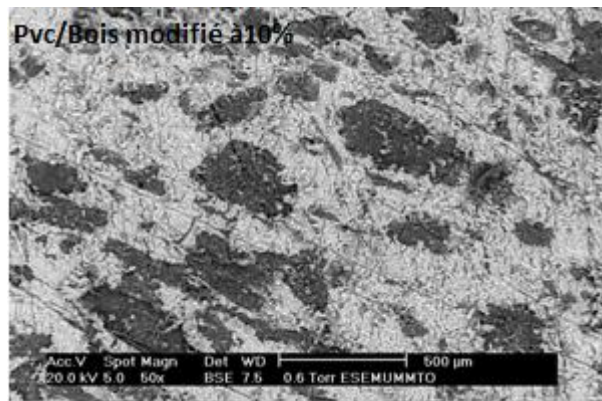
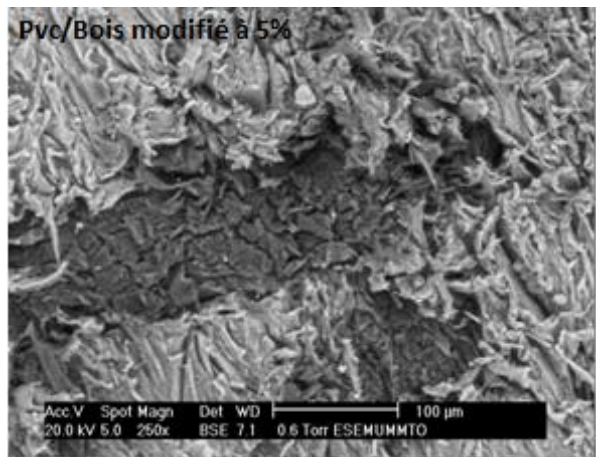
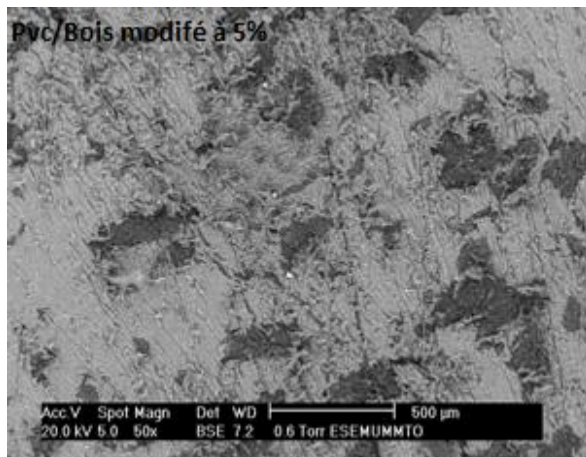


Figure 27: Taux d'absorption des différents composites PVC/ Chene zeen

III.2 MEB des composites PVC/Chêne zeen

De la figure 28, nous remarquons que les fibres du bois sont enchevêtrées et sont intercalées par le PVC et la surface ne présente pas de vides, il s'agit d'une bonne dispersion des fibres traitées dans la matrice.



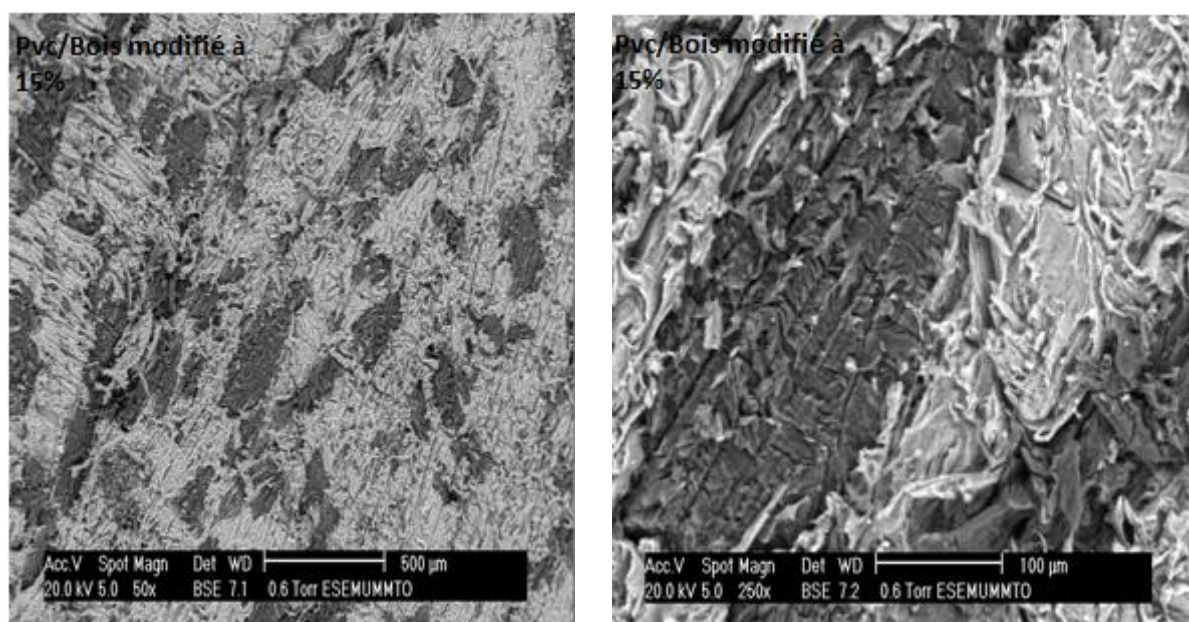


Figure 28: Micrographies du faciès des différents composites Pvc/ Chêne zeen

III.3. Propriété de traction

On remarque de la figure 29 que le module des composites à fibre non traitée est supérieur à ceux contenant la fibre du bois traitée, Pour ce qui est de la fibre non traitée, différents auteurs notent la même observation. Ce fait est attribué probablement à la bonne orientation des fibres du bois, et à la rigidité apportée par les fibres du bois de chêne zeen au PVC, Cependant le traitement alcalin de la fibre a fait diminuer sa rigidité en lui donnant une certaine élasticité, ce qui s'expliquerait par la plastification du matériau après le remplacement d'une partie des interactions inter-chaînes par des liaisons hydrogènes entre la cellulose et l'eau.

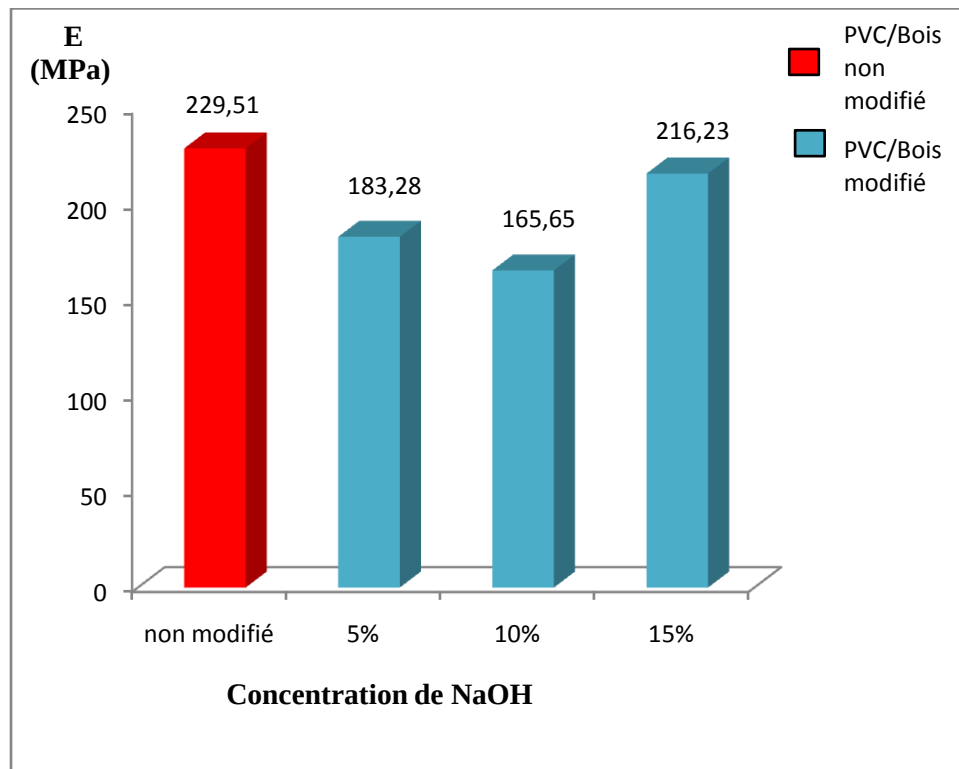


Figure 29: Module de Young des différents composites PVC/ Chêne zeen

La figure 30 illustre l'évolution de la contrainte à la rupture en fonction de la concentration en NaOH, nous remarquons que la contrainte des composites modifiés s'est améliorée après le traitement alcalin et cela proportionnellement à la concentration de la soude.

A cause de l'augmentation probable de la rugosité et porosité, des mécanismes d'imbrications mécaniques et des interactions de type hydrogène entre les groupes polaires de la fibre et le PVC peuvent être l'origine d'une adhésion mécanique, et à la diminution des défauts pouvant être engendré par les constituants des fibres, qui ont été mis en solution lors de la modification chimique [34].

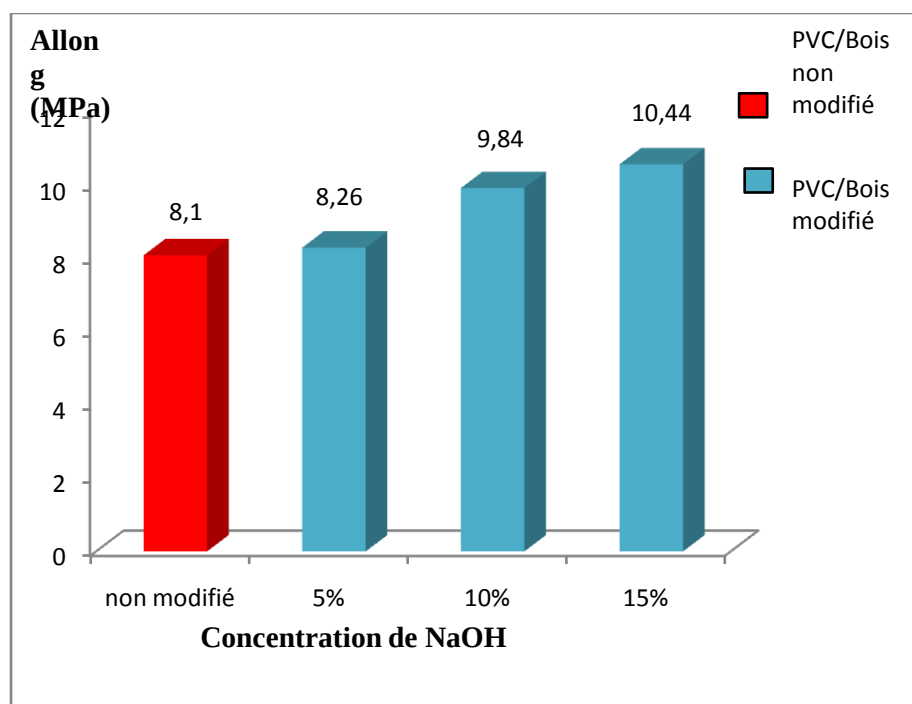


Figure 30: Contrainte à la rupture des différents composites PVC/ Chêne zeen

La figure 31 illustre l'évolution de l'allongement à la rupture des différents composites formulés à partir de la farine de bois non modifiée et modifiée respectivement, nous observons que l'allongement de composite a farine non traitée est supérieur à celui de composite à farine traitée, ce qui nous amène à dire que ce dernier est plus fragile voire cassant par rapport au premier .

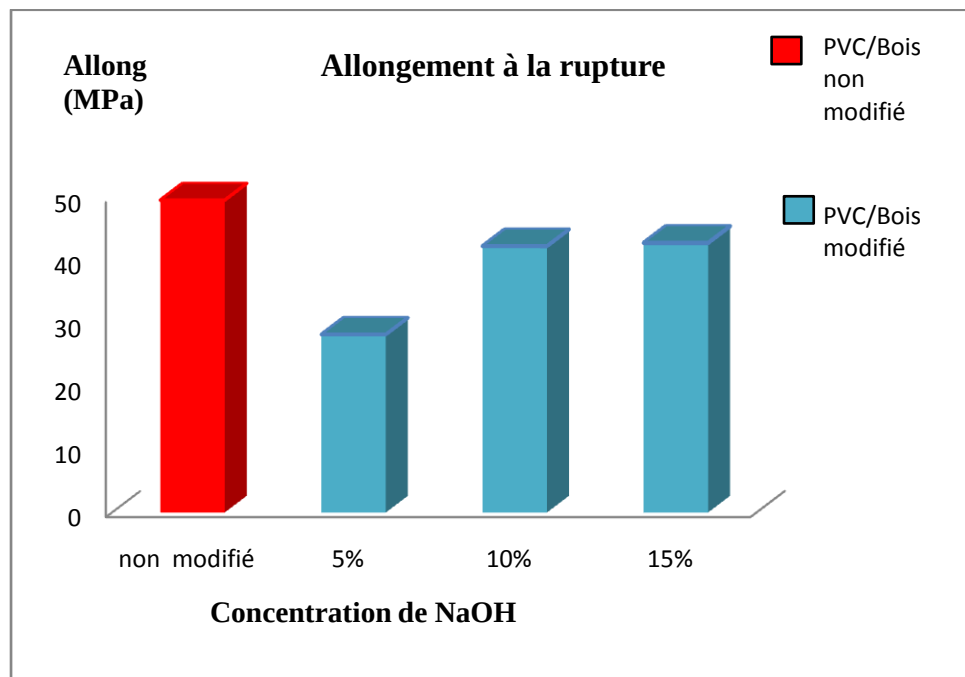


Figure 31: Allongement à la rupture des différents composites PVC/ Chêne zeen

CONCLUSION GENERALE

Plusieurs études dans le passé ont déjà étudié les modifications des propriétés de surface des fibres de cellulose afin d'améliorer leur adhésion avec une matrice polymérique, réduire l'absorption d'humidité et augmenter les propriétés mécaniques.

C'est dans ce contexte que nous nous sommes proposés d'élaborer un matériau composite à base de PVC chargé à 30% de la farine de bois modifiée par NaOH à différentes concentrations. La mise en évidence de la modification chimique de la fibre a été examinée par l'analyse IRTF et MEB, ces techniques ont montré que le paysage surfacique tend à changer suite à l'hydrolyse partielle de quelques constituants de la fibre.

Une fois élaborés, nos composites PVC/bois modifié (à 5, 10 et à 15%) ont été caractérisés par le test d'absorption, de traction et par la microscopie électronique, Comparés aux composites dont le bois n'est pas traité, nos résultats ont montré que la modification améliore le taux d'absorption au fur et à mesure que la concentration de la soude augmente ; un fait qui est dû à la diminution des groupements hydroxyles, engagés dans la formation des liaisons avec la matrice polymérique, ce fait a été confirmé par l'imagerie électronique à balayage en révélant une bonne dispersion de la fibre dans la matrice. En revanche, mis à part la contrainte à la rupture qui a été améliorée, le module de Young et l'allongement à la rupture se sont révélés inférieurs, ce qui serait attribué à la plastification de matériau qui conduit à la diminution des propriétés mécaniques.

Afin de mieux caractériser notre matériau, nous avons jugé utile de suggérer quelques perspectives ;

- Une analyse RMN pour mieux observer la modification chimique de certains constituants de la fibre (dégradation de la lignine)
- Une ATG serait également utile pour mieux voir le comportement de la fibre à la variation de la température
- Afin d'améliorer les propriétés mécaniques et obtenir une meilleure adhésion fibre-matrice, d'autres modifications seraient souhaitables.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] **M. Malha**, «Mise en œuvre, Caractérisation et Modélisation de Matériaux Composites : Polymère Thermoplastique Renforcé par Des Fibres De Doum.». Thèse de Doctorat, Faculté des Sciences Rabat, Université Mohammed V, Agdal, 2013, 151 p. [En ligne], disponible sur http://toubkal.imist.ma/bitstream/handle/123456789/9626/THESE_MALHA.pdf
- [2] **Y. Xu, Q. Wu, Y. Lei et F. Yao**. «Creep behavior of Bagasse fiber reinforced polymer composites», *Bioresource Technology*. Vol. 101, 2010, pp. 3280–3286.
- [3] **Y. Xie et al.** « Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review ». *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing.*, Vol. 41, 2010, pp. 806– 819.
- [4]. **Quezel.P., Medail.F., (2003)** : Ecologie et biogéographie des forêts du bassin méditerranéen. Ed. Elsevier SAS. 483p.
- [5] **.Tingaut. PH., (2006)** : Modification de la structure chimique du bois par des Alcoxysilanes diversement substitués, Thèse Doct. Univ Bordeaux. 17-27p.
- [6] **Talel, B.** *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. 2011.
- [7] **Govin. A., (2004)** : Aspect physico-chimique de l'interaction bois-ciment, modification de l'hydratation du ciment par le bois. Thèse. doct. Ecole nationale supérieure des Mines de Saint Etienne : Génie des procédés. 202p.
- [8]. **Mohammad Dalour Hossen Beg**; The Improvement of Interfacial Bonding, Weathering and Recycling of Wood Fibre Reinforced Polypropylene Composites; Thèse de doctorat, University of Waikato, Hamilton, New Zealand, 2007
- [9]. **Hammiche.A., (1990)** : Contribution à l'étude anatomique de quelques espèces des familles des fagacées et salicacées. Thèse. Mag. I.N.A., El-Harrach, Alger. 121p.
- [10]. **Maya Jacob John, Sabu Thomas**; Rubber Nanocomposites: Preparation, Properties and Applications; Chapitre 8, Sabu Thomas and Ranimol Stephen (Ed), John Wiley & Sons Pte Ltd, 2010
- [11]. **Mohammad Dalour Hossen Beg**; The Improvement of Interfacial Bonding, Weathering and Recycling of Wood Fibre Reinforced Polypropylene Composites; Thèse de doctorat, University of Waikato, Hamilton, New Zealand, 2007.

[12]. **Maya Jacob John, Rajesh D. Anandjiwala, 2008**; Recent Developments in Chemical Modification and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Composites; Polymer composites, 187-207.

[14] **Enrique Alarcón-Gutiérrez**; Influence de facteurs abiotiques sur la régulation des paramètres microbiens impliqués dans la dégradation de la matière organique d'une litière forestière méditerranéenne, Thèse de doctorat, Faculté des Sciences et Techniques, L'université Paul Cezanne, 2007.

[15] **Maya Jacob John, Sabu Thomas**; Rubber Nanocomposites: Preparation, Properties and Applications; Chapter 8, Sabu Thomas and Ranimol Stephen (Ed), John Wiley & Sons Pte Ltd, 2010.

[16]. **Nicolas. L. M., (2008)** : Mécanismes de gonflement et de dissolution des fibres de cellulose; Thès.doct. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

[17]. **David. S., (2007)** : Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite; Thès. Doct. Faculté des Sciences et Techniques, Université de Limoges.

[18].**Couhert C., (2007)** : Pyrolyse flash à haute température de la biomasse lignocellulosique et de ses composés - production de gaz de synthèse'', Thès. Doct. Ecol. des Mines de Paris Energétique.

[19]. **Thi .S, Thiebaud**, ''Valorisation chimique de composés lignocellulosiques : obtention de nouveaux matériaux'', thèse de doctorat, Institut National Polytechnique De Toulouse, Sciences des Agro ressources, 1995.

[20]. **Jebrane. A., (2009)** : Fonctionnalisation chimique du bois par transesterification des esters d'enol, thèse de doctorat, université Bordeaux I, 1- 125p.

[21] **Slama, I.** *Caractéristiques physico-mécaniques des composites bois plastiques provenant de la valorisation des résidus des panneaux mdf- etude des possibilités de recyclage.* Thèse de la maîtrise en ingénierie. Québec : Univ du québec à chicoutimi ,2008.p3-6-14-28-1-38-70.

[22] **A. Wachowski.** « Les Parois de Cellules Végétales»,[en ligne], 2006. disponible sur <http://www.lycees.ac-rouen.fr/lgcorneille/SPIP/IMG/DS206.pdf>

[23] **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, France, 2010, 186 p.[En ligne], disponible sur http://docnum.univ-lorraine.fr/public/SCD_T_2010_0135_RAGOUBI.pdf

- [24] **V.C. Li, S. Wang et M. Backer.** « Effect of Inclining Angle, Bunding and Surface Treatment on Synthetic Fiber Pull-out From a Cement Matrix ». *Composites.*, Vol. 21, 1990, pp. 132-140.
- [25] **S. Bouhank,** «Effet d'absorption d'eau sur le comportement mécanique des composites PP/farine cellulosique », Mémoire de Master, Faculté de Technologie, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas Sétif, 2012, 63 p.
- [26] **C.P.L. Chow, X.S. Xing et R.K.Y. Li.** «Moisture absorption studies of sisal fibre reinforced polypropylene composites», *Composites Science and Technology.*, Vol. 67,2007, pp. 306-313.
- [27] **P. Castéra.** « Comportement Physico-Mécanique des Matériaux Fibreux Cellulosiques Considérés Comme des Milieux Aléatoires » [en ligne], 2002. Disponible sur : <pem.utbm.fr/materiaux_2002/file/pdf/CM2077.PDF>
- [28] **E.T.N. Bisanda et M.P. Ansell.** « The Effect of Silane Treatment on the Mechanical And Physical Properties of Sisal-Epoxy Composites ». *Composites Science and Technology.* Vol. 41, 1991, pp. 165-178.
- [29] **M. Nardin,** « Interfaces fibre-matrice dans les matériaux composites», *Revue de composites et des matériaux avancés, Lavoisier*, Vol. 16, 2006,pp. 49-62.
- [30] **C.S.R. Freire et al.** « Composites Based on Acylated Cellulose Fibers and Low-Density Polyethylene: Effect of the Fiber Content, Degree of Substitution and Fatty Acid Chain Length, on Final Properties ». *Composites Science and Technology.*Vol. 68, 2008, pp. 3358-3364.
- [31] **A. Fadel et H. Hazam,** « Etude des propriétés d'agromatériaux composites PEBD/farine de Genêt d'Espagne avant et après mercerisation ».Mémoire d'Ingénieur d'Etat, Faculté de Technologie, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas Sétif, Algérie, 2010, 74 p.
- [32] **A. M. Brandt.** «Fibre reinforced cement-based (FRC) composites after 40 years of development in building and civil engineering». *Composite structures.* Vol. 86, 2008, pp. 3-9
- [33] **A.K. Bledzki, J. Gassan, 1999;** Composites reinforced with cellulose based fibres; *Prog. Polym. Sci.* 24, 221-274.
- [34] **Vi Vi Do Thi.** Matériaux composites à fibres naturelles/ polymères biodégradable ou non, Dec 2011,pp 40-70.

ANNEXE

➤ Traitement par la soude

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

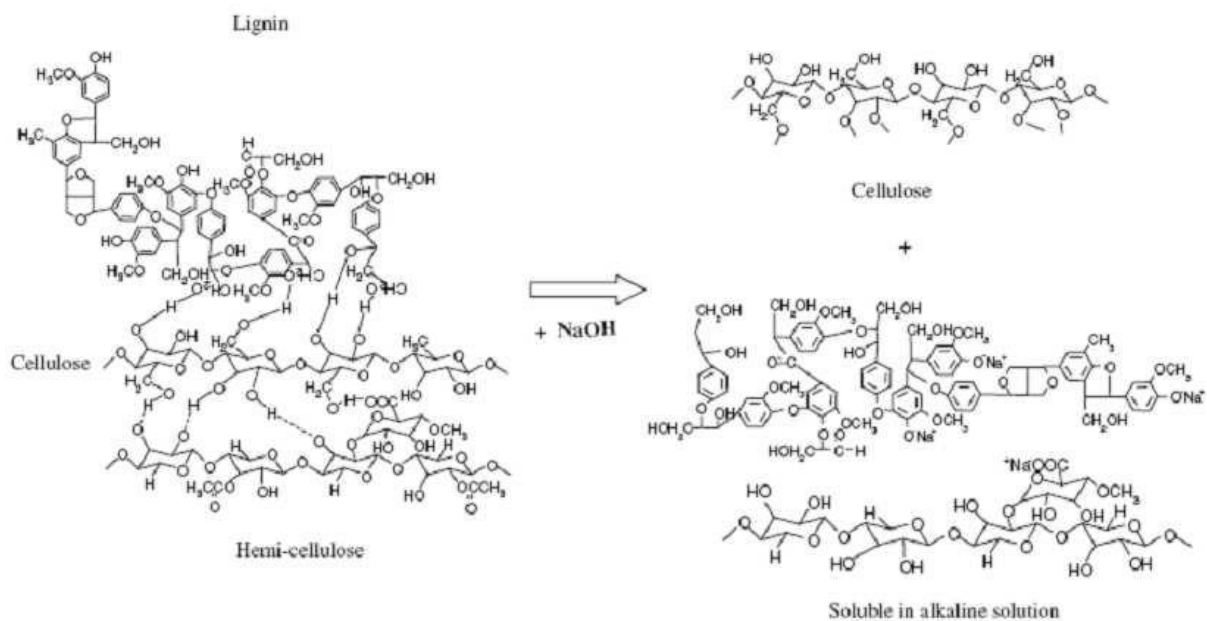


Figure: Réaction de traitement par la soude.

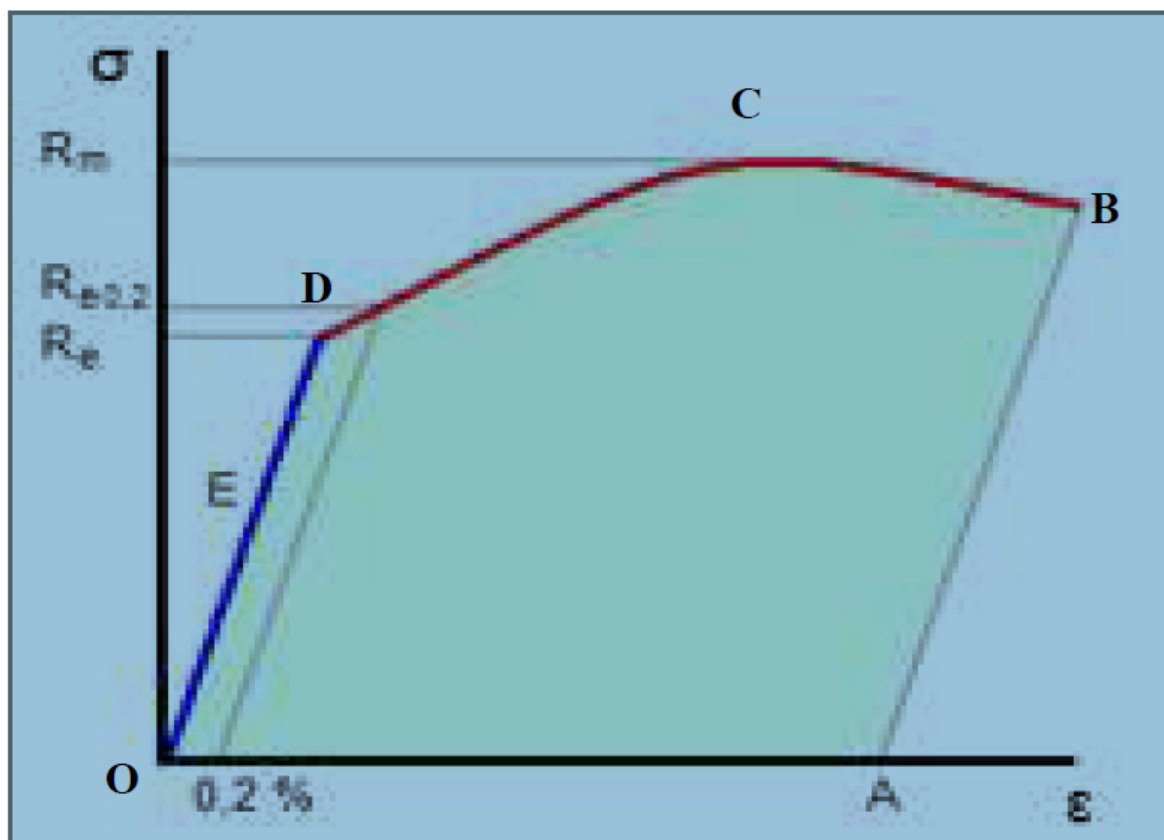
➤ Essai de traction

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 de 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 déformation et contrainte.

L'essai de traction donne des valeurs importantes

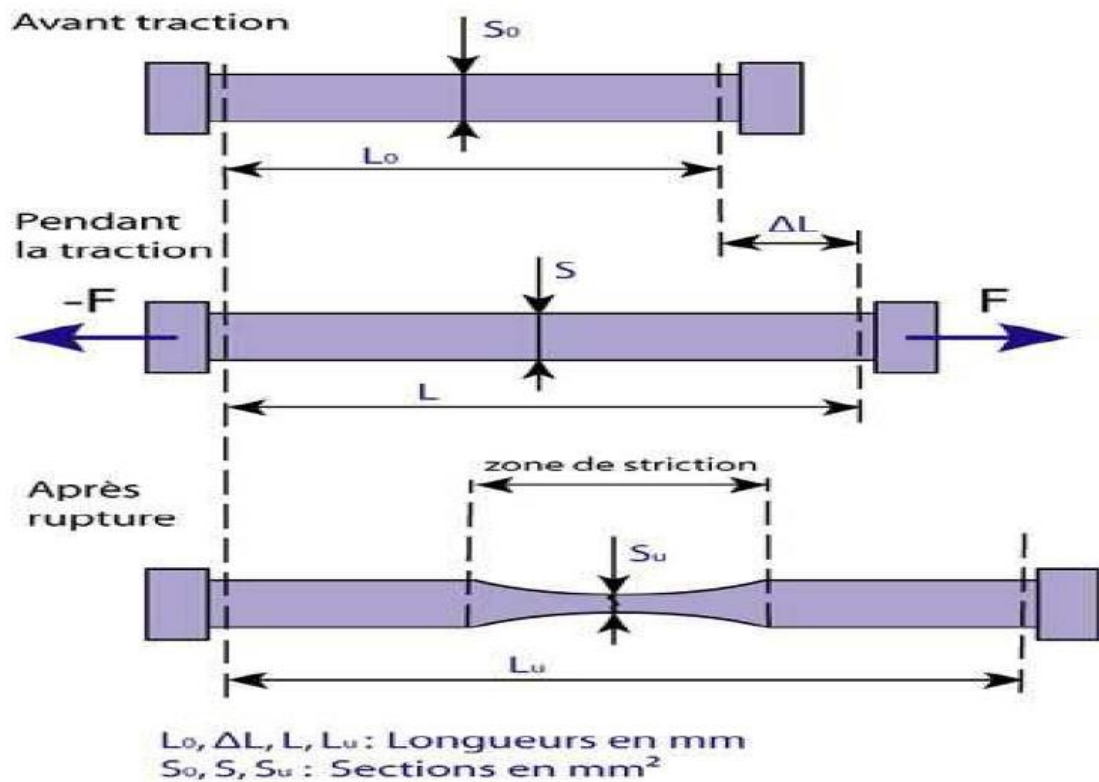
- le module de Young E , ou module d'élasticité longitudinale
- la limite d'élasticité R_e (Réversible)
- la limite à la rupture R_m
- l'allongement à la rupture A , qui mesure la capacité d'un matériau à s'allonger sous charge avant sa rupture
- Rupture du matériau au point B
- **OD** : Régime élastique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



Graphe 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.

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

L'objectif de ce travail est d'élaborer et de caractériser un matériau composite à matrice PVC et à charge d'origine végétale, la farine de chêne zéen. Cette dernière est obtenue par broyage de la sciure de bois de chêne zéen et tamisage à une granulométrie de 0.25mm. Afin d'optimiser la surface des fibres, la farine de bois a été traitée par NaOH à différentes concentrations, et pour mettre en évidence la modification chimique, Les échantillons traités à 5, 10 et à 15%, se sont soumis à une analyse par IRTF et par le MEB. Après avoir élaboré le composite à base de PVC/ farine de bois traité (70/30%) au niveau de CABEL, notre matériau à son tour, a subi une caractérisation mécanique, structurale et d'absorption. Comparativement à un matériau constitué d'une farine non traitée, mis a part la contrainte à la rupture, notre matériau présente des propriétés mécaniques (module de Young et allongement à la rupture) inférieures, par contre, le traitement par la soude a conduit à une amélioration des propriétés d'absorption d'eau et de l'adhésion fibre-matrice.

Mots clef : composite, PVC, chêne zeen, NaOH, propriétés mécaniques, absorption.

Abstract

The present work aims at elaborating and characterizing a PVC-matrix composite material with a vegetable origin, the wood flour. The latter is obtained by grinding sawdust from oak wood and sieving to a grain size of 0.25 mm. In order to optimize the surface of the fibers, the wood flour has been treated with NaOH at different concentrations. Thus, in order to demonstrate the chemical modification, samples treated with 5, 10 and 15% were analyzed by IRTF and SEM. After designing the PVC composite / processed wood flour (70/30%) at CABEL, our material in turn, has been submitted to a mechanical, structural and absorption characterization. Compared to a material composed of non processed flour. Except for the tensile strength, the material shows inferior mechanical properties (Young's modulus and elongation at break). On the other hand, the sodium hydroxide treatment has led to improved water absorption properties and fiber-matrix adhesion.

Keywords: composite, PVC, zeen oak, NaoH, mechanical properties, absorption.

