

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

UNIVERSITE MOULOUD MAMMARI DE TIZI-OUZOU



FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE CHIMIE

Mémoire de Master

Spécialité : CHIMIE

Option : Chimie physique

Présenté par :

M^{elle} OUMSALEM Malika

Sujet :

Effet du taux et de la taille des fibres lignocellulosiques sur les propriétés diélectriques des composites (PVC/Diss)

Devant le jury d'examen composé de :

M ^{me} AMAOUZ	Nouara	MCA	UMMTO	Présidente
M ^r LATEB	Yacine	MAA	UMMTO	Examineur
M ^r CHAOUCHI	Ahcéne	Professeur	UMMTO	Promoteur
M ^{elle} TOUATI	Zohra	Doctorante	ENPA	Invitée

Soutenu le : 22/ 09 / 2016

Remerciements

Tous d'abord, je remercie **Allah** de m'avoir prêté vie et volonté pour achever se travail.

Ce travail a été réalisé au sein du laboratoire de Chimie Appliqué et Génie Chimique (LCAGC) de l'Université Mouloud MAMMARI de Tizi-Ouzou, sous la direction de Monsieur **Saïd TAZEKRAIT**, à qui j'exprime ma profonde gratitude.

J'adresse mes remerciements les plus distinguées à Monsieur **Ahcène CHAOUCHI**, professeur à l'Université Mouloud MAMMARI de Tizi-Ouzou, mon promoteur de mémoire de fin d'étude de m'avoir accepté au sien de son équipe et pour sa contribution à la réalisation de ce travail.

Je tiens à exprimer ma gratitude et mes profonds remerciements à Madame **Zohra TOUATI**, doctorante pour sa disponibilité et ses encouragements qui n'ont jamais fait défaut.

Mes sincères remerciements s'adressent également à l'ensemble des membres de jury, Madame **Nouara AMAOUZ**, maitre de conférences de classe A à l'Université Mouloud MAMMARI et Monsieur **Yacine LATEB** maitre assistant de classe A à l'université Mouloud MAMMARI pour l'intérêt qu'ils ont porté a ce travail.

Je teins à remercier aussi toute personnes ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail notamment : l'ensemble d'équipes du laboratoire et aussi tous mes chers amis.

En fin, je remercie chaleureusement ma famille pour leurs sacrifices et leurs soutiens tout au long de mon parcours.

Dédicaces

Rien n'est beau à offrir que le fruit d'un labeur qu'on dédie du cœur à ceux qu'on aime et qu'on remercie en exprimant la gratitude et la reconnaissance durant toute notre existence.

Je dédie ce modeste travail :

A mes très chers parents aux quels je dois ma réussite.

A ma chère grande mère Ourdia.

A mon cher fiancé Hacem et sa famille.

A ma très chère sœur Dehia.

A mon cher frère Hacem.

A mon frère Kamel et sa femme Sabrina.

A ma sœur Lyla et son mari Mourad.

A ma sœur Zahia et son mari Amar.

Mes nièces et neveux : Wassim, Islam, Imane, Dalia, Meriem et Inas.

A mes très chères amies : Chafiaa, Fatima et Fatiha.

A mon cher ami Juba.

A qui m'ont apporté affection et soutien lors de la réalisation de ce travail.

O.Malika

Sommaire

SOMMERE

Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des abréviations	
Introduction générale.....	1

Chapitre I : Rappels Bibliographiques

I.1. Introduction.....	3
I.2. Matériaux composites.....	3
I.3. Matrice.....	4
I.4. Thermoplastiques.....	4
I.5. Le polychlorure de vinyle (PVC).....	5
I.6. Propriétés générales du polychlorure de vinyle.....	5
I.7. Le renfort (fibres végétales).....	6
I.7.1. Enjeux d'utilisation de fibres végétales.....	6
I.7.2. Structure et composition des fibres naturelles.....	7
I.7.3. Présentation des fibres naturelles.....	8
I.7.4. Principales catégories des fibres naturelles.....	9
I.7.4.1. La cellulose.....	10
I.7.4.2. L'hémicellulose.....	11
I.7.4.3. La lignine.....	12
I.8. Principaux avantages et limites d'utilisation des fibres végétales comme renfort des matériaux composites.....	13
I.9. Modification des fibres naturelles.....	14
I.9.1. Traitement à la soude.....	15
I.10. Fibre de Diss.....	15

Chapitre II : Méthodologies Expérimentales

II.1. Introduction.....	17
II.2. Présentation des produits utilisés.....	17
II.2.1. Polychlorure de vinyle (PVC).....	17

II.2.2. Le Diss	17
II.2.2.1. Préparation de la charge non traitée	17
II.2.2.2. Préparation de la charge traitée	18
II.3. Caractérisation de la charge de Diss	18
II.3.1. La densité des fibres végétales	18
II.3.2. Caractérisation par spectroscopie infra rouge (IR)	19
II.4. Préparation des composites.....	19
II.5. La densité des composites.....	19
II.6. Caractérisations morphologiques par microscopie électronique à balayage (MEB)	20
II.7. Mesure des propriétés diélectriques	20
II.7.1. La constante diélectrique (permittivité relative)	20
II.7.2. Les pertes diélectriques	21
II.7.3. La conductivité électrique	22
II.7.4. La résistance d'isolement.....	22
II.8. La spectroscopie d'impédance	23

Chapitre III : Résultats et Discussions

III.1. Introduction	24
III.2. Caractérisation de la fibre de Diss	24
III.2.1. La densité.....	24
III.2.2. Caractérisation par spectroscopie infra rouge (IR)	25
III.2.3. Caractérisation morphologique par microscopie électronique à balayage (MEB)	26
III.3. Caractérisation des composites PVC/Diss.....	27
III.3.1. La densité.....	27
III.3.2. Caractérisation par spectroscopie infra rouge (IR)	28
III.3.3. Caractérisation morphologiques par microscope électronique à balayage (MEB)	29
III.3.4. Propriétés diélectriques.....	30
III.3.4.1. La constante diélectrique (la permittivité relative)	30
III.3.4.2. Les pertes diélectriques	33
III.3.4.3. La conductivité électrique	36
III.3.5. Caractérisation par spectroscopie d'impédance.....	38

III.3.5.1. La variation de la partie réelle (Z') en fonction de $\log(f)$	38
III.3.5.2. La variation de la partie imaginaire (Z'') en fonction $\log(f)$	39
III.3.5.3. La variation de la partie imaginaire (Z'') en fonction de la partie réelle (Z')	41
Conclusion générale	46
Références Bibliographiques	48
Résumé	

Liste des figures

Figure I.1 : Matériau composite	3
Figure I.2 : La formule générale de CVM.....	5
Figure I.3 : Schéma de fabrication du composant de base de résine PVC	5
Figure I.4 : Schéma de la structure d'une fibre végétale.....	7
Figure I.5 : Structure du bois avec observations multi-échelles	8
Figure I.6 : Classification des fibres naturelles	9
Figure I.7 : Structure moléculaire de la cellulose.....	10
Figure I.8 : Pont hydrogène intramoléculaires et intermoléculaires entre deux macromolécules adjacentes de cellulose	11
Figure I.9 : Structure chimique partielle de deux hémicelluloses : (A) O-acétyl-4-O-méthylglucuronoxylane de feuillus et (B) Arabino-4-O-méthylglucuronoxylane de résineux ..	12
Figure I.10 : Précurseurs de la biosynthèse de la lignine	12
Figure I.11 : Exemple générique de la macromoléculaire lignine	13
Figure I.12 : Herbe de Diss	16
Figure III.1 : La charge de Diss ; (a) non traitée, (b) traitée avec la soude 5%.....	25
Figure III.2 : Spectre (IR) de la fibre Diss traitée (DT) et non traitée (DNT).....	25
Figure III.3 : Observation au MEB des fibres de Diss ; (a) fibres non traitées, (b) fibres traitées avec la soude	26
Figure III.4 : Les composites ; (a) PVC pur, (b) PVC20, (c) PVC20T.....	28
Figure III.5 : Spectre Infrarouge de PVC, PVC20T, PVC20	28
Figure III.6 : Images au microscope électronique à balayage des composites ; (a) PVC pur, (b) PVC20	29
Figure III.7 : Image au microscope électronique à balayage ; (a) PVC20, (b) PVC20T	30
Figure III.8 : La variation de la constante diélectrique en fonction de $\log(f)$ à température ambiante	30
Figure III.9 : La variation de la constante diélectrique en fonction de la température à 1kHz	31
Figure III.10 : La variation de la constante diélectrique en fonction de $\log(f)$ à différentes températures.....	32
Figure III.11 : La variation des pertes diélectriques en fonction de $\log(f)$ à température ambiante	33

Figure III.12 : La variation des pertes diélectriques en fonction de la température à 1kHz..	34
Figure III.13 : La variation des pertes diélectriques en fonction de log(f) à différentes températures.....	35
Figure III.14 : La variation de la conductivité en fonction de log(f) à température ambiante	36
Figure III.15 : La variation de la conductivité en fonction de log(f) à différentes températures.....	37
Figure III.16 : La variation de la partie réelle de l'impédance (Z') en fonction de log(f) à différentes températures	38
Figure III.17 : La variation de la partie imaginaire de l'impédance (Z'') en fonction de log(f) à différentes températures.....	39
Figure III.18 : La variation de la partie imaginaire (Z'') de PVC pur en fonction de la partie réelle (Z') à différentes températures	41
Figure III.19 : La variation de la partie imaginaire (Z'') de PVC/DNT en fonction de la partie réelle (Z') à différentes températures	43
Figure III.20 : La variation de la partie imaginaire (Z'') de PVC/DT en fonction de la partie réelle (Z') à différentes températures	44

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Caractéristiques des thermoplastiques les plus courants	4
Tableau I.2 : Principales propriétés physiques de PVC rigide et du PVC souple.....	6
Tableau I.3 : La composition chimique des fibres végétales	10
Tableau I.4 : Principaux avantages et inconvénient des fibres végétales comme renfort des matériaux composites	14
Tableau II.1 : Les propriétés du polychlorure de vinyle (PVC)	17
Tableau II.2 : La composition massique des différentes formulations	19
Tableau III.1 : La densité de la charge de Diss traitée et non traitée.....	24
Tableau III.2 : La densité des composites PVC/ Diss	27

Liste des abréviations

- MMC** : Composites à matrice métallique (metal matrix composites)
CMC : Composites à matrice céramique (ceramic matrix composites)
IMC : Composites à matrice intermétallique (intermetallic matrix composites)
CCC : Composites carbone-carbone (carbon-carbon composites)
PMC : Composites à matrice polymère (polymer matrix composites)
 ρ : Densité
 α_d : Coefficient de dilatation thermique
E : Module de flexion
 δ_f : Contrainte de flexion
NaCl : Chlorure de sodium
PVC : Polychlorure de vinyle
 T_f : Température de fusion
 T_g : Température de transition vitreuse
CVM : Monomère chlorure de vinyle
PP : Polypropylène
HDPE : Polyéthylène de haute densité (high density polyéthylene)
PS : Polystyrène
PET : Polyéthylène téréphtalique
ABS : Acrylonitrile-butadiène-styrène
PMMA : Poly-méthacrylate de méthyle
 $C_6H_{12}O_6$: Glucose
 CO_2 : Dioxyde de carbone
Max : Maximum
UV : Ultras violet
NaOH : Hydroxyde de sodium (soude)
IR : Spectroscopie par infrarouge
MEB : Macroscopie électronique à balayage
 ϵ_r^* : La constante diélectrique (la permittivité relative)
 ϵ' : La partie réelle de la constante diélectrique
 ϵ'' : La partie imaginaire de la constante diélectrique
 ϵ_0 : La permittivité du vide

C_p : La capacité

e : L'épaisseur

S : La surface

$\tan\delta$: Les pertes diélectrique

Z' : Partie réelle de l'impédance

Z'' : Partie imaginaire de l'impédance

σ_{ac} : La conductivité électrique à champ alternatif

ω : La fréquence angulaire

R_s : Résistance d'isolement

DNT : Charge non traitée

DT : Charge traitée

PVC20 : Formulation de composite à 20% du taux de charge

PVC20T : Formulation de composite à 20% du taux de charge traitée

Introduction générale

Introduction générale

Les composites ne cessent d'évoluer vers des produits qui sont, soit les moins coûteux possible, soit les plus performants, ou bien les deux à la fois. De plus, dans un souci de protection de l'environnement et de santé publique, les produits tendent à intégrer un caractère écologique. Ils sont utilisés dans nombreux domaines tels que l'industrie automobile, l'aérospatial ou encore la médecine.

Les avantages les plus importants des polymères sont la facilité de mise en œuvre, la productivité et la réduction des coûts. Pour de nombreuses applications, les propriétés des polymères sont modifiées en utilisant des renforts et des charges [1].

De nos jours, l'utilisation des ressources naturelles dans les matériaux composites devient de plus en plus fréquente, pour cela des études sont consacrées à la valorisation des matériaux lignocellulosique issue du bois et des fibres naturelles en tant que charge dans des matrices plastiques [2].

Malgré le développement des composites à fibres naturelles, de nombreuses difficultés doivent être surmontées :

- l'incompatibilité des fibres cellulosique avec certains polymères, et le manque d'adhésion avec les matrices polymères est une difficulté qui peut empêcher un large usage des fibres végétales dans le composite. Le caractère hydrophobe de la matrice polymère et le caractère hydrophile des fibres végétales affectent négativement l'adhésion [3].
- la seconde difficulté provient de la très grande diversité et de la variabilité des fibres naturelles. Leurs caractérisations physico mécaniques sont très délicates à maîtriser. De plus, les propriétés mécaniques des fibres d'origine végétales varient considérablement [4].

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'autre produits chimiques ont permis d'améliorer la compatibilité des fibres avec la matrice polymère [5].

Parmi les fibres naturelles, les fibres de Diss attirent de plus en plus l'attention des chercheurs. En effet, un des avantages des fibres de Diss est que c'est une ressource abondante en Algérie, et présente une bonne résistance dans son environnement naturel. D'où, l'idée de les utiliser comme renfort dans les matériaux composites.

Dans le but de valoriser cette fibre comme charge dans le domaine des composites, nous avons étudié la composition et la caractérisation de la fibre de Diss et l'effet du traitement alcalin sur cette fibre.

Puis nous avons préparé des composites à base de polychlorure de vinyle (PVC) avec la charge traitée et non traitée. Le choix de cette matrice est justifié par le fait que le polychlorure de vinyle est un polymère de grand tonnage qui présente d'excellentes propriétés.

En fin une caractérisation des propriétés des composites préparés (propriétés physiques, morphologiques, diélectriques et spectroscopie d'impédance) a été effectuée.

Ce manuscrit s'articule sur trois parties :

- Rappels bibliographiques
- Méthodologies expérimentales
- Résultats et discussions
- Conclusion.

Chapitre *I*

Rappels bibliographiques

I.1. Introduction

Dans ce premier chapitre, nous commençons par une étude théorique des propriétés principales de matériau composite à base d'une matrice qui est le PVC et d'un renfort qui est la fibre végétale le Diss. Ce matériau est à l'heure actuelle très intéressant et prometteur pour ses propriétés, ses applications et son faible coût.

I.2. Matériaux composites

Les matériaux composites sont des matériaux solides hétérogènes et anisotropes, constitués de l'assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles et de natures différentes, se complétant et permettant d'aboutir à un matériau dont l'association confère à l'ensemble des propriétés qu'aucun des composites pris séparément ne possède. Ils sont constitués d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. La phase continue est appelée matrice et la phase discontinue, qui présente usuellement des propriétés mécanique (rigidités et résistances) supérieures à celle de la matrice, est nommée renfort (Figure I.1) [5].

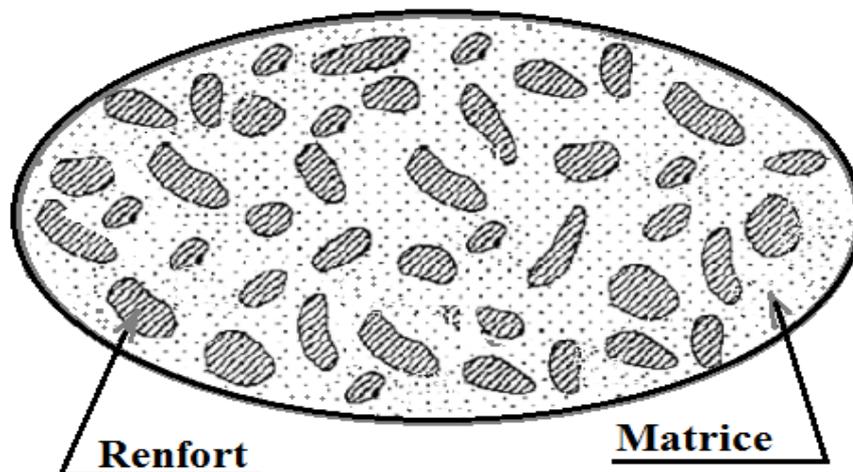


Figure I.1 : Matériau composite [5].

Les composites peuvent aussi être classés selon la nature de leur matrice, en cinq familles principales :

- _ Les composites à matrice métallique MMC (Metal Matrix Composites) ;
- _ Les composites à matrice céramique CMC (Ceramic Matrix Composites) ;
- _ Les composites à matrice intermétallique IMC (Intermetallic Matrix Composites) ;
- _ Les composites carbone-carbone CCC (Carbon-Carbon Composites) ;
- _ Les composites à matrice polymère PMC (Polymer Matrix Composites).

Les renforts utilisés en général, sont des fibres telles que les fibres de verre, de carbone ou d'aramide et les fibres naturelles [6].

I.3. Matrice

La matrice est l'un des constituants de base des matériaux composites qui revêt trois fonctions principales : la répartition de la charge mécanique sur tout le renfort, la cohésion des fibres pour une meilleure homogénéisation de l'ensemble et la protection des renforts vis-à-vis du milieu extérieur (chocs mécaniques ou thermiques). Les résines polymères les plus employées dans les matériaux composites sont les résines thermodurcissables et les résines thermoplastiques [1].

I.4. Thermoplastiques

Les thermoplastiques sont les plus résistants à l'impact, à la corrosion, particulièrement à basses températures. Des résines thermoplastiques, renforcées avec des fibres courtes et avec des fibres longues, se développent fortement. Elles sont mise en forme par chauffage jusqu'à la température de transition vitreuse pour les thermoplastiques amorphes et jusqu'à la température de fusion pour les thermoplastiques semi-cristallins et se consolident au cours du refroidissement. La transformation est réversible, car les matières thermoplastiques ne subissent aucune modification chimique. Ils sont utilisés comme élément structuraux et décoratifs dans diverses applications (le bâtiment, la construction...). Dans l'industrie, ces matières peuvent être récupérés et recyclés [1, 7].

Tableau I.1 : Caractéristiques des thermoplastiques les plus courants [6].

Polymère :	T _G (°C)	T _f (°C)	ρ (-)	δ _f (MPa)	E (GPa)	α _d à 20°C (10 ⁻⁵ K ⁻¹)
PP	5	165	0,92	30	1,2	9
HDPE	-100	134	0,95	28	1,1	3,4 - 4,0
PVC	75 - 105	160 - 220	1,39	58	2,9	1,6 - 7,7
PS	90 - 100	-	1,05	55	3,2	1,8 - 2,4
PET	70	255 - 265	1,30	47	2,6	-
ABS	90 - 120	-	1,05	50	2,5	-
PMMA	100	-	1,18	72-80	3,3	1,6 - 2,8

I.5. Le polychlorure de vinyle (PVC)

Le PVC est une des matières plastiques modernes qui connaît le plus grand succès. Il est utilisé dans notre vie quotidienne pour diverses applications et joue un rôle prépondérant dans la protection de notre santé et dans notre sécurité.

Le PVC est fabriqué à partir de deux matières premières naturelles : à 75% de sel de mer (NaCl) qui est fournisseur de chlore et à 43% de pétrole (d'éthylène) qui fait source de carbone. Par suite de réaction entre le chlore et l'éthylène, on obtient le chlorure de vinyle monomère (CVM) qui, par polymérisation, donne le PVC [8, 9].



Figure I.2 : La formule générale de CVM [8].

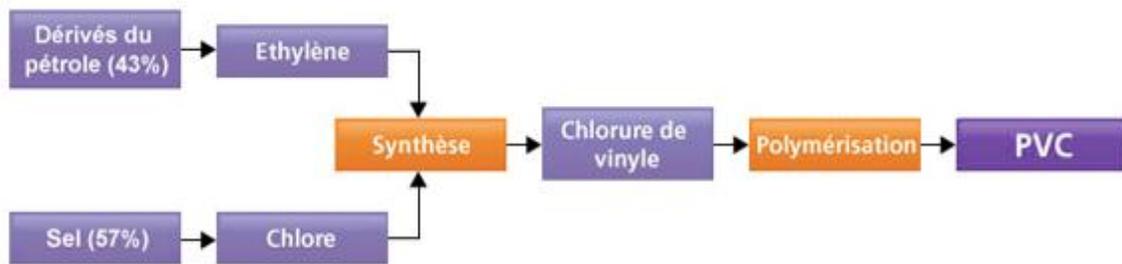


Figure I.3 : Schéma de fabrication du composant de base de résine PVC.

I.6. Propriétés générales du polychlorure de vinyle

Le PVC est caractérisé par une résistance remarquable à bon nombre de produits chimiques, il est résistant à l'eau, à la combustion et aux UV. Il présente une bonne tenue au vieillissement naturel. Par contre, il est sensible à certains solvants organiques, il se décompose dans une flamme en libérant de l'acide chlorhydrique gazeux [10]. Le tableau suivant montre quelques caractérisations du PVC :

Tableau I.2 : Principales propriétés physiques de PVC rigide et du PVC souple [10, 11].

Propriétés :	Unité :	PVC rigide :	PVC souple :
Densité		1,38 à 1,40	1,3 à 1,7
Masse volumique	g/cm ³	1,4	1,2 à 1,3
Cristallinité	%	7 à 15	< 7
Température de fusion	°C	160 à 170	140 à 170
Température de transition vitreuse	°C	75 à 105	- 40 à -10
Contrainte à la rupture	MPa	50	10 à 20
Allongement à la rupture	%	10 à 50	200 à 500
Module élastique-traction	GPa	2,2 à 3,0	n.d
Module élastique- flexion	%	2.0	n.d
Résistivité	Ω/cm	1.10 ¹⁶	1.10 ¹² à 1.10 ¹⁴
Permittivité relative		3,4	3 à 5

I.7. Le renfort (fibres végétales)

Nous désignerons par « renfort » tout produit susceptible d'améliorer une ou plusieurs propriétés du polymère qui sert de matrice (c'est-à-dire qui enrobe le renfort) [7].

I.7.1. Enjeux d'utilisation de fibres végétales

L'utilisation des fibres végétales comme renfort des matériaux composites, présentes deux principaux avantages : tout d'abord, ces fibres sont largement disponibles à faible coût de leur utilisation en construction constitue de nouveaux débouchés pour les matières agricoles. D'autre part, la valorisation des fibres végétales permet la réduction des impacts environnementaux par rapport aux composites conventionnels puisque ce sont des matières premières renouvelables, biodégradables, neutres vis-à-vis des émissions du dioxyde de carbone CO₂ et demandant peu d'énergie pour être produites [4].

Le choix des fibres provenant d'un milieu naturel et présentant des performances mécaniques intéressantes est guidé par :

- _ Leur origine et leur fonction ;
- _ Leur disponibilité : une fibre naturelle est considérée comme disponible, si le volume de fibres présent sur le marché est suffisant pour réaliser des pièces industrielles.

_ Leur composition et leur structure souvent complexes. Bien que les matériaux composites soient souvent présentés comme originaux et innovants, le milieu naturel en offre déjà un large panel, que ce soit dans le monde végétal ou dans le monde animal [12].

I.7.2. Structure et composition des fibres végétales

Les fibres végétales naturelles peuvent être décrites comme des composites où les fibres de cellulose jouent le rôle de renfort dans une matrice composée principalement d'hémicellulose et de lignine (figure I.4). Les fibres végétales, quelle que soit leur origine, arbres ou plantes annuelles, ont toutes la même structure de base. Les fibres de coton et de bois sont constituées de deux parois : primaire et secondaire, la seconde étant elle-même constituée de trois couches que l'on nomme S1, S2 et S3 (figure I.5). La paroi primaire, qui apparaît en premier lors de la croissance de la plante, est constituée d'une faible quantité de cellulose (8-15%) dans un arrangement désordonné des microfibrilles. La paroi secondaire contient une plus grande part de cellulose disposée de manière plus organisée. Les fibrilles sont orientées suivant un angle, appelé angle microfibrillaire, par rapport à l'axe longitudinal de la fibre [13].

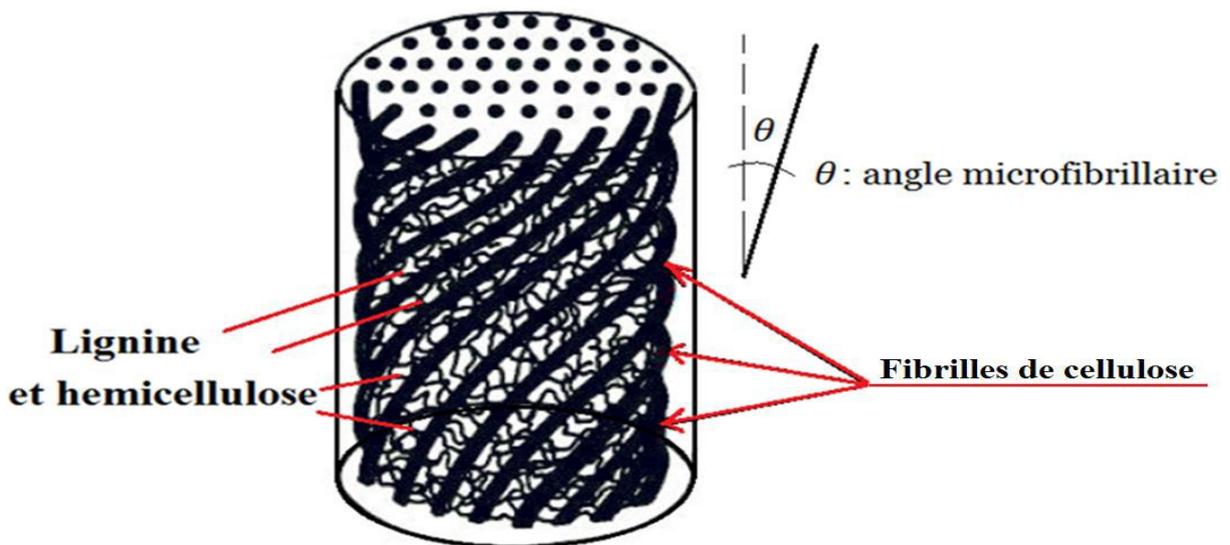


Figure I.4 : Schéma de la structure d'une fibre végétale [5].

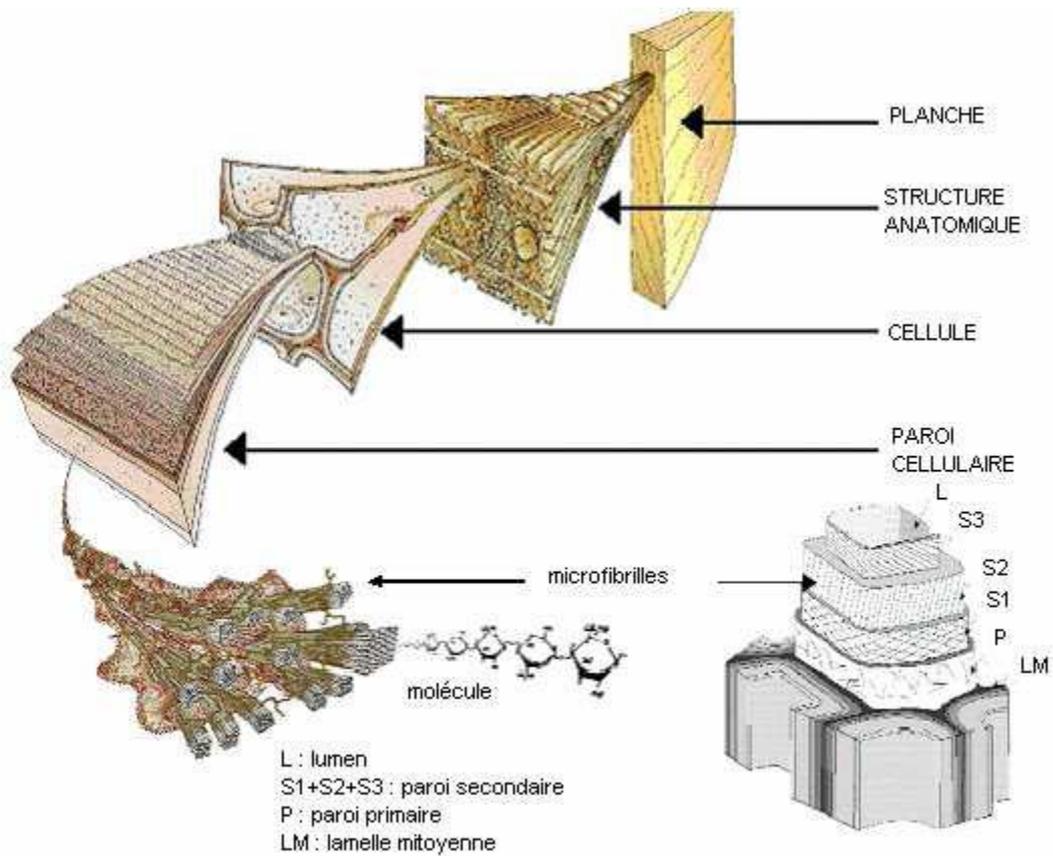


Figure I.5 : Structure du bois avec observations multi-échelles [14].

I.7.3. Présentation des fibres naturelles

Les fibres naturelles peuvent provenir de plusieurs sources ; notamment les plantes ; les animaux ou les minéraux. Comme c'est illustré sur la figure I.6.

Cependant, dans plusieurs applications, il s'est avéré que les fibres naturelles végétales sont les renforts les plus utilisés [5].

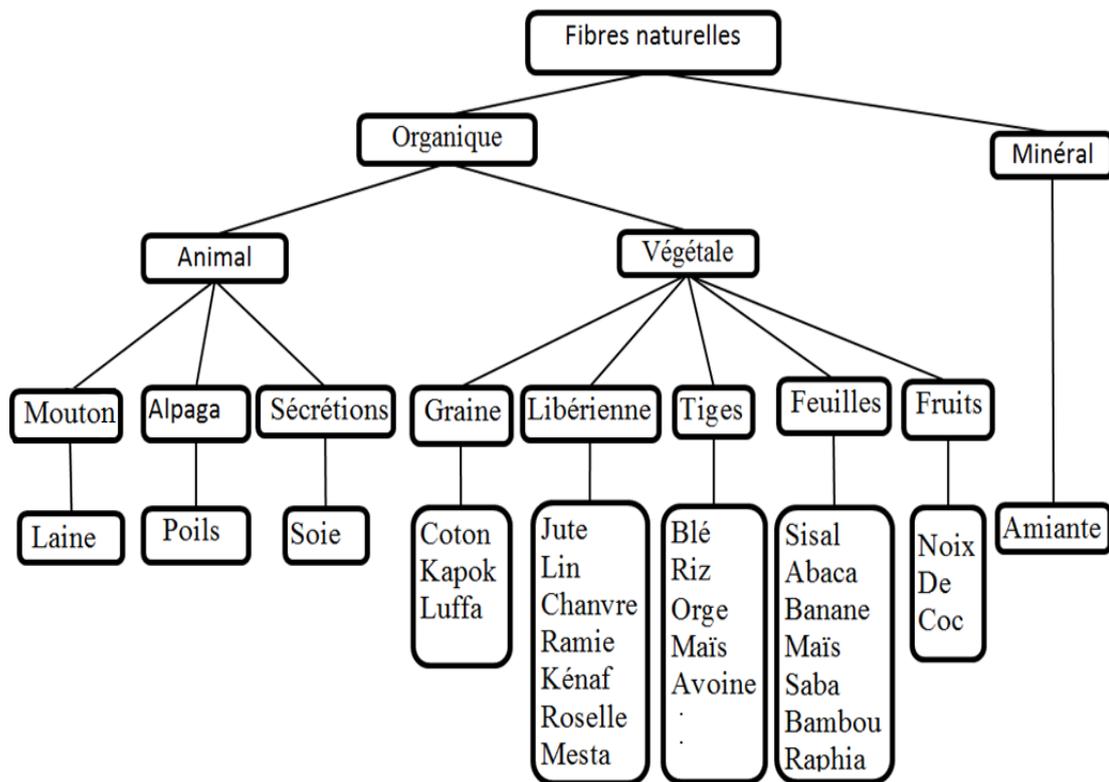


Figure I.6 : Classification des fibres naturelles [5].

I.7.4. Principales catégories de fibres naturelles

Les fibres naturelles peuvent être classées selon leur origine. Il est donc possible de distinguer trois grandes familles :

- _ Les fibres végétales : elles se subdivisent elles-mêmes selon leur provenance. On peut donc citer les fibres libériennes qui sont extraites de tiges de plantes (chanvre, lin, ramie, jute), les fibres dures qui sont extraites de feuilles, de troncs ou d'écorces de fruits (sisal, chanvre de manille, noix de coco), et les fibres qui proviennent des poils séminaux de graines (coton, kapok) ;
- _ Les fibres animales : elles peuvent émaner des poils (toison animale) ou encore des sécrétions (soie) ;
- _ Les fibres minérales (amiante) [4].

Composition chimique des fibres végétales

Les fibres naturelles végétales sont réparties entre les fibres libériennes, les fibres de feuilles, de graines...Leurs composition principale est la cellulose, la lignine et l'hémicellulose [5].

Sur le plan morphologique, la fibre végétale présente une variabilité très importante en fonction de son origine. En effet, les dimensions des fibres végétales dépend de l'état de

maturité et aussi des conditions environnementales de croissance de la plante. La variabilité du diamètre peut être très importante le long de la même fibre végétale.

La fibre végétale se caractérise aussi par la variabilité de l'épaisseur de sa paroi cellulaire qui découle de celle de la porosité des fibrilles [14]. Le tableau suivant présente la composition chimique des fibres végétales :

Tableau I.3 : La composition chimique des fibres végétales [4].

Fibres	Cellulose (%)	Lignine (%)	Hémicellulose (%)	Pectine (%)	Cendre (%)
Kéna	37 – 49	15 – 21	18 – 24	–	2 – 4
Juste	41 – 48	21 – 24	18 – 22	–	0,8
Chanvre	57 – 77	3,7 – 13	14 – 22,4	0,9	0,8
Ramie	68,6 – 91	0,6 – 0,7	5 – 16,7	1,9	–
Abaca	56 – 63	7 – 9	15 – 17	6	3
Sisal	47 – 78	7 – 11	70 – 24	10	0,6 – 1
Lin	71	2,2	18,6 – 20,6	2,3	–
Coton	94	–	–	1,2	1,2
Noix de coco	36 – 46	31 – 45	10	3 – 4	–
Genêt d'Espagne	44,5	18,5	16,3	13,3	4

I.7.4.1. La cellulose

La cellulose est un biopolymère linéaire de très haut degré de polymérisation supérieur à 1500, composé de millions de glucose C₆H₁₂O₆. Elle est constituée d'unités anhydroglucopyranose reliées par des liaisons β(1-4) glucosidiques. L'unité répétitive de la cellulose est le cellobiose (Figure 8) [15, 16].

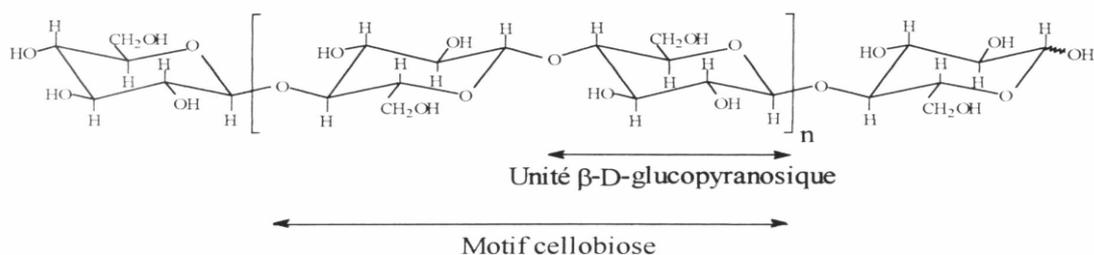


Figure I.7 : Structure moléculaire de la cellulose [17].

Bien que la structure chimique de la cellulose soit bien connue, sa structure à l'échelle tertiaire incluant sa structure cristalline et fibreuse, n'est pas complètement élucidée. Les macromolécules de la cellulose sont assemblées en microfibrilles dont l'enchevêtrement constitue la fibre. La chaîne de cellulose n'est pas plane et elle offre des possibilités de liaisons d'une part, intra-chaînes entre maillons successifs et d'autre part, inter-chaînes tout au long du biopolymère. Elle se trouve dans les proportions de 40 à 42% chez les résineux et de 35 à 40% chez les feuillus [15].

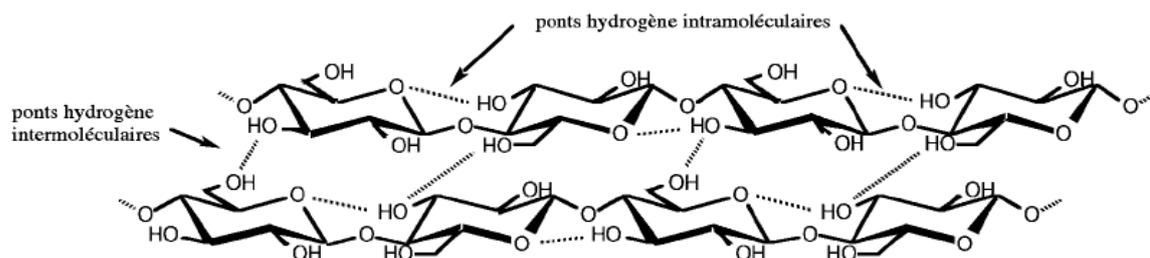


Figure I.8 : Pont hydrogène intramoléculaire et intermoléculaire entre deux macromolécules adjacentes de cellulose [2].

I.7.4.2. L'hémicellulose

Les hémicelluloses sont des copolymères de pentoses hexoses, acides uroniques et désoxyés. Elles diffèrent de la cellulose par des chaînes moléculaires beaucoup plus courtes et des ramifications sur la chaîne principale composée d'un au plusieurs types d'unité [17].

Il existe une grande variété d'hémicelluloses comme les xylanes, les glucomannanes mais la classe la mieux étudiée correspond aux xyloglucanes. Ils sont constitués d'une chaîne de glucose $\beta(1-4)$ et de courtes chaînes latérales de xylose, galactose et fructose, les hémicelluloses représentent 20 à 25% chez les résineux et 30 à 35% chez les feuillus [15].

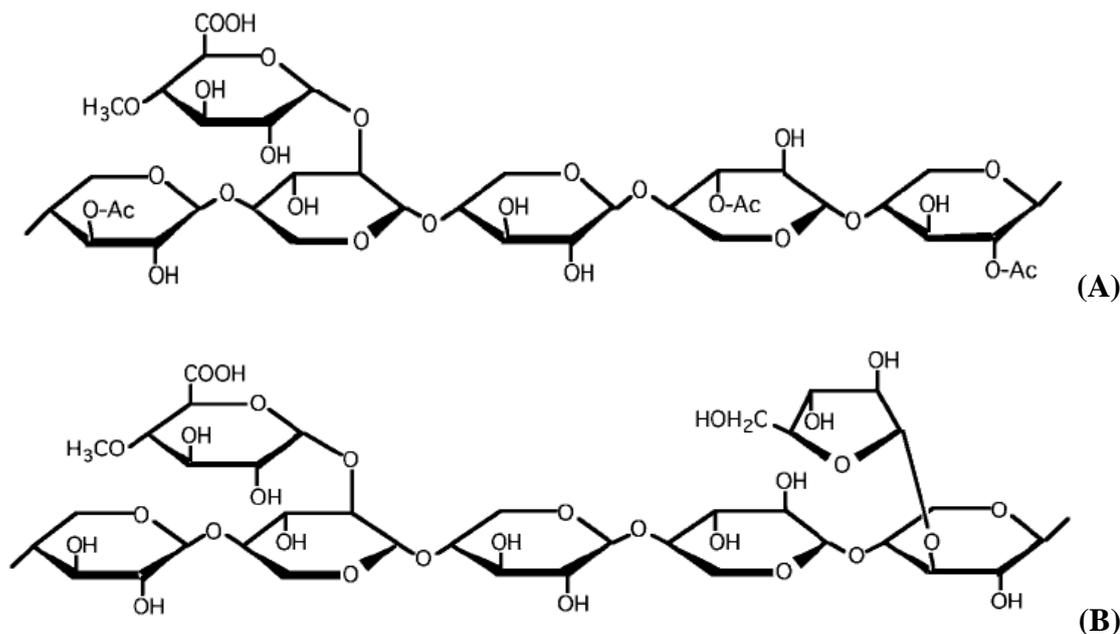


Figure I.9 : Structure chimique partielle de deux hémicelluloses : (A) O-acétyl-4-O-méthylglucuronoxylane de feuillus et (B) Arabino-4-O-méthylglucuronoxylane de résineux [2].

I.7.4.3. La lignine

La lignine est un polymère tridimensionnel, aromatique, structuré à partir de 3 unités parahydroxyphényle, guaiacyle et syringyle (Figure I.10). C'est la fraction non saccharidique la plus abondante et la plus importante après la cellulose. Elle accroît les propriétés de résistance mécanique du bois. La lignine a originellement dans le bois une couleur blanche. Une fois extraite, sa couleur devient jaune pâle allant jusqu'au brun foncé. Elle constitue entre 26 à 32% de la masse sèche des bois résineux et entre 20 à 25% de la masse sèche des bois feuillus [15].

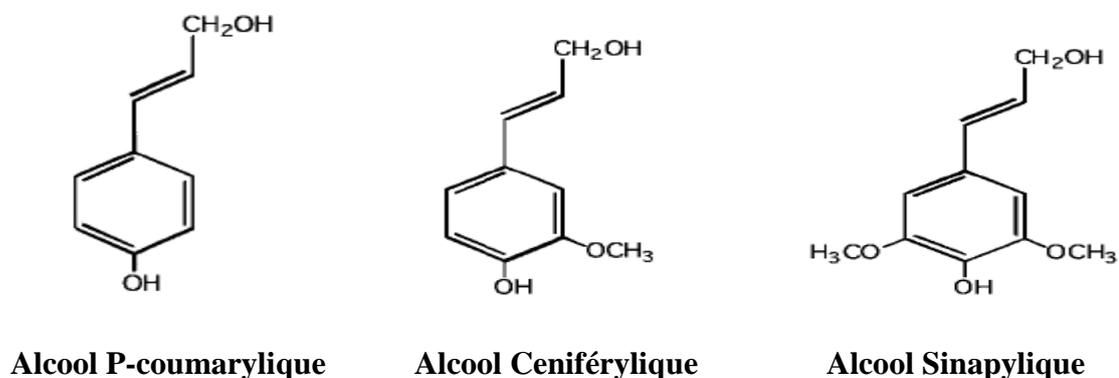


Figure I.10 : Précurseurs de la biosynthèse de la lignine [2].

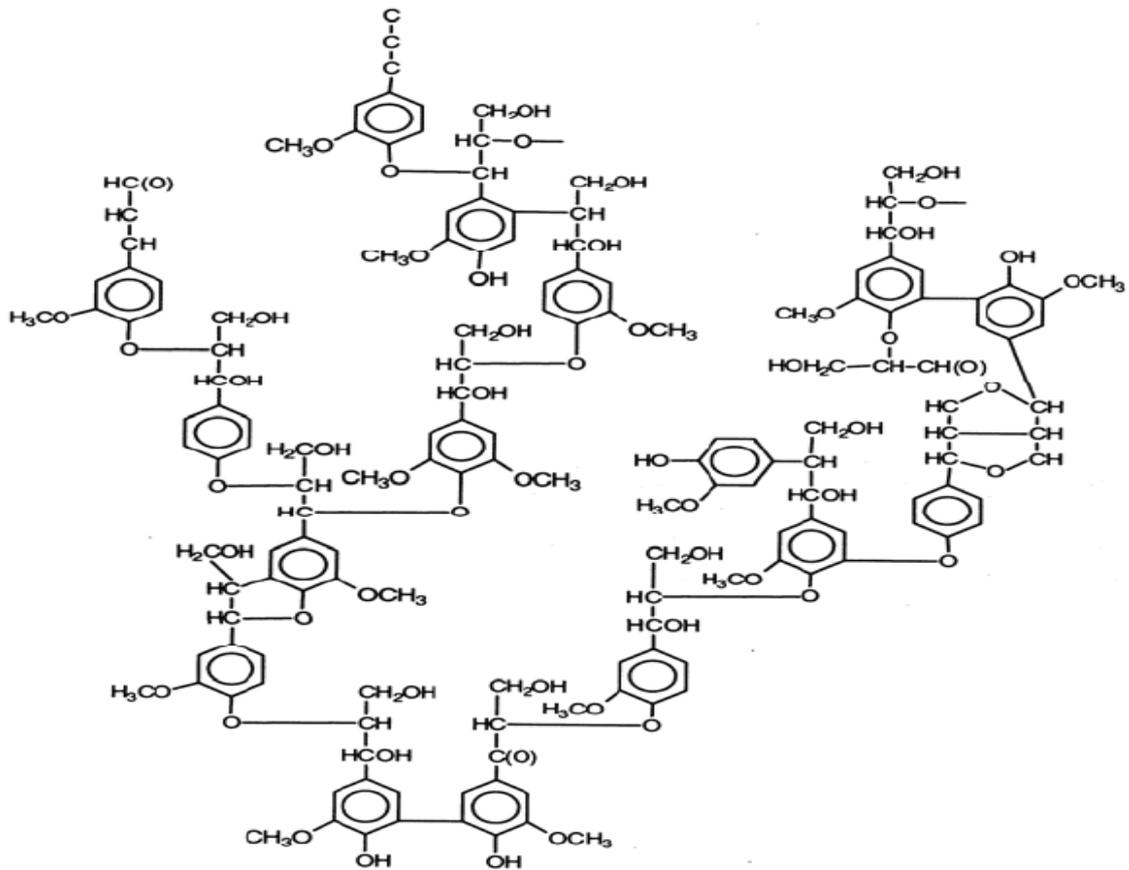


Figure I.11 : Exemple générique de la macromoléculaire lignine [18].

I.8. Principaux avantages et limites d'utilisation des fibres végétales comme renfort des matériaux composites

Si la production des matériaux composites trouve de plus en plus place dans l'industrie. C'est parce que les fibres végétales utilisée présente plusieurs avantages et peu d'inconvénients récapitulés dans le tableau suivant:

Tableau I.4: Principaux avantages et inconvénient des fibres végétales comme renfort des matériaux composites [12].

Avantages:	Inconvénients:
<ul style="list-style-type: none"> _ Faible coût _ Propriétés mécanique spécifiques importantes _ Biodégradabilité _ Non abrasif pour les outillages _ Neutre pour l'émission de CO₂ _ Demande peu d'énergie pour être produite _ Pas de résidus après incinération _ Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres _ Bonne isolation thermique et acoustique _ Ressource renouvelable _ Resistance à la corrosion comme les graisse, les solvants.... 	<ul style="list-style-type: none"> _ Absorption d'eau _ Faible stabilité dimensionnelle _ Biodégradabilité _ Faible tenue thermique (200 à 230 °C max) _ Fibres anisotropes _ Variation de qualité en fonction de lieu de croissance, des conditions météorologiques _ Renfort discontinu

I.9. Modification des fibres naturelles

La modification chimique des fibres naturelles revient en réalité à modifier la cellulose qui représente le constituant majoritaire dans ces fibres. La conformation spatiale de la cellulose contrôle ses propriétés physiques et chimiques. En effet, la région amorphe est beaucoup plus accessible à l'attaque des réactifs que la région cristalline. Le prétraitement de la cellulose de manière à rompre les liaisons hydrogène intra et intermoléculaires facilite sa modification chimique, car il rend libre les hydroxyles qui deviennent plus réactifs [12]. Les fibres de renfort peuvent être modifiées par des méthodes physiques ou chimiques.

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

Les méthodes chimiques : comprennent des traitements avec de la soude, du silane (alcoxyde de silicium fonctionnalisé), de l'acide acétique ou encore des molécules à base de benzoyl d'isocyanate, de trizine ou d'imidazolidinone,etc [7].

Des composés chimiques peuvent être greffés avec succès aux groupements hydroxyles des parois cellulaires de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine. L'acétylation est l'une des méthodes utilisées. Il s'agit de l'introduction d'un groupement hydroxyle dans des combinaisons contenant les groupements OH^- , SN^- , ou NH_2 . Dans certains cas, l'acétylation est accélérée par l'utilisation de catalyseurs.

Donc, le remplacement des groupements hydroxyles par des groupements acétyles dans les parois cellulaires permet de réduire l'hydrophilie. Plus la teneur en groupements hydroxyles est importante, plus le taux d'humidité à l'équilibre diminue [3, 18].

I.9.1. Traitement à la soude

Sous l'effet agent gonflant, la surface active de la cellulose augmente conduisant à une augmentation de la disponibilité des groupements hydroxyles et à plus d'accessibilité aux solvants. Les traitements chimiques utilisés incluent souvent des solvants aqueux et non-aqueux, comme par exemple la mercerisation ou traitement à la soude.

La technique de mercer rendait les fibres plus solide et plus réceptif aux teintures, et il présente plusieurs d'autres avantages comme : capacité augmentée d'absorption des colorants, accessibilité chimique augmentée, résistance mécanique améliorée, allongement augmenté. Pour cela, la mercerisation est devenue un procédé fiable pour les textiles.

Pendant la mercerisation, les solutions aqueuses d'hydroxyde de sodium NaOH agissent sur la structure de la cellulose en changeant cristalline de cellulose I en cellulose II, ce changement est due aux gonflements des fibres au cours de traitement. Quand ceci est effectué, il en résulte une variation de la longueur des fibres ainsi que de propriétés d'absorption. Un autre effet est la diminution des liaisons hydrogènes entre la cellulose, l'hémicellulose et la lignine, et elle supprime les autres constituants des fibres.

Le lumen des fibres est rempli près que entièrement avec de la soude, ce qui fait que la fibre devient parfaitement cylindrique donnant ainsi une texture plus douce et aussi rétrécir, et c'est l'inconvénient de ce traitement qui nécessite d'appliquer un lavage plus contrôlé afin d'éliminer la soude [12, 19].

I.10. Fibre de Diss

Le Diss (*Ampelodesmos Mauritanicus*, famille des poacées) est une herbe très répandue dans l'Afrique-de-Nord méditerranéenne et les régions sèches de la Grèce à l'Espagne. En France, on trouve dans les départements des Alpes-Maritimes, du Var, de la

Corse-du-Sud et de l'Hérault. Cette herbe est utilisée dans la réalisation des habitations anciennes de ces régions en raison de ses qualités mécaniques et hydriques [14, 20].



Figure I.12 : Herbe de Diss [14].

Chapitre II

Méthodologies expérimentales

II.1. Introduction

Ce chapitre sera consacré à la présentation des différents matériaux utilisés pour l'élaboration des composites à savoir la charge, la matrice utilisée ainsi que les caractéristiques de chacune d'elle. Le procédé utilisé pour la préparation des composites ainsi que les différentes techniques de caractérisations de ces derniers sont annoncés.

II.2. Présentation des produits utilisés

II.2.1. Polychlorure de vinyle (PVC)

Le polychlorure de vinyle utilisé est de type SE-1200. Procuré au niveau de l'entreprise CABEL Algérie.

Tableau II.1 : Les propriétés du polychlorure de vinyle (PVC).

Propriétés	Caractéristiques	Valeur nominale
Aspect	Poudre blanche	–
Propriétés Physiques	Densité	1,35
Propriétés Mécaniques	Contrainte à la rupture	10 MPa
	Allongement à la rupture	200 %
Propriétés Thermiques	Température de fusion	140 °C

II.2.2. Le Diss

La charge naturelle utilisée dans notre étude est extraite des tiges de diss provenant de la région de M'Sila exactement.

II.2.2.1. Préparation de la charge non traitée

Cette charge a subi plusieurs prétraitements :

- Découpage à une longueur de 7.5 cm à l'aide des ciseaux.
- Lavage des tiges avec l'eau distillée plusieurs fois pour éliminer le sable et les salissures.
- Séchage à l'air libre pendant 2h, puis dans une étuve à une température égale à 50°C pendant 12h.
- Découpage à une longueur inférieure à 3.5 cm à l'aide des ciseaux.

- Broyage à l'aide d'un broyeur électrique (moulin à café).
- Tamisage à l'aide d'un tamis pour avoir une poudre fine d'un diamètre de 0,1cm.

II.2.2.2. Préparation de la charge traitée

- Découpage à une longueur de 7.5 cm à l'aide des ciseaux.
- Immersion des tiges de diss dans une solution de soude à une concentration égale à 5% en masse pendant 35 min.
- Lavage des tiges plusieurs fois avec l'eau distillée jusqu'à PH neutre.
- Séchage de la charge à l'aire libre pendant 2h, puis dans une étuve à une température égale à 70°C pendant 12h.
- Découpage à une longueur inférieur à 3.5 cm à l'aide des ciseaux.
- Broyage à l'aide d'un broyeur électrique (moulin à café).
- Tamisage à l'aide d'un tamis pour avoir une poudre fine d'un diamètre de 0,1cm.

II.3. Caractérisation de la charge Diss

II.3.1. La densité des fibres végétales

Pour la détermination de la masse volumique, on a utilisé la méthode pycnométrique où la masse volumique est calculée par la relation (1).

$$\rho = \frac{\rho(m_1 - m_0)}{(m_3 - m_0) - (m_2 - m_1)} \quad (1)$$

Avec :

ρ : masse volumique de l'eau (1 g /cm³)

m_0 : masse du pycnomètre de 25 ml vide (g)

m_1 : masse du pycnomètre contenant 1 gramme de la fibre diss (g)

m_2 : masse du pycnomètre contenant 1 gramme de la fibre diss et rempli jusqu'au trait de jauge par l'acétone (g)

m_3 : masse du pycnomètre rempli seulement avec l'acétone jusqu'au trait de jauge (g)

II.3.2. Caractérisation par spectrométrie IR

La caractérisation par spectrométrie infrarouge (IR) a été réalisée à l'aide d'un spectrophotomètre de marque BRUKER TENSOR 27. Les fibres ont été broyées en suite caractérisées par IR entre 500 et 4000 cm^{-1} avec un facteur de résolution de 4 cm^{-1} .

La spectroscopie IR est l'une des méthodes les plus efficaces pour l'identification des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs propriétés vibrationnelles. Cette analyse est capable de révéler les principales différences entre les fibres traitées et non traitées, et alors de fournir des informations sur l'efficacité de la modification chimique.

II.4. Préparation des composites

Les composites PVC/Diss à différents pourcentages ont été préparés par un procédé de mélange par compression à chaud. Initialement le Diss et le PVC sont mélangés dans un Mortier jusqu'à homogénéisation de la poudre et obtenir le composite PVC/Diss. Ce dernier est mise en forme de pastilles de 12 à 13mm de diamètre et d'épaisseur variable par pressage uniaxial sous une pression 20 kN durant une minute dans un moule en acier sous forme de disque, puis le mètre dans l'étuve à une température de 160°C et 180°C pendant 15 min.

Tableau II.2 : La composition massique des différentes formulations :

Composants	Formulations (%massique)		
	PVC0	PVC20	PVC20T
PVC	100	80	80
Charge non traitée	-	20	-
Charge traitée	-	-	20

II.5. La densité des composites

Pour la détermination de la densité des composites, on a utilisé la méthode d'Arthur où la densité est calculée par la relation suivante :

$$\rho = \frac{m_1}{m_1 - m_2} \quad (2)$$

Avec :

m_1 : la masse de la pastille sèche ;

m_2 : la masse de la pastille émergée dans l'eau.

II.6. Caractérisations morphologiques par microscope électronique à balayage (MEB)

Le Microscopie Electronique à Balayage (MEB) ou Scanning Electron Microscopy (SEM), est parmi les techniques de caractérisation texturale la plus répandue. Il permet des observations superficielles avec une résolution de quelques nanomètres et une profondeur de champ très importante. Son principe consiste à l'interaction électrons-matière : un canon à électrons bombarde le matériau à observer et celui-ci réagit en réémettant des signaux récapitulés. Ces signaux sont captés par différents détecteurs et peuvent être interprétés pour l'obtention d'une image ou l'analyse chimique. Les électrons rétrodiffusés et les électrons secondaires sont utilisés en imagerie. Le microscope utilisé au laboratoire est un modèle Philips ESEM XL30.

II.7. Mesure des propriétés diélectriques

Les mesures des propriétés diélectriques ont été effectuées à l'aide d'un impédancemètre HP Agilent 4284 A.

Afin d'assurer un meilleur contact avec les électrodes de l'appareil de mesure, les pastilles sont métallisées avec une couche fine de laque d'argent sur les deux faces pour constituer les deux armatures d'un condensateur plan.

Les tests diélectriques consistent à étudier les propriétés diélectriques des composites telles que: la constante diélectrique, les pertes diélectriques, la conductivité diélectrique et la résistance d'isolement.

II.7.1. La constante diélectrique (Permittivité relative)

La permittivité est une caractérisation importante d'un diélectrique. Elle permet le choix des matériaux.

La constante diélectrique peut être décrite en exprimant la constante diélectrique relative comme une quantité complexe composée d'une partie réelle et une partie imaginaire [21].

$$\epsilon_r^* = \epsilon' + j\epsilon'' \quad (3)$$

Avec :

ϵ_r^* : La permittivité relative ;

ϵ' : La partie réelle de la constante diélectrique;

ϵ'' : La partie imaginaire de la constante diélectrique. Elle signifie la quantité d'énergie stockée dans un matériau diélectrique en tant que polarisation et l'énergie dissipée sous l'application d'un champ électrique respectivement.

Afin de déterminer l'effet de la structure, la composition et la barrière de potentiel intergranulaire sur les propriétés électriques des matériaux, la partie réelle de la constante diélectrique est calculée par la relation suivante [21] :

$$\epsilon' = \frac{c_p \times e}{\epsilon_0 \times s} \quad (4)$$

Avec :

ϵ_0 : La permittivité du vide ($8,854 \times 10^{-12} \text{F/m}$) ;

c_p : La capacité de l'échantillon (F) ;

e : l'épaisseur de la pastille (m) ;

s : la surface de la pastille en (m^2).

La partie imaginaire de la constante diélectrique est calculée comme suit :

$$\epsilon'' = \epsilon' \cdot \tan \delta \quad (5)$$

II.7.2. Les pertes diélectriques

Tout matériau soumis à un champ électrique alternatif est traversé par le courant de conduction et d'absorption qui donne lieu à des pertes diélectriques ou la tangente des pertes ($\tan \delta$) qui est représentée comme l'énergie dissipée dans un système diélectrique. Les pertes diélectriques surviennent quand la polarisation traîne derrière le champ alternatif appliqué à cause des impuretés et des imperfections dans le réseau cristallin. La densité de matériau joue également un rôle important dans la variation de la constante diélectrique. La porosité élevée et la faible densité résultant d'une faible constante diélectrique et de faibles pertes diélectriques.

La tangente des pertes est exprimée comme le rapport de la partie imaginaire de la constante diélectrique sur la partie réelle, est égale aussi à celui de la partie réelle (Z') de l'impédance sur la partie imaginaire (Z''). [21, 22]

$$\tan \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} = \frac{Z'}{Z''} \quad (6)$$

Avec :

Z' : La partie réelle de l'impédance ;

Z'' : La partie imaginaire de l'impédance.

II.7.3. La conductivité électrique

L'application d'un champ électrique macroscopique engendre par conséquent un courant de conduction ainsi qu'un courant de déplacement des charges liées dans le cas d'un champ électrique variable [23].

La conductivité à courant alternatif (σ_{ac}) d'un échantillon diélectrique peut être calculée en utilisant la relation suivante [24] :

$$\sigma_{ac} = \varepsilon' \cdot \varepsilon_0 \cdot \omega \cdot \tan\delta \quad (7)$$

Avec :

ε' : La permittivité relative ;

ε_0 : La permittivité du vide ($8,854 \times 10^{-12} \text{F/m}$) ;

ω : La fréquence angulaire $\omega = 2 \cdot \pi \cdot f$

$\tan\delta$: les pertes diélectriques.

II.7.4. La résistance d'isolement

La résistance d'isolement traduit les facultés du matériau à s'opposer au passage d'un courant continu. Pour un diélectrique parfait, la résistivité est infinie. Mais comme les propriétés de conduction d'un matériau sont régies par la structures de bande de celui-ci qui n'étant jamais infinie, en raison de la présence des défauts, les matériaux diélectriques parfaits n'existent pas.

Pour un matériau diélectrique (donc un isolant quasi-parfait) la valeur de la résistivité doit être supérieure à $10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$ [24].

$$R = \rho \cdot \frac{e}{s} \quad (8)$$

Avec :

R : résistance d'isolement (Ω) ;

ρ : la résistivité d'isolement ($\Omega \cdot \text{cm}$) ;

S : la surface de l'électrode (cm^2) ;

e : l'épaisseur du diélectrique (cm).

II.8. La spectroscopie d'impédance

La spectroscopie d'impédance permet de mesurer l'impédance électrique Z en fonction de la fréquence du signal d'entrée sur un grand choix de fréquence [25].

L'impédance peut être décrite comme une quantité composée d'une partie réelle (Z') et une partie imaginaire (Z'').

$$Z' = R_s \quad (9)$$

$$Z'' = \frac{R_s}{\tan\delta} \quad (10)$$

Avec :

Z' : La partie réelle de l'impédance Z (Ω) ;

Z'' : La partie imaginaire de l'impédance Z (Ω) ;

Tan δ : les pertes diélectriques ;

R_s : Résistance en série (Ω).

Chapitre III

Résultats et discussions

III.1. Introduction

Ce dernier chapitre est consacré à la représentation, la discussion et l'interprétation des résultats expérimentaux obtenus avec le système constitué du PVC comme matrice et de Diss comme renfort. Nous analysons aussi certaines propriétés d'usage des matériaux composites préparés : propriétés physiques, morphologiques, diélectriques et l'impédances.

III.2. Caractérisation de la fibre de Diss

III.2.1. La densité

La densité (d) est l'une des propriétés les plus intéressantes pour l'élaboration des composites.

Les fibres végétales sont caractérisées par leur faible densité par rapport aux fibres de verre. Elle est de l'ordre de 2,54 ce qui est obtenue par P.Davies et al [26].

Tableau III.1 : La densité de la charge de Diss traitée et non traitée.

Densité de Diss par la méthode de pycnomètre :	
La charge non traitée (DNT)	$1,42 \pm 0,01$
La charge traitée (DT)	$1,39 \pm 0,01$

Les densités des fibres de Diss sont mesurées par pycnomètre. Le tableau III.1 rassemble les différents résultats obtenus. La densité apparente des fibres de diss et de l'ordre de $1,42 \pm 0,01$. Par contre, pour un traitement à la soude de (5%), elle est de l'ordre de $1,39 \pm 0,01$ qui est inférieure à celles des fibres végétales. A titre indicatif, la densité des fibres de lin est de 1,53 d'après C.Baley et al [27].

Cette diminution presque de 3% est dûe probablement à l'extraction de produits solubles de la fibre par la soude, ce qui favorise l'augmentation du nombre de pores présent dans la fibre végétale [3].



Figure III.1: La charge de Diss ; (a) non traitée, (b) traitée avec la soude 5%.

III.2.2. Caractérisation par spectroscopie infrarouge (IR)

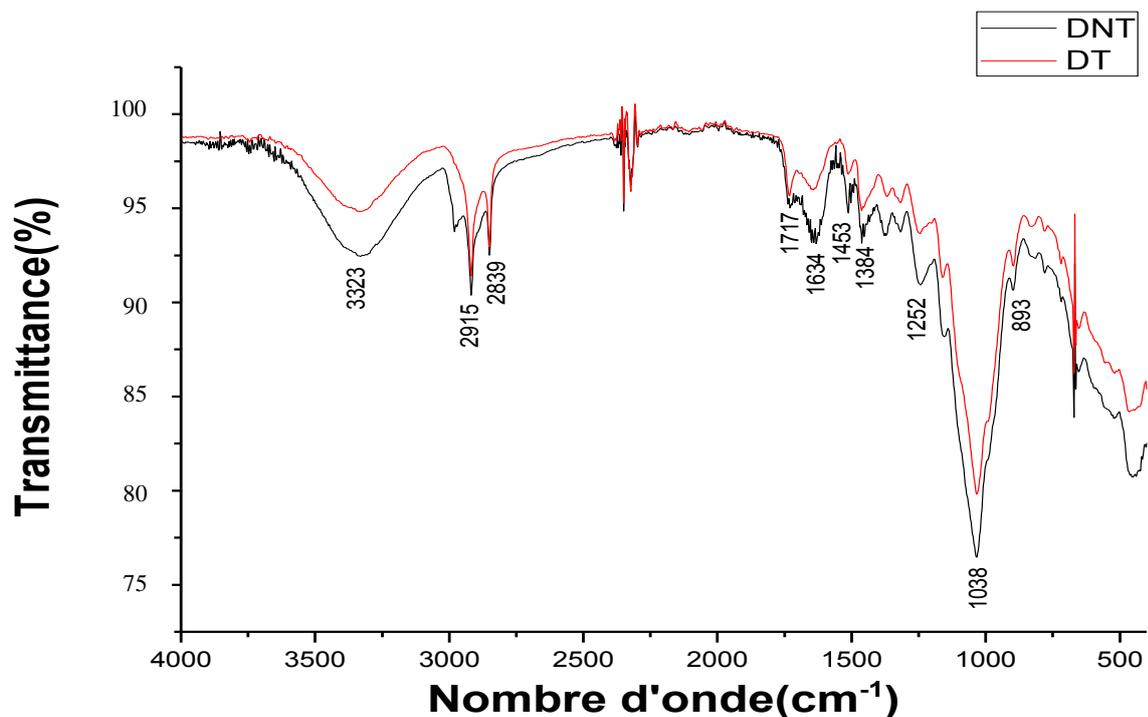


Figure III.2 : Spectre(IR) de la fibre Diss traitée (DT) et non traitée (DNT).

La figure III.2 illustre la superposition des spectres infrarouge qui sont réalisés pour étudier l'influence du traitement alcalin sur la structure des fibres de Diss. Les spectres IR ont été enregistrés en phase solide de la région allant de 500 cm^{-1} à 4000 cm^{-1} pour les fibres de Diss vierges et traitées. Une nette diminution de l'intensité des bandes caractéristiques est observée dans la DT, ce qui indique que des modifications importantes ont lieu.

D'après Meireles et al [28], le traitement alcalin engendre la diminution de la quantité de lignine contenue dans la fibre de diss. Ces auteurs estiment que l'avancement de la réaction se traduit par la diminution de quelques bandes d'adsorption. Par la suite, il favorise l'ionisation du groupe hydroxyle OH^- selon la réaction [29] :



On observe une large bande à 3323 cm^{-1} , qui est dûe principalement aux groupements OH caractéristiques des polysaccharides. Les bandes à 2915 cm^{-1} et 2839 cm^{-1} correspondent successivement aux liaisons C-H présent dans les polysaccharides et aux graisses. Des groupements carbonyles C=O qui correspondent à la bande 1717 cm^{-1} traduisent l'existence de l'acétyle et les acides carboxyliques et /ou des esters des xylanes présents dans les lignines et l'hémicelluloses. On note aussi la présence d'une bande à 1634 cm^{-1} . Cette dernière correspond à l'eau absorbée. La bande 1453 cm^{-1} est signe de l'existence des pectines, de lignine et de l'hémicellulose. Les bandes 1384 cm^{-1} et 1252 cm^{-1} sont dûes aux vibrations d'élongation $\nu(\text{C-O})$ des groupements méthoxy de la lignine. La grande bande à 1038 cm^{-1} est attribuée aux vibrations des liaisons C-O et C-O-C. L'apparition de la vibration de déformation $\delta(\text{C-H})$ de noyau aromatique de la lignine est observée à 893 cm^{-1} , tandis que les autres longueurs d'onde correspondent à la cellulose, d'après la table des principales bandes infrarouges observées dans les polysaccharides [14].

III.2.3. Analyse morphologique par microscopie électronique à balayage (MEB)

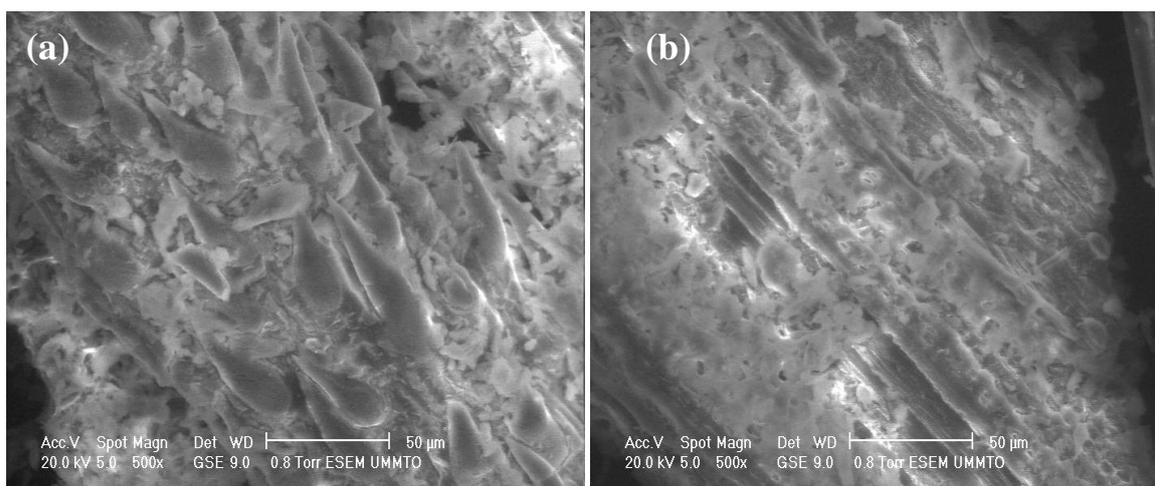


Figure III.3: Observation au MEB des fibres de Diss; (a) Fibres non traitées, (b) Fibres traitées avec la soude.

La figure III.3 illustre les photos MEB des fibres non traitées et traitées. Les changements morphologiques des fibres peuvent être observés par microscopie électronique à balayage sur des fibres non traitées et traitées dans la solution de soude à température ambiante.

On peut constater que les fibres non traitées présentent beaucoup plus de matières en surface et leur contour n'est pas lisse. La surface des fibres brutes est recouverte par les graisses, les cires ou encore des polysaccharides tels que les lignines, hémicelluloses et donc elle est rugueuse. Les fibres traitées ont un diamètre inférieur par rapport aux fibres non traitées. Elles présentent une surface un peu plus lisse, qui est due à l'élimination des grandes quantités des polysaccharides, et la dissolution partielle des parties amorphes des fibres. Cela a été aussi confirmé par P.J.Herrera-Franco et al [30].

III.3. Caractérisation des composites PVC/Diss

III.3.1. La densité

Tableau III.2 : La densité des composites PVC/Diss.

La densité des composites PVC/ Diss par la méthode d'Arthur :	
PVC pur :	1,39 ± 0,09
PVC20 :	1,40 ± 0,09
PVC20T :	1,37 ± 0,09

La densité apparente des composites PVC/Diss est inférieure à celle de la densité de la charge de Diss seul. Cette différence peut être expliquée par le taux de cellulose qui permet d'augmenter la rigidité des composites, étant donné que la cellulose a fortement tendance à former des liaisons hydrogène, qui sont responsables de la nature rigide de la structure d'après M.Merzoud et al [20].

La densité de PVC20T est inférieure à celle de PVC 20 à cause de traitement alcalin, qui a augmenté les pores de la charge, donc une bonne adhésion entre la fibre et la matrice polymère ce qui est aussi en bon accord avec les images de MEB.



Figure III.4 : Les composites : (a) PVC pur, (b) PVC20, (c) PVC 20T.

III-3-2 : Caractérisation par spectroscopie infrarouge (IR)

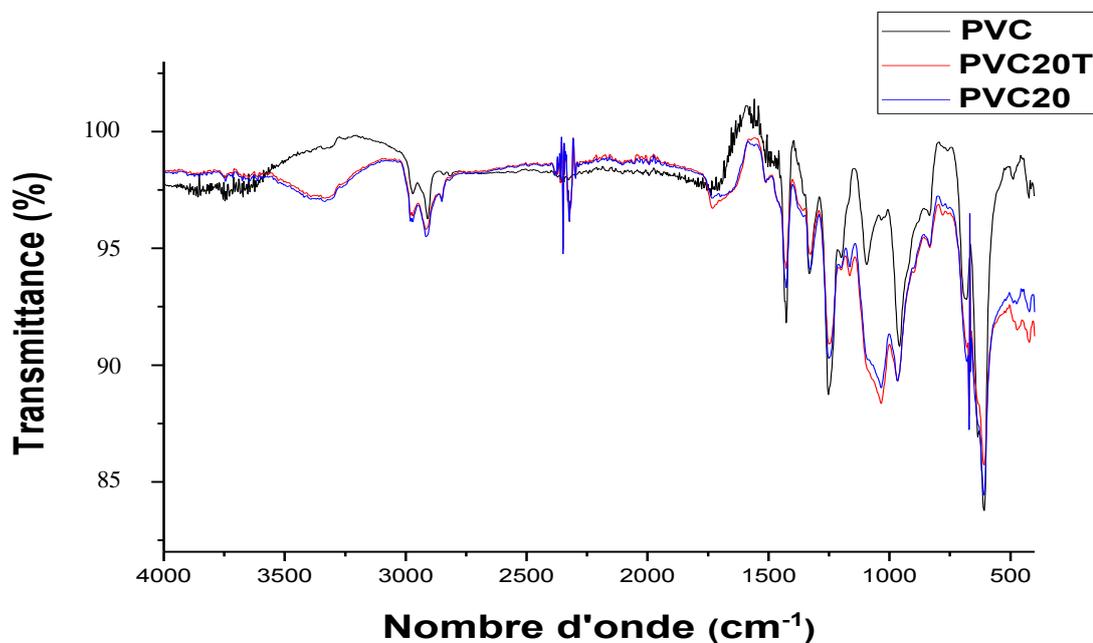


Figure III.5 : Spectre infrarouge de PVC, PVC20T, PVC20.

La figure III.5 montre la correspondance de spectre infrarouge de la matrice PVC vierge et des composites PVC20 et PVC20T. On remarque, sur les spectres des composites l'apparition des bandes d'adsorption des régions $[3100-2700 \text{ cm}^{-1}]$ et $[1800-1650 \text{ cm}^{-1}]$, qui correspondent respectivement, aux vibrations d'élongation des groupements hydroxyles de Diss et des cycles aromatiques de la lignine.

III.3.3. Caractérisation morphologiques par microscopie électronique à balayage (MEB)

a) Effet de la charge

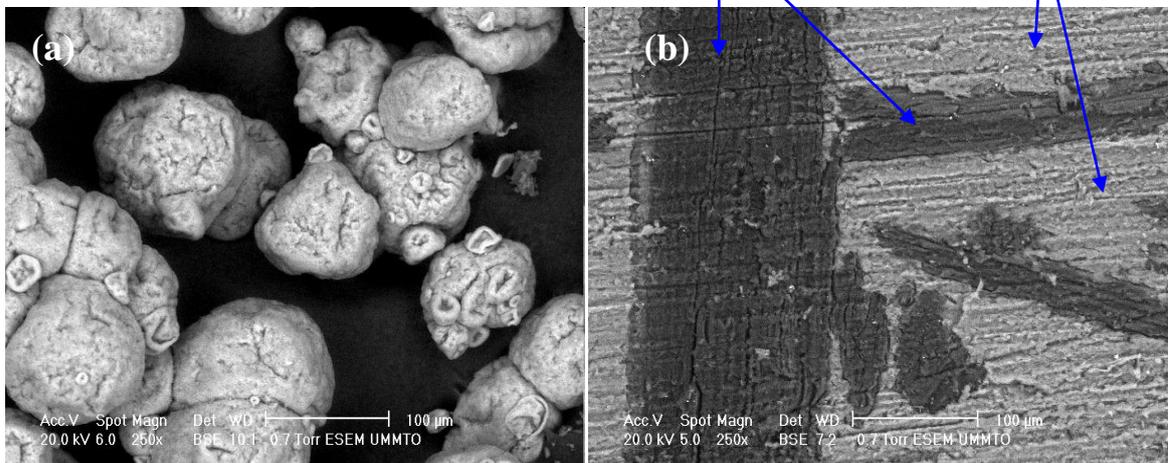


Figure III.6 : Images au microscope électronique à balayage des composites ; (a) PVC pur, (b) PVC20.

Afin d'évaluer la dispersion des fibres de Diss dans le PVC, nous avons analysé la structure des composites PVC/Diss à l'aide d'un microscope électronique à balayage.

La photo MEB de surface du PVC vierge (a), montre un état de surface homogène. Le composite à base de fibre non traitée, photon (b), indique clairement que l'adhésion entre les fibres lignocellulosiques et la matrice polymère est faible. Ceci est mis en évidence par l'absence de tout contact physique entre les deux composants.

La faible polarité de la matrice thermoplastique et l'énergie de surface élevée des fibres cellulosiques sont responsables du manque de compatibilité et l'absence de contact entre la matrice et le renfort. Cela a été confirmé aussi par A.Sellami et al [31].

b) Effet de traitement chimique

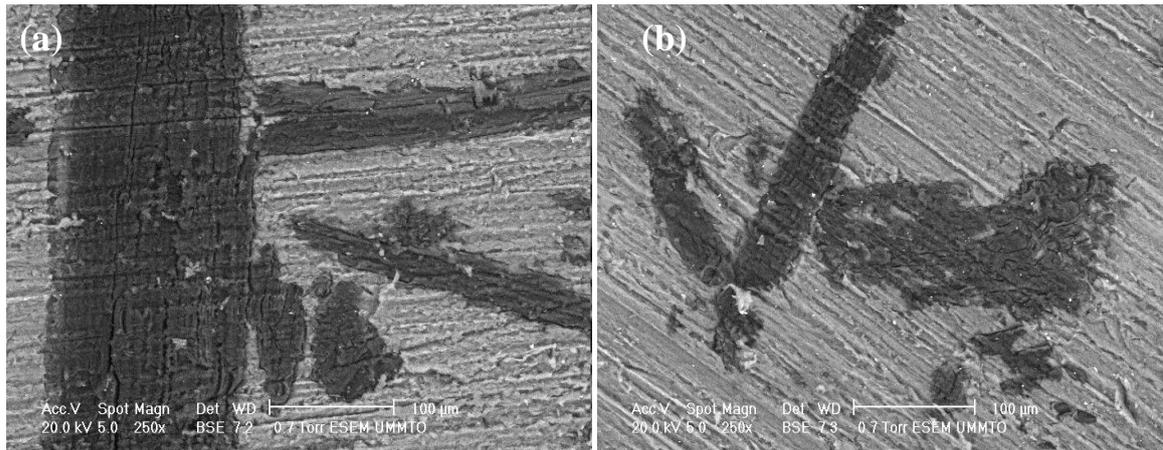


Figure III.7 : Image au microscope électronique à balayage des composites ; (a) PVC20, (b) PVC20T.

En ce qui concerne les composites à fibre de Diss traitée, image (b), les analyses par MEB ont montré que le traitement alcalin réduit le détachement de la matrice. De plus moins d'agrégats ont été formés. Ceci est dû à la bonne dispersion de la charge dans la matrice. La surface est devenue homogène, donc ce qui indique la bonne adhésion entre la fibre et la matrice polymère, ce qui est en bon accord avec les résultats obtenue par W.Laifa et al [32].

III.3.4. Propriétés diélectriques

III.3.4.1. La constante diélectrique (permittivité relative)

a) Effet de la fréquence

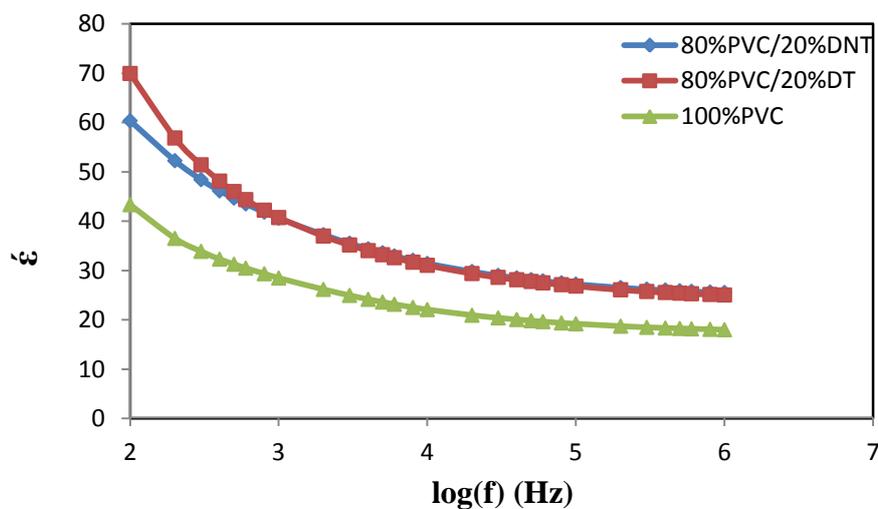


Figure III.8 : La variation de la constante diélectrique en fonction de $\log(f)$ à température ambiante.

La figure III.8 donne la variation de la constante diélectrique de tous les échantillons en fonction de la fréquence de champ électrique appliqué dans l'intervalle de 10^2 Hz à 1MHz à température ambiante. On observe de cette courbe que la constante diélectrique diminue à mesure que la fréquence appliquée augmente pour tous les échantillons. On remarque aussi une décroissance rapide de la constante diélectrique aux basses fréquences et devient lente à des fréquences plus élevées et atteint finalement un comportement indépendant de la fréquence. Cette tendance a été expliquée par Chen et al [33], comme une augmentation du moment dipolaire des composites due à la présence de groupements polaires dans la fibre cellulosique.

Le traitement alcalin a conduit à la diminution de la capacité d'absorption d'eau de la fibre cellulosique. Shinoj et al ont procédé à la modification de la fibre de palmier par un traitement alcalin. Ces auteurs ont constaté une légère variation de la constante diélectrique. Dans l'état brut, les groupements hydroxyles de la fibre cellulosique sont relativement non réactifs car ils forment de fortes liaisons hydrogène [34].

Le traitement alcalin a fourni une grande spécificité et donne une meilleure tenue mécanique entre la fibre et la matrice réduisant ainsi l'absorption d'eau. Ceci a pour conséquence la réduction de la permittivité des composites.

b) Effet de la température à fréquence constante (1kHz)

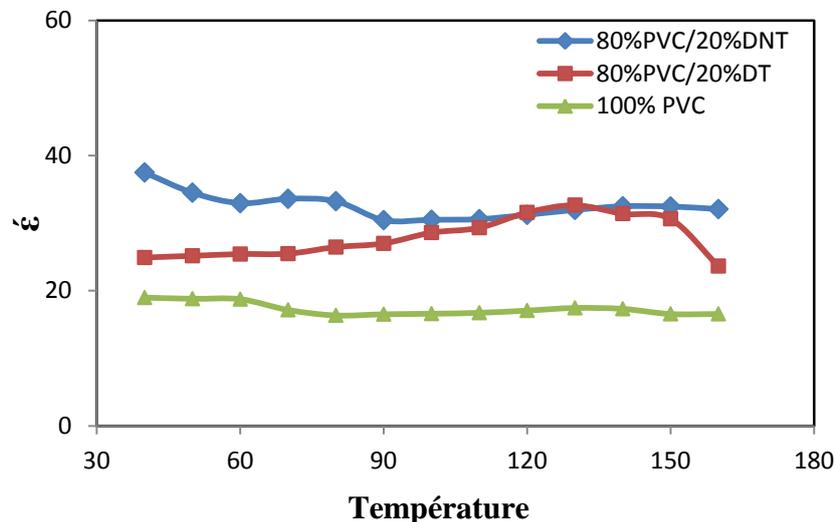


Figure III.9 : La variation de la constante diélectrique en fonction de la température à 1kHz.

La figure III.9 donne la variation de la constante diélectrique en fonction de la température de tous les échantillons à fréquence constante (1kHz). Une faible relaxation

diélectrique est clairement observée, ce qui donne un pic de la permittivité relative diélectrique à basses température.

Aux températures plus élevées, la permittivité diélectrique montre un comportement un peu complexe qui est dû probablement à l'influence de la conductivité et la polarisation des échantillons.

La permittivité diélectrique obtenue dans cette étude pourrait être attribuée à la localisation des porteurs de charge d'après Ramesh et al [35].

c) Effet de la température à différentes fréquences

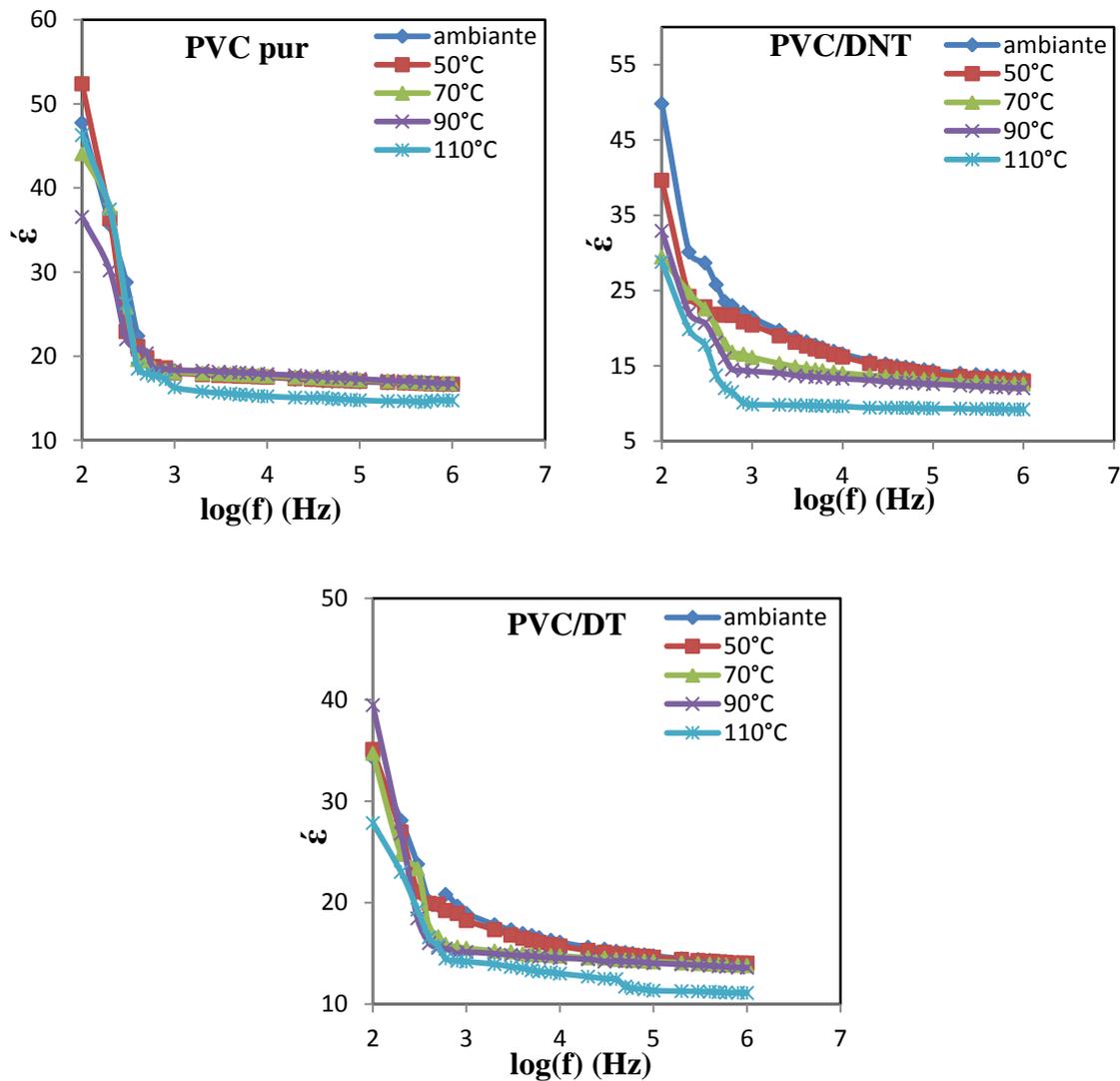


Figure III.10 : La variation de la constante diélectrique en fonction de $\log(f)$ à différentes températures.

La figure III.10 donne la variation de la constante diélectrique en fonction de la fréquence pour tous les échantillons à différentes températures. On observe de cette courbe

que la constante diélectrique diminue à mesure que la fréquence et la température appliquée augmente pour tous les échantillons, la décroissance est rapide aux basses fréquences et devient lente à des fréquences plus élevées.

Pour les basses fréquences, la permittivité relative ϵ' diminue avec l'augmentation de la température. Cette diminution peut être attribuée à la polarisation des dipôles d'eau liée aux fibres lignocellulosiques par formation d'une couche monomoléculaire enveloppant la surface externe des fibres par l'absorption des molécules d'eau [36]. Ces dernières sont liées aux groupes d'hydroxyles de la fibre de cellulose et ne pourraient pas être enlevées par un traitement thermique simple [37, 38].

Ces relaxations n'ont pas totalement disparues après un traitement chimique des fibres cellulosiques. Cette diminution est associée aussi à la conductivité des composites à hautes températures [39].

III.3.4.2. Les pertes diélectriques

a) Effet de la fréquence

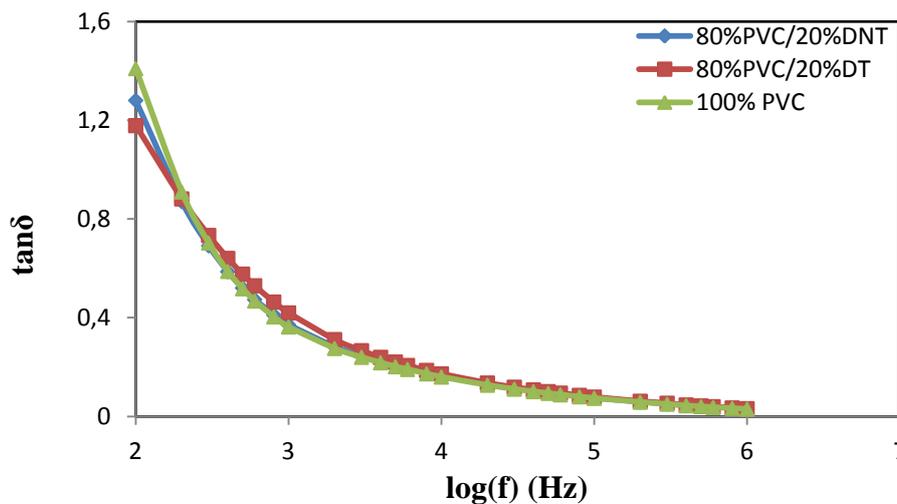


Figure III.11 : La variation des pertes diélectriques en fonction de $\log(f)$ à température ambiante.

La figure III.11 donne la variation des pertes diélectriques des tous les échantillons en fonction de la fréquence à température ambiante. On observe que les pertes diélectriques diminuent quand la fréquence appliquée augmente pour tous les échantillons. La décroissance est rapide aux basses fréquences et devient lente à des fréquences plus élevées.

Le facteur de pertes diélectriques est supérieur probablement à cause de traitement alcalin. Cette augmentation à une amélioration de l'adhésion interfaciale entre la matrice PVC et la fibre cellulosique, et l'élimination d'une partie des groupements OH de caractère polaire. Les fibres cellulosiques sont polaires, donc leur présence favorise l'augmentation de la polarité des composites qui traduit par une augmentation de la polarité interfaciale. Le mélange de PVC avec les fibres traitée forme un composite plus homogène que le mélange de PVC avec la charge non traitée, ce qui diminue les pertes diélectriques de ces composites d'après Karray et al [40].

b) Effet de la température à fréquence constante (1kHz)

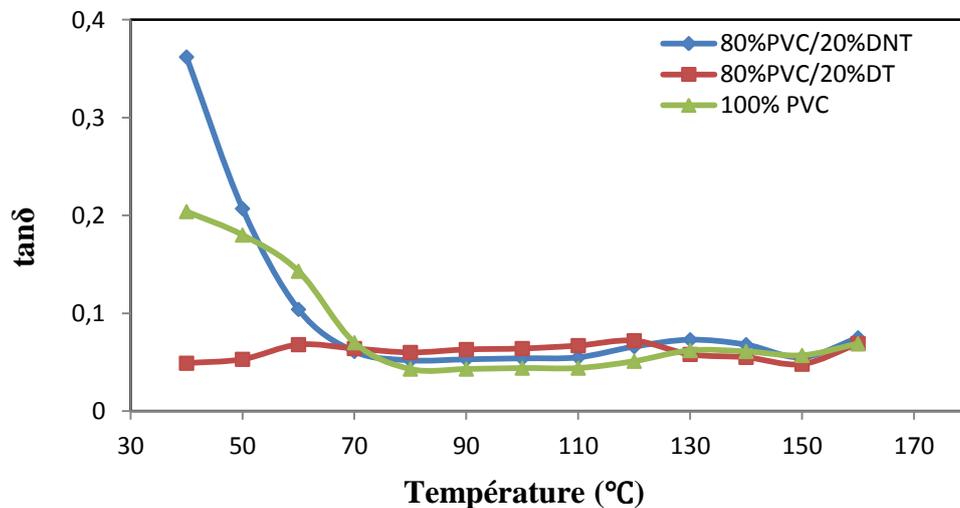


Figure III.12 : La variation des pertes diélectriques en fonction de la température à fréquence constante (1kHz).

La figure III.12 donne la variation des pertes diélectriques en fonction de la température de tous les échantillons à fréquence constante (1kHz). Les pertes diélectriques sont beaucoup plus élevées à température ambiante puis diminuent avec l'augmentation de la température qui est dûe à la relaxation diélectrique. Ce comportement à été obtenue par Ramesh et al [35].

c) Effet de la température à différentes fréquences

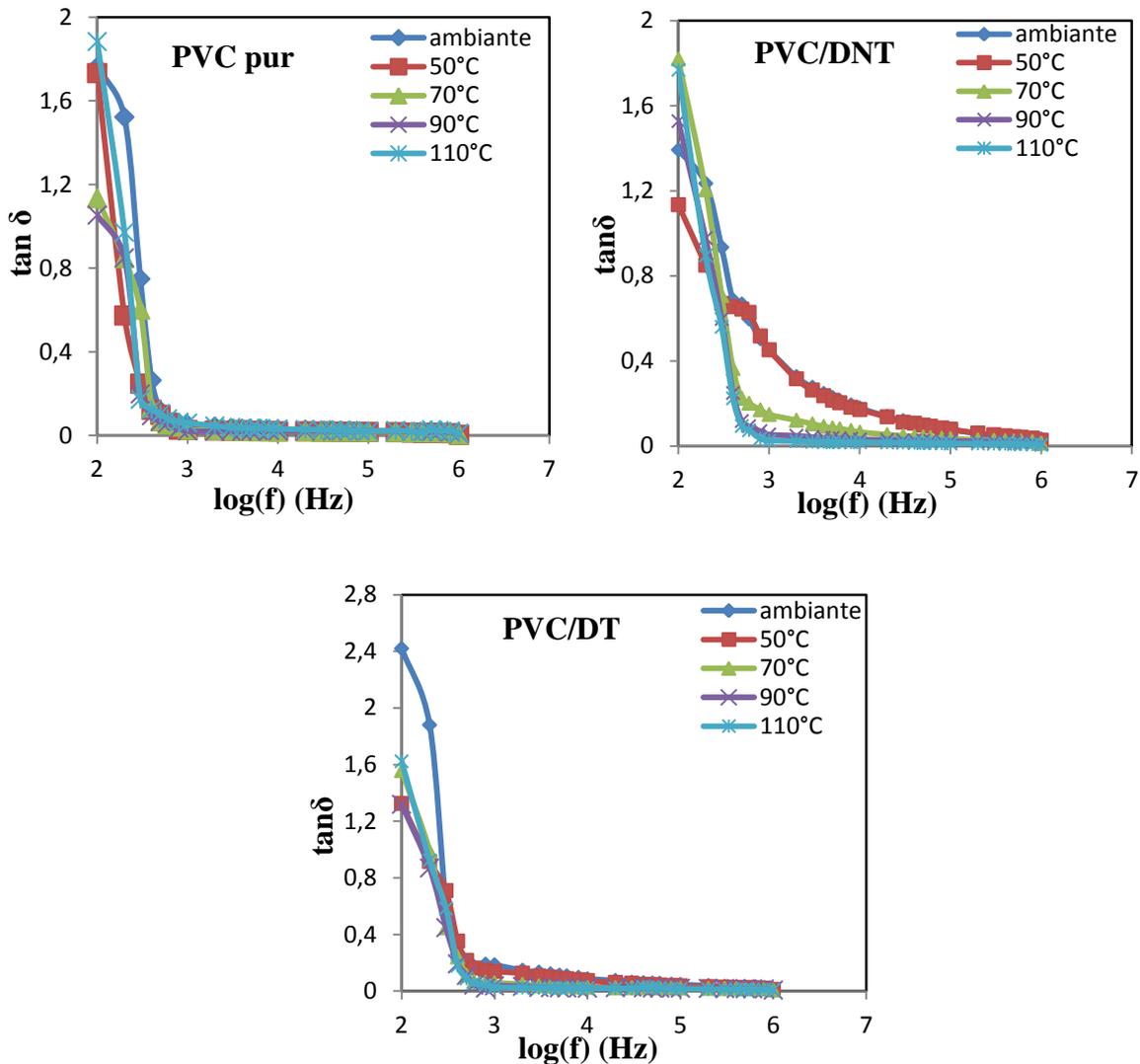


Figure III.13 : La variation des pertes diélectriques en fonction de $\log(f)$ à différentes températures.

La figure III.13 donne la variation des pertes diélectriques en fonction de la fréquence à différentes températures pour tous les échantillons. On observe que les pertes diélectriques diminuent à force que la fréquence et la température appliquée augmente pour tous les échantillons. La décroissance est rapide aux basses fréquences et devient lente à des fréquences plus élevée jusqu'à une valeur presque nulle.

Ces courbes révèlent la présence de relaxations diélectriques pour les basses températures que nous identifions aux polarisations des dipôles d'eau. Un comportement similaire a été observé dans le cas des composites époxydes à renforts de fibres d'Alfa traitées par le silane d'APS ou non traitées [41].

Un tel phénomène a été interprété par la réduction du caractère hydrophile des fibres cellulosiques par ce traitement chimique et par suite une augmentation du caractère hydrophobe de ces fibres [42]. Ce traitement chimique permet une amélioration de l'adhésion de ces fibres cellulosiques dans la matrice [36].

III.3.4.3. La conductivité électrique

a) Effet de la fréquence

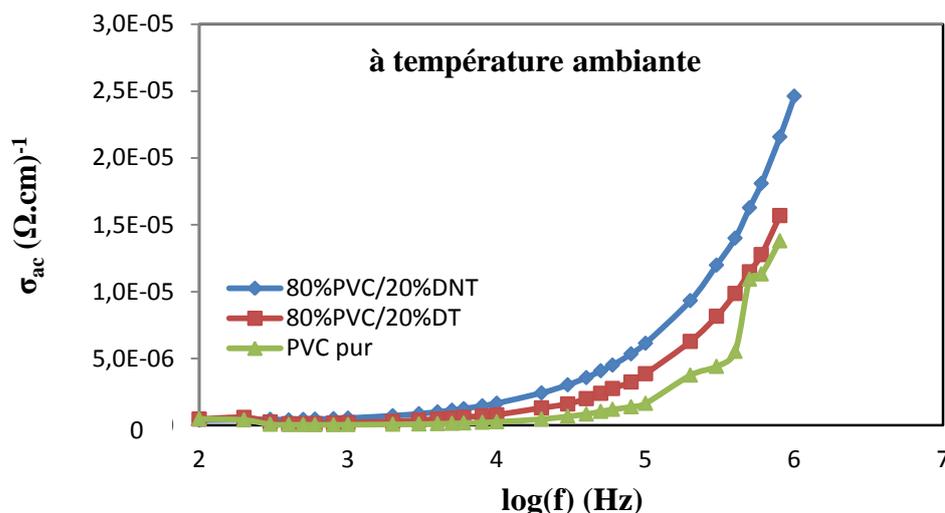


Figure III.14 : La variation de la conductivité en fonction de $\log(f)$ à température ambiante.

La variation de la conductivité à courant alternatif (σ_{ac}) de tous les échantillons en fonction de la fréquence à température ambiante est illustrée dans la figure III.14. La conductivité à courant alternatif augmente progressivement avec l'augmentation de la fréquence du champ alternatif appliqué dans le cas de tous les échantillons. Ceci s'exprime du fait que l'augmentation de la fréquence favorise la migration des électrons et des porteurs de charge dans le matériau.

De plus, une augmentation significative de la conductivité est observée des composites par rapport au polymère seul. Ce qui peut être expliquée par l'augmentation du nombre de porteurs de charge provenant de la microstructure de l'échantillon, donc une augmentation de la conductivité des composites et la diminution de résistivité [43].

b) Effet de la température

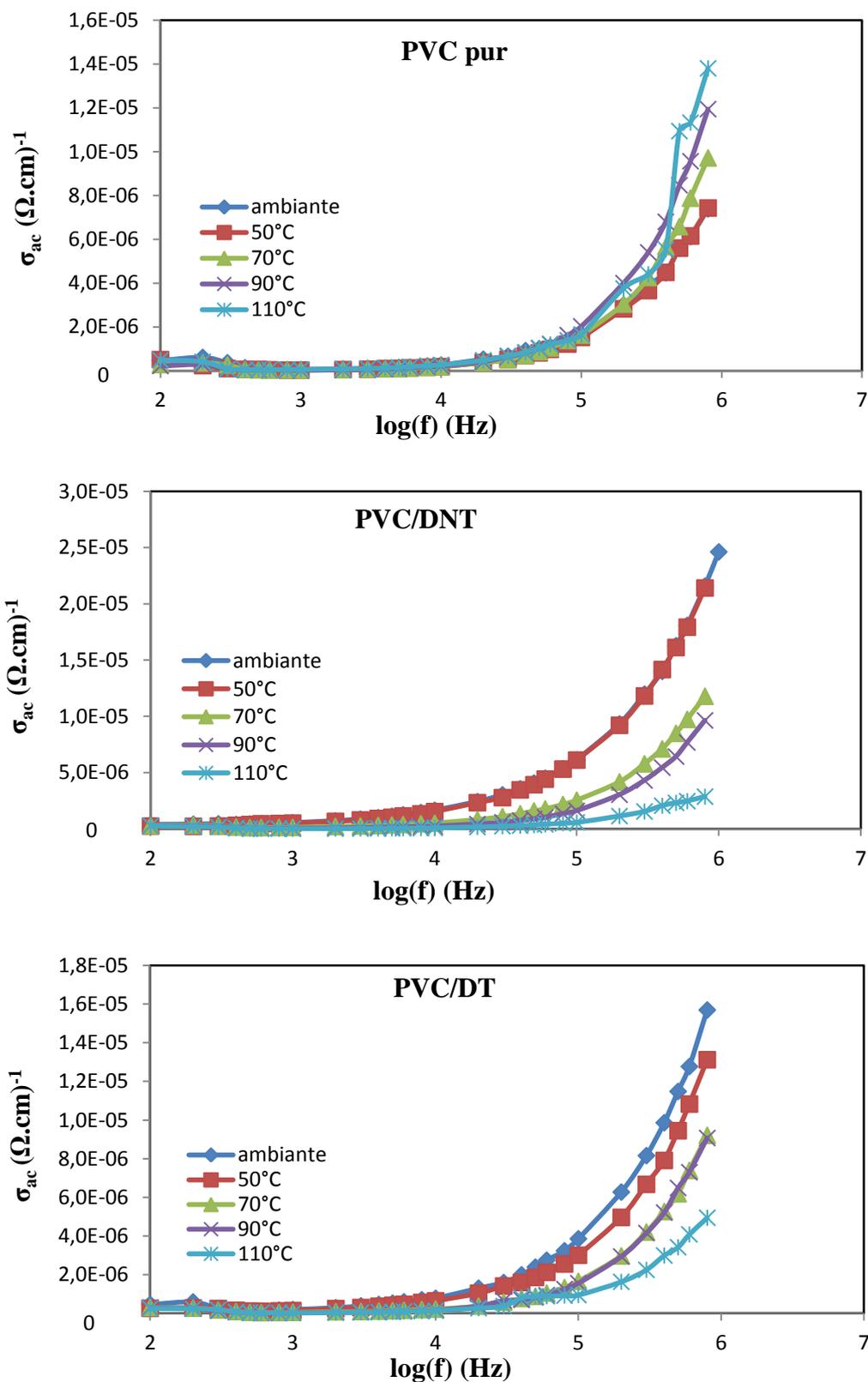


Figure III.15 : La variation de la conductivité en fonction de $\log(f)$ à différentes températures.

La variation de la conductivité à courant alternatif (σ_{ac}) en fonction de la fréquence appliquée à différentes températures est illustrée dans la figure III.15. La conductivité des échantillons augmente d'une façon exponentielle avec l'augmentation de la fréquence et de la température pour les PVC, et diminue avec la température pour le PVC/DT et le PVC/DNT.

Il existe dans ce cas des charges potentiellement mobiles qui contribuent à la conduction continue et à la dispersion basses fréquences.

L'isolant contenant ces charges est capable de soutenir un courant continu même en présence d'un effet de blocage d'électrode à l'interface. Dans ces conditions-là ; le mécanisme de conduction par saut est à l'origine de relaxation diélectrique pour les basses fréquences et les basses températures. L'augmentation de la conductivité électrique est due à l'augmentation de la mobilité et de la fréquence des sauts des porteurs de charge avec l'augmentation de la température, ce qui est confirmé par Arrhenius [43, 44].

III.3.5 .Caractérisation par spectroscopie d'impédance

III.3.5.1.La variation de la partie réelle (Z') en fonction de $\log(f)$

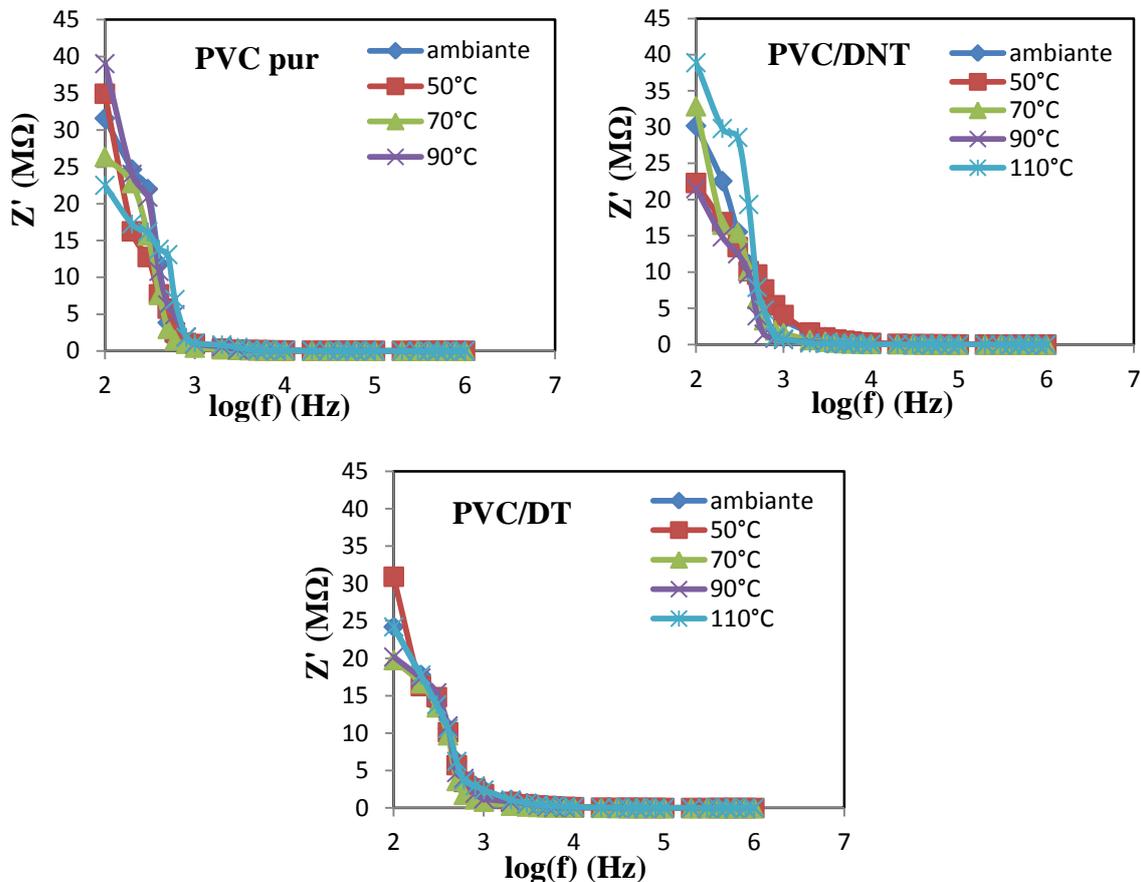


Figure III.16 : La variation de la partie réelle de l'impédance (Z') en fonction de $\log(f)$ à différentes températures.

La figure III.16 représente la variation de la partie réelle (Z') de l'impédance de tous les échantillons en fonction de la fréquence à différentes températures. On remarque que Z' diminue avec l'augmentation de la température et la fréquence pour l'ensemble des composites. Cette diminution peut être due à l'augmentation de la conductivité résultant de phénomène des sauts charge. La forte valeur de Z' à basse fréquence est due à la résistivité élevée en raison de l'efficacité des joints de grains résistifs dans cette région [44].

On a observé que Z' diminue avec l'ajout des fibres, et que la composition PVC/DNT représente une résistance plus importante que la composition PVC/DT. Cela est peut être attribué à l'augmentation de joints de grain avec l'ajout des fibres après traitement alcalin.

III.3.5.2. La variation de la partie imaginaire (Z'') en fonction de $\log(f)$

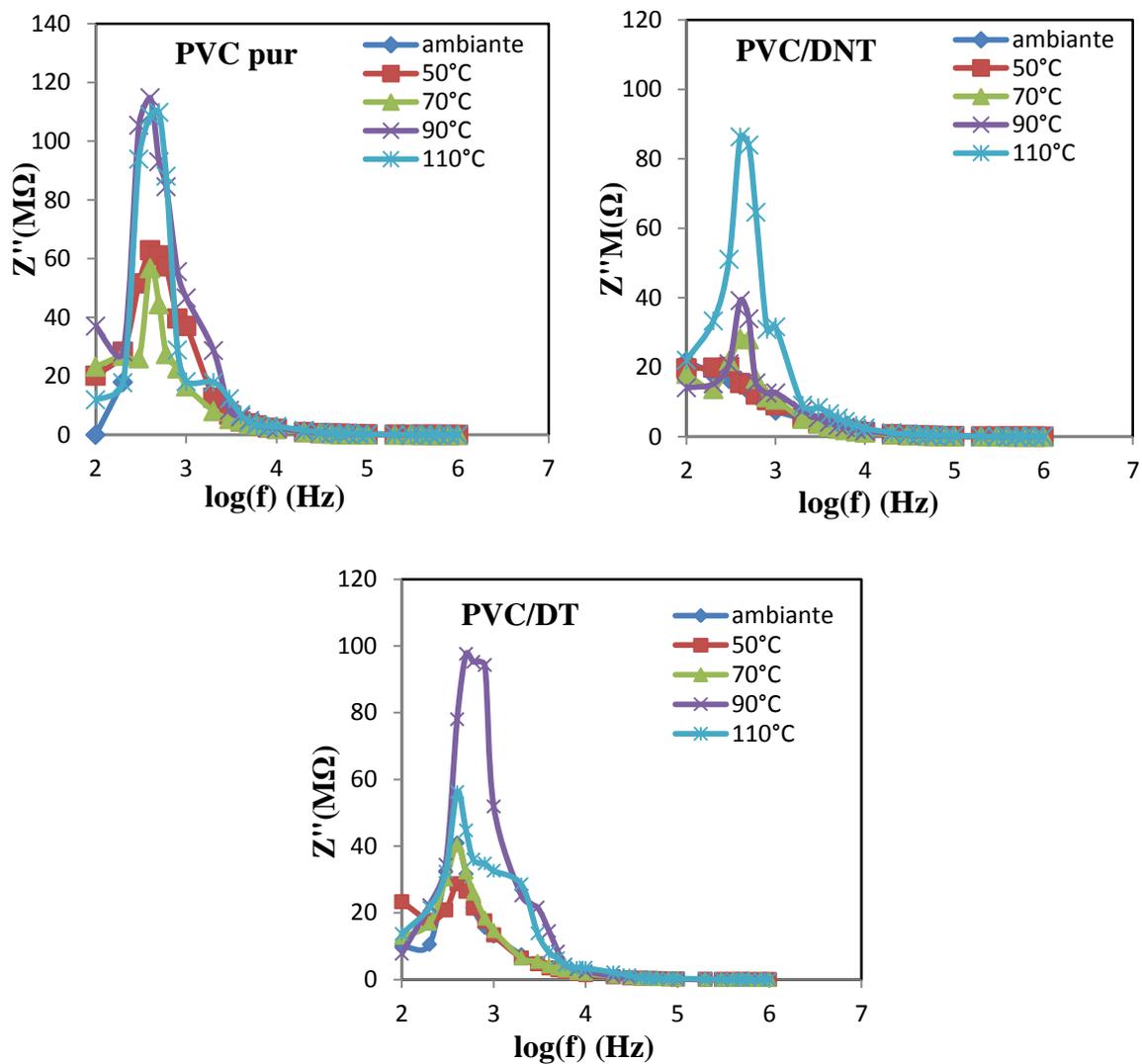


Figure III.17 : La variation de la partie imaginaire de l'impédance (Z'') en fonction de $\log(f)$ à différentes températures.

La figure III.17 montre la variation de la partie imaginaire (Z'') de l'impédance en fonction de la fréquence de tous les échantillons à différentes températures. Il apparaît clairement de cette figure que les courbes des compositions présentent des pics de relaxation. Dans le cas de PVC pur on remarque l'apparition des pics à différentes températures. Ce qui n'est pas le cas de composite PVC/DNT, pas de pics à basses températures, mais il y'a apparition des pics à partir de 70°C, ce qui est dû à la faible dissipation du courant dans le matériau composite ou bien ces pics ne peuvent apparaitre à ces température qu'au-delà des fréquences appliquées. Pour le composite PVC/DT, il y'a apparition des pics pour différentes températures, ce qui est dû à une meilleur dissipation du courant dans le matériau composite après traitement alcalin et élimination des groupements hydroxyle des fibres, donc l'augmentation de l'homogénéisation de matériau [45].

Il est clair que les pics de relaxation se déplacent vers les hautes fréquences avec l'augmentation de la température. Ceci est accompagné par un élargissement significatif des pics, ce qui indique un processus de relaxation diélectrique activé thermiquement dans les matériaux (le processus de relaxation des matériaux dépend de la température). Il a été observé que l'élargissement des pics est asymétrique, ce qui indique la présence de certains processus électriques dans les matériaux avec une dispersion du temps de relaxation. Ce comportement est aussi dû à la présence de polarisation de charge d'espace à basses fréquences et à son absence aux hautes fréquences [44].

III.3.5.3. La variation de la partie imaginaire (Z'') en fonction de la partie réelle (Z')

a) PVC pur

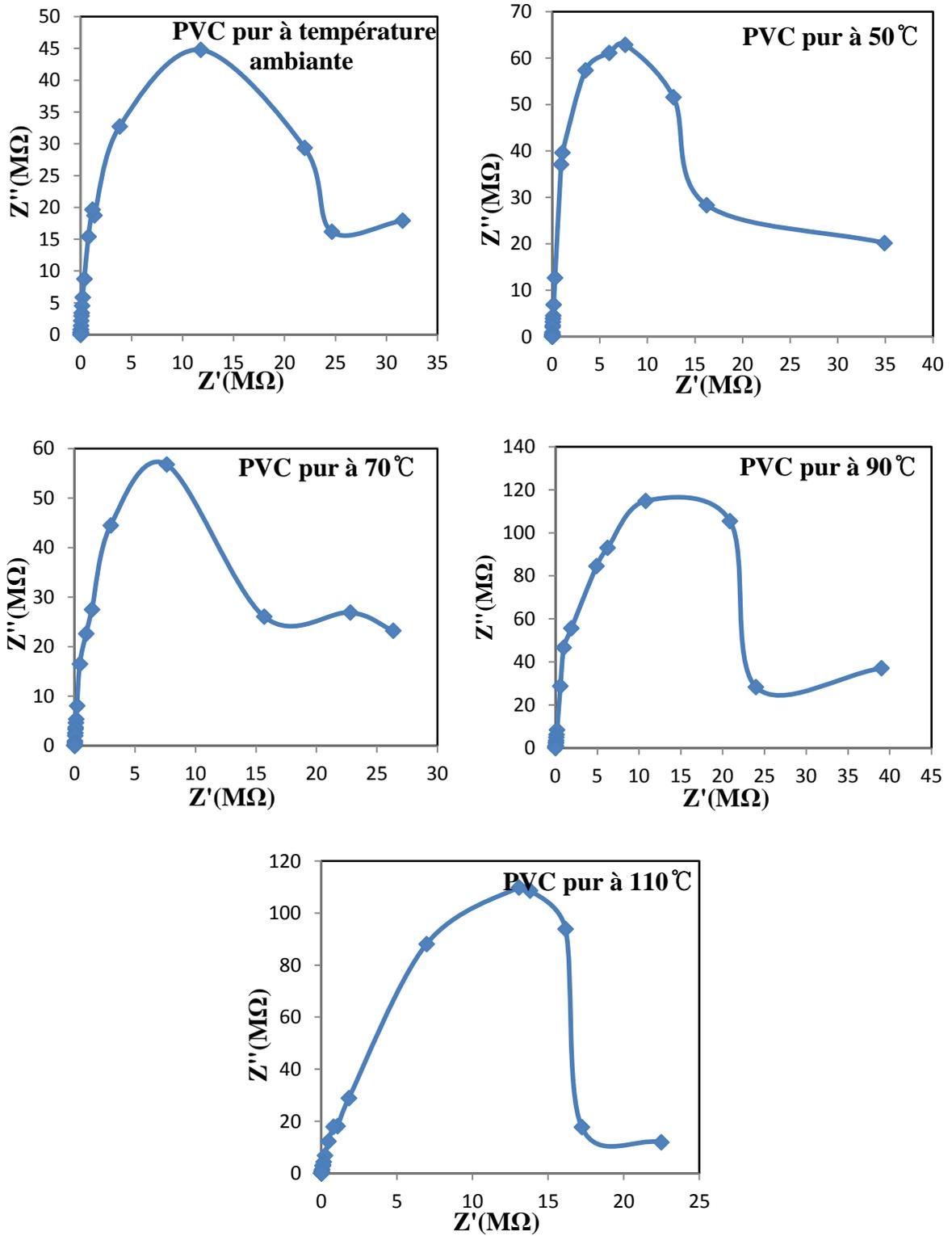
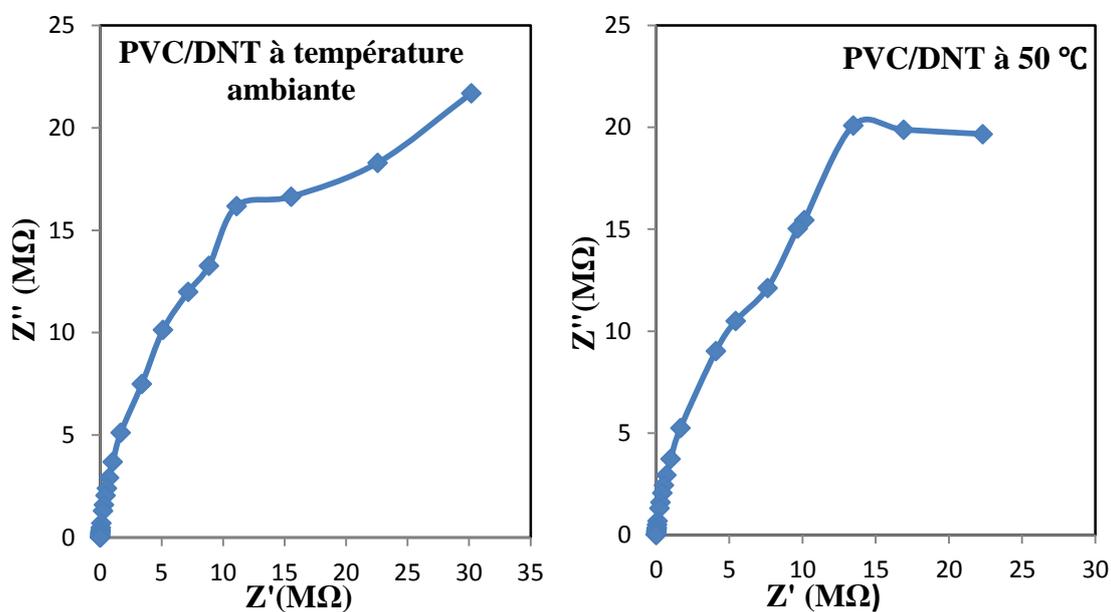


Figure III.18 : La variation de la partie imaginaire (Z'') de PVC pur en fonction de la partie réelle (Z') à différentes températures.

La figure III.18 donne la variation de la partie imaginaire (Z'') en fonction de la partie réelle (Z') de PVC pur à différente température. Les courbes révèlent l'apparition des demi-cercles, les arcs deviennent plus visibles avec l'augmentation de la température et l'apparition de début de deuxième demi-cercle. Ce qui implique que la résistance de composite augmente, ce qui conduit à la diminution de la conductivité avec la température [46].

L'arc semi-circulaire à basse fréquence est attribué à l'effet des joints de grains, et celui de plus haute fréquence est affecté à la contribution des grains [45].

b) PVC/ DNT



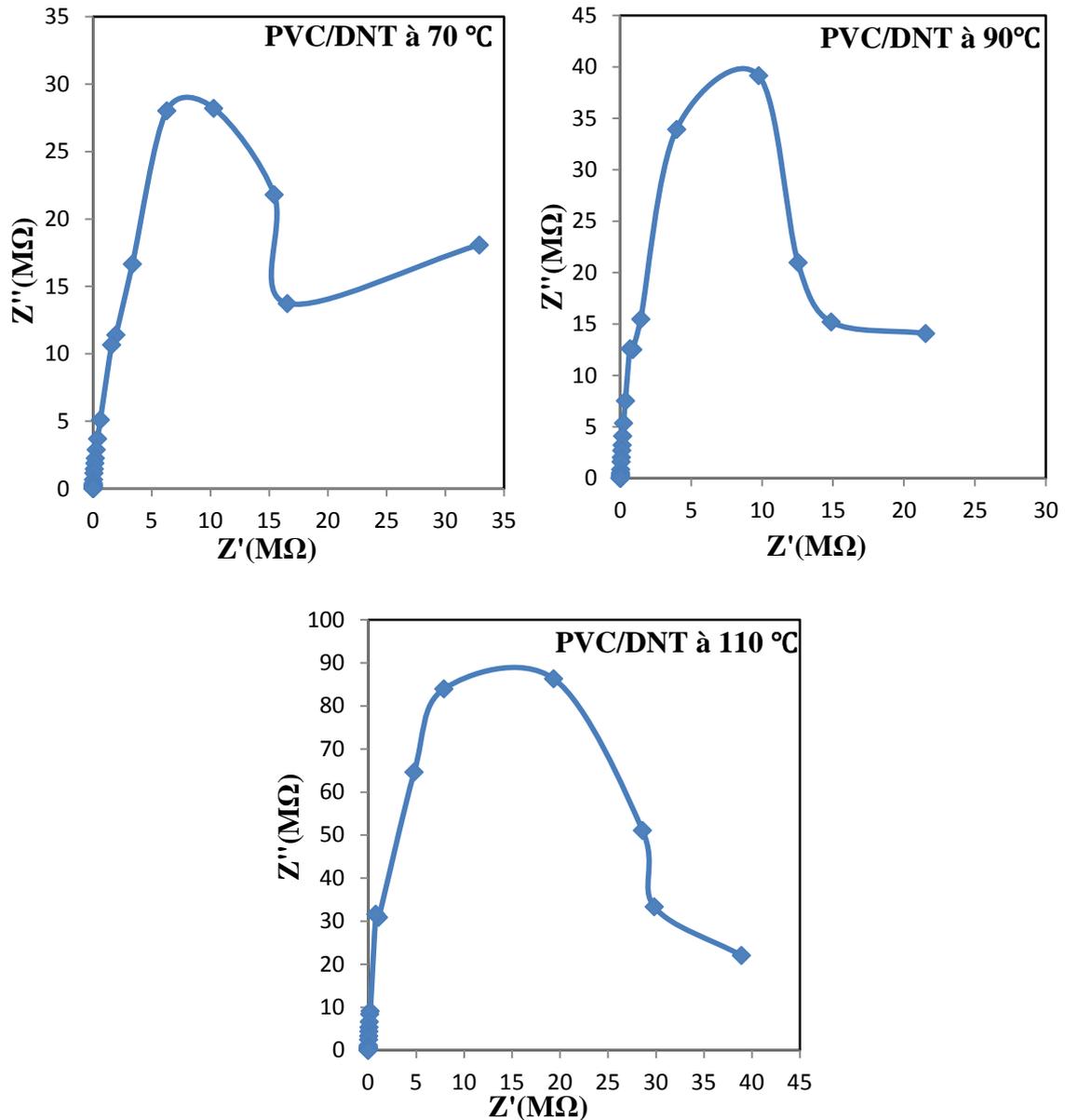


Figure III.19 : La variation de la partie imaginaire (Z'') de PVC/DNT en fonction de la partie réelle (Z') à différentes températures.

La figure III.19 montre la variation de la partie imaginaire (Z'') en fonction de la partie réelle (Z') du matériau composite PVC/DNT à différentes températures. Il est clairement observé à partir des courbes que le matériau composite PVC/DNT présente une forme de demi-cercle à partir de 70°C, les arcs deviennent plus visibles avec l'augmentation de la température et avec l'ajout de fibre DNT. Ce qui est dû à la conduction des joints de grains seuls ce qui suggère la prédominance de la résistance des joints des grains sur la résistance des grains. [45]

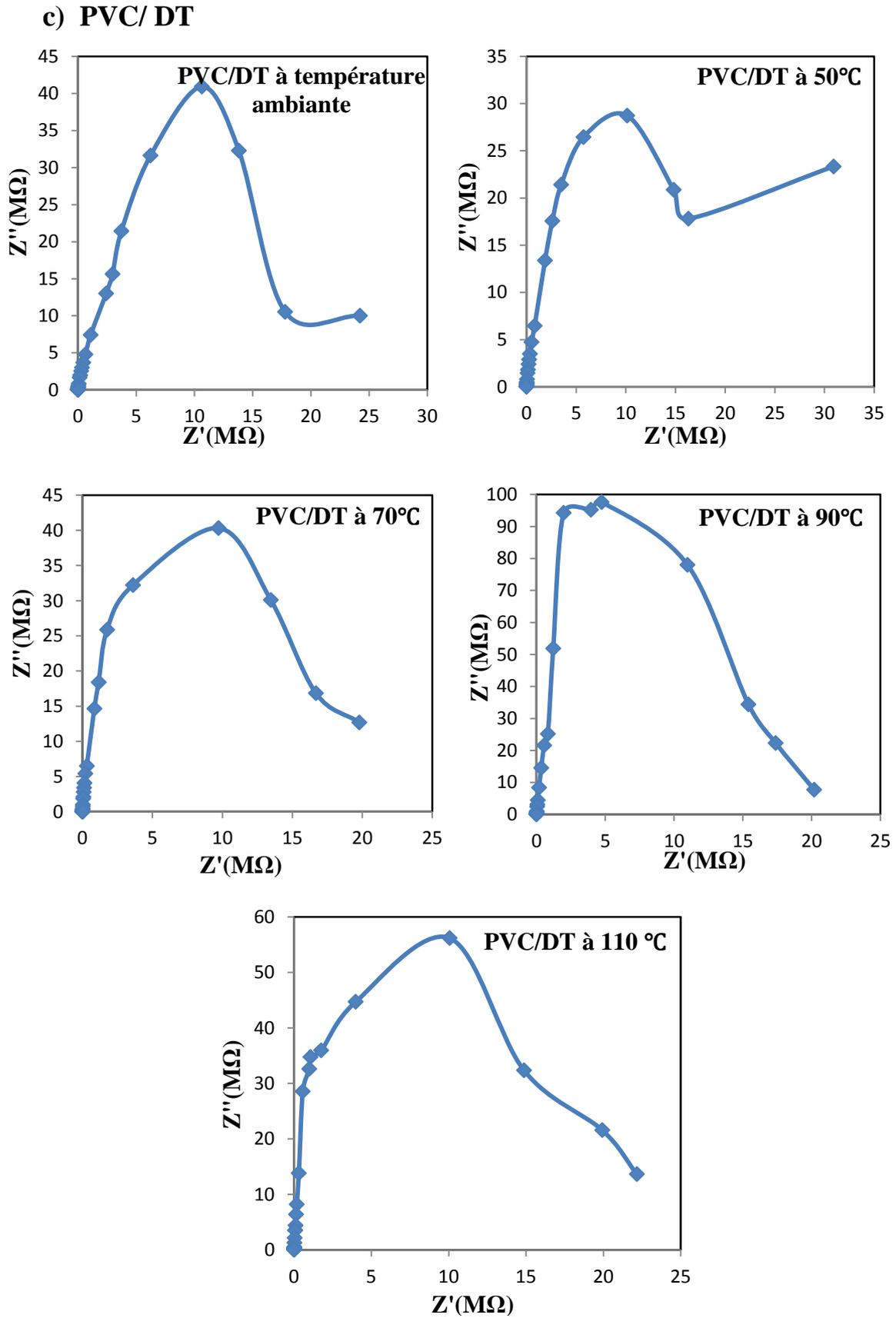


Figure III.20 : La variation de la partie imaginaire (Z'') de PVC/DT en fonction de la partie réelle (Z') à différentes températures.

La figure III.20 donne la variation de la partie imaginaire (Z'') en fonction de la partie réelle (Z') du PVC/DT à différentes températures. Il est clairement observé à partir des courbes que le matériau composite PVC/DT présente une forme de demi-cercle, les arcs deviennent plus visibles avec l'augmentation de la température et l'ajout de la charge traitée avec la soude par rapport à la charge non traitée. On constate aussi une augmentation de la résistivité avec l'ajout de la charge traitée (DT). Cette augmentation est due à la diminution de la taille des grains, ce qui conduit à un plus grand nombre de joints de grains isolants, qui réduisent le flux d'électrons qui agissent comme une barrière à leur conduction. La diminution de la taille des nanoparticules conduit à la diminution de la surface de ces particules et aussi à la diminution de la zone de contact entre les grains [47].

Conclusion générale

Conclusion générale

Cette étude avait pour but de valoriser une fibre végétale locale dans l'élaboration et la caractérisation d'un nouveau matériau composite PVC/Diss produit par le procédé de mélange par compression à chaud.

Nous avons procédé à l'élaboration d'un composite constitué d'une matrice de polychlorure de vinyle et de la charge de Diss non traitée à un taux de 20% de charge.

Les fibres végétales et le PVC ont présenté une mauvaise adhésion. Aussi dans le but d'améliorer les propriétés d'interface entre le polychlorure de vinyle et le Diss, nous avons utilisée un traitement chimique alcalin par une solution de soude à une concentration égale à 5%. Par la suite, cette fibre traitée a été utilisée pour l'élaboration d'un composite (polychlorure de vinyle et le Diss traitée) à un taux de 20% de la charge.

Des techniques de caractérisation ont été utilisées afin de recueillir le maximum d'information sur l'effet de traitement sur la charge et sur les propriétés de nouveau composite préparé.

L'analyse des résultats expérimentaux nous a permis de tirer les principales conclusions suivantes :

- Les résultats de l'analyse IR ont permis de confirmer l'efficacité du traitement alcalin.
- Les résultats de l'analyse au MEB ont montré que les fibres non traitées présentent beaucoup plus de matières en surface, et que les fibres traitées donnent une bonne adhésion entre le PVC et les fibres traitées.
- L'étude des propriétés diélectriques des composites a révélé une diminution de la constante diélectrique, de la tangente des pertes et de la conductivité diélectrique avec l'ajout de la fibre de Diss (traitée et non traitée). Du fait que, la DT réduit les défauts aux joints de grain et diminue la polarisation de charge d'espèce à cause de traitement alcalin qui diminue le caractère hydrophile des fibres donc une meilleur adhésion avec la matrice. De plus, on a constaté une augmentation des caractéristiques diélectriques avec l'augmentation de la température.
- L'analyse de l'impédance complexe, des composites à différentes températures de tous les échantillons montrant de demi-cercles bien définis, ceci est dû à

l'augmentation de la conduction des joints de grains. Ce qui suggère la prédominance de la résistance des joints de grains sur la résistance des grains.

Les points les plus importantes qui ressortent de cette étude sont :

L'utilisation d'agents compatibilisant serait un moyen intéressant de remédier aux problèmes d'adhésion à l'interface fibre/matrice. Le vieillissement ainsi que la biodégradabilité mériteraient d'être traitées afin d'ouvrir d'avantage le domaine d'apparitions de ce nouveaux biomatériaux.

D'autre part, l'application des principes de la chimie verte dans l'élaboration des composites est important à ce stade du développement de nanotechnologie, qui pourrait conduire à des nouvelles règles de conception qui sont respectueux de l'environnement et la santé humaine.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] TOUATI, Z. étude d'un matériau composite à base de polypropylène renforcé par des fibres d'alfa. Mémoire de magister. Boumerdes : université M'Hamed Bougara-Boumerdes, 2014.
- [2] JEBRANE, M. Fonctionnalisation chimique du Bois par transesterification des ester d'enol. Thèse de doctorat. BORDEAUX 1 : Ecole Doctorale des Sciences Chimique, 2009.
- [3] BOURAHILI, M. Caractérisation d'un composite verre/époxy. Thèse de doctorat. Université FERHAT ABBAS SETIF 1, 2014.
- [4] FADEL, A. Influence des diverses modifications du genêt d'Espagne sur les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermiques des composites à matrice thermoplastique. Mémoire de Magister. Sétif. Université Sétif-1-, 2014.
- [5] MALHA, M. mise en ouvre, caractérisation et modélisation de matériaux composites : polymère thermoplastique renforce par des fibres de DOUM. Thèse de doctorat de l'université MOHAMMED V- AGDAL Rabat, 2013.
- [6] ABIR, M. Etude de la production et de la caractérisation de composites Bois-Plastiques. Mémoire de maîtrise en génie chimique. Québec, CANADA, 2013.
- [7] BOUMERDASSI, K. élaboration et caractérisation d'un composite biodégradable à matrice thermoplastique et renfort polysaccharides. Mémoire de magister. Boumerdes : univ M'Hamed Bougara de Boumerdes, 2008.
- [8] MAOU, S. étude des propriétés thermiques de mélanges à base de PVC et PVC-PEHD et les phénomènes de dégradation. Mémoire de magister. Université KASDI MERBAH-OUARGLA, 2012.
- [9] Jérôme LAFARGE, M. Greffage de Copolymères Antibactériens sur des surfaces PVC par chimie click. Thèse de doctorat. INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUEES DE ROUEN, 2013.
- [10] MKACHER, I. vieillissement thermique des gaines PE et PVC de câbles électriques. Thèse de doctorat. Arts et Métiers Paris Tech-centre de Paris PIMM, 2012.

- [11] Laurent AUGIER, M. Etude de l'élaboration de matériaux composites PVC/bois à partir de déchets de menuiserie : formulation, caractérisation, durabilité et recyclabilité. Thèse de doctorat. INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE, 2007.
- [12] SEDAN, D. 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, 2007.
- [13] PRIVAS, E. Matériaux ligno-cellulosique « Elaboration et Caractérisation ». Thèse de doctorat Paris Tech. L'école nationale supérieure des mines de Paris, 2013.
- [14] YAHIAOUI, L. caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss). Thèse de magister. Sétif. Université FERHAT ABBAS- SETIF, 2011.
- [15] TALAL, B. Utilisation d'une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique de composites Bois/Plastiques 'WPC '. Thèse de doctorat de l'université de Pau et des pays de l'Adour, 2011.
- [16] RAGOUBI, M. Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne. Thèse de doctorat. Université Henri Poincaré Nancy 1, 2010.
- [17] TINGAUT, PH. Modification de la structure chimique du Bois par des Alcoxysilanes diversement substitués. Thèse de doctorat. Université BORDEAUX 1, 2006.
- [18] SBIAI, A. Matériaux composites a matrice Epoxyde chargée par des fibres de palmier dattier effet de l'oxydation au tempo sur les fibres. Thèse de doctorat. Paris. L'institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2011.
- [19] SPINU, M. Evaluation des paramètres physiques et physico-chimiques qui influencent l'accessibilité de la cellulose. Thèse de doctorat. L'école nationale supérieure des mines de paris, 2010.
- [20] MERZOUD, M. Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base de fibres de Diss dans la fabrication de la maçonnerie. Thèse de doctorat. Université BADJI MOKHTAR-ANNABA, 2007.

- [21] M. HASSANA, W. KHAN, A. AZAM, Influence of Cr incorporation on structural, dielectric and optical properties of ZnO nanoparticles, *Journal of Industrial and Engineering chemistry*, 21 (2015) 283 - 291.
- [22] A. MHAMDI, A. LABIDI, B. SOUISSI, Impedance spectroscopy and sensors under ethanol vapors application of sprayed vanadium-doped ZnO compounds, *Journal of Alloys and Compounds*, 639 (2015) 648 - 658.
- [23] F. KROGER, H. VINK. Relations between the concentrations of imperfections in crystalline solids *Solid State Phys.*, 3 (1956) 307 - 435.
- [24] ALOURMANE, A. Synthèse et caractérisation d'un matériau céramique pour résonateurs hyperfréquences à base de $\text{Nd}(\text{Co}_{0,5} \text{Ti}_{0,5})\text{O}_3$ sans le tantale. Mémoire de master. Université Mouloud MAMMARI, Tizi Ouzou, 2012.
- [25] LAURENT, K. Etude expérimentale de la microstructure et des propriétés électriques et optiques de couches minces et de nanofils d'oxydes métalliques ($\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ et ZnO) synthétisés par voie électrochimique. Thèse de doctorat. Université Paris-Est, 2008.
- [26] P.Dacies, C.Marvan, O.Sire, C.Baley, propriétés des fibres extraites des phanérogames marines (*ZOSTERA* mina), *revue des composites et des matériaux avancés.*, 16 (2006) 41- 48.
- [27] C.Baley, E.Bodreos, "Biocomposite à matrice PLLA renforcée par des mats de lin" composite à fibre végétales., 16 (2006) 129 - 139.
- [28] C.Meireles, F.Guimes, M.Ferrandes, "Characterization of asymmetric membrane of cellulose acetate from biomass newspaper and mango seed" composites part A., 80 (2010) 954 - 961.
- [29] I.Van, T.Truong, B.Vangrimde, I.Verpoest, "Improving the proprieties of flax fibre reinforced composites by applying an alkaline fiber treatment", composites part A., 37 (2006) 1368 - 1376.
- [30] Herrera-Franco, P.J. Valadez-González A. Mechanical proprieties of continous naturel fibre-reinforced polymer composites. *Composites A.*, 35 (2004) 339 - 345.

- [31] SELLAMI, A. Elaboration des composites cimentaires à base de fibres végétales locales (le diss) : caractérisation, Durabilité et Application au cas de la maçonnerie. Thèse de doctorat. ANNABA. Université BADJI MOKHTAR-ANNABA, 2015.
- [32] W.Laifa, M.Behim, A.Turatsinze, T.Boucetta. Caracterization of a self-compacting concrete with addition of crystallized slag and reinforced with polypropylene and diss fibers. *Rev.Sci.Technol.*, 29 (2014) 100 - 110.
- [33] Y.Chen, H.Chen, Y.Lee, The effects of filler content size on the proprieties of PTEE/SiO₂ composites, *journal of polymer research.*, 10 (2003) 247 - 258.
- [34] A.Shinoj, S.Vanathan, R.Parigrahi. Towards industrial utilization of oil palm fibre: physical and dielectric characterization of linear low density polyethylene composite and comparison with other fibre source, *composites science and technology.*, 67 (2007) 2838 - 2846, 106 (2010) 378 - 388.
- [35] S.Ramesh, A.H.Yahaya, A.K.Arof, dielectric behaviour of PVC-based polymer electrolytes, *Elsevier, Solid State Ionics.*, 152 (2002) 291 - 294.
- [36] M.Arous, I.Ben Amor, S.Boufi, A.Kallel, Experimental study on dielectric relaxation in Alfa fiber reinforced Epoxy composites, *A.J.APP.Polym.Sci.*, 106 (2007) 3631 - 3641.
- [37] K.Asamir, characterization of heterogeneous systems by dielectric spectroscopy, *progress in polymer science.*, 27 (2002) 1617 - 1659.
- [38] I.Ben Amor, H.Rekik, H.Kaddami, M.Raihane, M.Arous, A.Kallel, studies of dielectric relaxation in natural fiber polymer composites, *journal of electrostatics.*, 67 (2009) 717 - 722.
- [39] A.Dutta, T.P.Sinha, P.Jena, S.Adak, Ac conductivity and dielectric relaxation in conductivity soda-lime-silicate glasses, *Journal of Non Crystalline Solids.*, 354 (2008) 2952 - 2957.
- [40] KARRAY, M. Caractérisation des propriétés mécaniques et électriques des matériaux composites par méthode holographique numérique 3D et analyse diélectrique. Thèse de doctorat. Université de Maine, 2012.
- [41] Ben Amor, I. Comportement diélectrique des matériaux composites renforcés par des fibres naturelles d'Alfa et de palmier. Thèse de doctorat. Université de Sfax, 2010.

- [42] A.Bessadok, S.Roudesli, S.Marais, N.Follain, L.Lebun, Alfa fibers for unsaturated polyester composites reinforcement: Effects of chemical treatments on mechanical and permeation properties, *composites Part A.*, 40 (2009) 184 - 195.
- [43] MARCEAU, J.P. Etude du phénomène de relaxation diélectrique dans les capacités Métal-Isolant-Métal. Thèse de doctorat. Université Joseph Fourier, 2008.
- [44] N.Zidi, A.Chaouchi, S.D'Astorg, Dielectric and impedance spectroscopy characterization of CuO added $(\text{Na}_{0,5} \text{Bi}_{0,5})_{0,94}\text{Ba}_{0,06}\text{TiO}_3$ lead-free piezoelectric ceramics, *Journal of Alloys and Compounds.*, 590 (2014) 557 - 564.
- [45] A.B.Afzal, M.Javed Akhtar, M.Nadeem, M.M.Hassan, Dielectric and impedance studies of DBSA doped polyaniline/PVC composites, *Current Applied Physics.*, 10 (2010) 601 - 606.
- [46] M.H.Abdullah, A.N.Yusoff, Frequency dependance of the complex impedances and dielectric behaviour of some Mg-Zn ferrites.*J.Mater.Sci.*, 32 (1997) 5817 - 5823.
- [47] R.Zamiri, B.K.Singh, D.Dutta, Electrical proprieties of Ag-doped ZnO-nano-plates synthesized via wet chemical precipitation method, *ceramics international.*, 40 (2014) 4471 - 4477.

Résumé :

L'utilisation des fibres végétales dans une matrice thermoplastique confère aux composites des propriétés performantes. Le but de ce travail est l'élaboration et la caractérisation d'un nouveau matériau composite à matrice thermoplastique (Polychlorure de vinyle) renforcée par les fibres végétales de Diss. Les échantillons ont été préparés avec la technique du mélange par compression à chaud, avec 20% de la charge non traitée, et 20% de la charge traitée par la soude dans le but d'évaluer l'effet du traitement alcalin sur l'adhésion interfaciale. Les composites obtenues ont été caractérisées par diverses techniques : physique, morphologique, diélectrique et spectroscopie d'impédance. La mise en évidence de l'effet du traitement alcalin sur la charge de Diss a été réalisée par la spectroscopie IR et l'analyse morphologique. L'introduction de la charge de Diss traitée montre une meilleure adhésion interfaciale fibre/matrice, et une amélioration des propriétés diélectriques des composites, ce qui est dû à l'élimination des polysaccharides et le taux d'humidité de la charge après traitement chimique ce qui n'est pas le cas pour la charge de Diss non traitée.

Mots clés : Composite, Polychlorure de vinyle, Diss, Traitement chimique, Propriétés diélectriques.

Abstract :

The use of the vegetal fibers in a thermoplastic matrix confers composites performing properties. The aim of this work is the development and the characterization (Poly vinylchloride) matrix, reinforced by vegetal fibers of Diss. Composites were prepared by a mixing technique then by worm compression. With 20% of the untreated filler and 20% of the treated charge with sodium hydroxide in order to evaluate the effect of alkali treatment of the interfacial adhesion, therefore the properties of composites. The obtained composites were characterized by various techniques: physical, morphological, dielectric and the impedance spectroscopy. Highlighting the effect of alkali treatment on Diss was realised by IR spectroscopy and morphological analysis. The interfacial adhesion fiber/matrix, and improved dielectric properties of the composites, it is due to the elimination of the polysaccharides and the moisture content of the load after Diss chemical treatment. If that is not case for the untreated Diss load.

Key words: Composite, Poly vinylchloride, Diss, Chemical treatment, Dielectric properties.