

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Abderrahmane MIRA de Bejaia
Faculté de la Technologie

MEMOIRE

Présenté par

HAMMICHE DALILA

En vue de l'obtention du diplôme de

MAGISTER

En Génie des Procédés

Option : Génie des Polymères

Thème

Synthèse d'un Nouvel Agent de Couplage PVC-g-MA et son Utilisation dans les Composites PVC/Alfa

Soutenu le 22/ 11/ 2010 devant le jury composé de :

Président : M. KACI, Professeur à l'Université A. Mira Bejaia.

Examineurs : H. DJIDJELLI, Professeur à l'Université A. Mira Bejaia.

F. REZGUI, Maître de conférences A, Université A. Mira Bejaia.

Rapporteur: A. BOUKERROU, Maître de conférences A, Université A. Mira Bejaia

Année 2009-2010

Remerciements

C'est une habitude saine que de remercier au début d'un tel travail tous ceux qui ont contribué à le rendre possible. Quand il s'agit d'un travail d'équipe, cette liste peut sembler plus longue que de coutume. Toutefois, c'est avec mon enthousiasme le plus vif et le plus sincère que je voudrais rendre mérite à tous ceux qui, à leur manière, m'ont aidée à mener à bien ce travail.

Je désire alors exprimer ma profonde gratitude au Dr. A. Boukerrou pour avoir accepté de me diriger patiemment et sans qui ce travail n'aurait pu avoir lieu. En m'accueillant au sein du laboratoire des matériaux organiques, il a mis à ma disposition toutes les conditions nécessaires à la réalisation de ce projet de recherche. Je lui suis infiniment reconnaissante de la bienveillance dont il a fait preuve à mon égard, de son appui, à la fois, constant et amical, de ses encouragements incessants et de sa confiance qui ne s'est jamais démentie. Par les idées qu'il m'a prodiguées tout au long de ce travail, il a su patiemment m'insuffler le goût pour la recherche. Par son exigence d'originalité dans les travaux de recherche, il a fortement influencé ma méthode de travail et mes recherches futures en seront sans doute grandement marquées. Je souhaite lui dire ici ma profonde reconnaissance et ma plus sincère admiration.

Je dois aussi énormément au Professeur Djidjelli, Je tiens à le remercier pour ses conseils éclairés et son appui constant qui m'ont été, sans doute, d'une aide inestimable. Je souhaite lui exprimer ici mes plus vifs remerciements.

Je tiens à remercier également le Professeur M. Kaci qui m'a honorée en acceptant d'être Président de ce jury. Un remerciement particulier aussi à F. Rezgui qui m'a honorée en acceptant d'être examinateur dans ce jury.

J'aimerais souligner les conditions de travail particulièrement appréciables dont j'ai bénéficié à Alger. Que les laboratoires de : CABEL et CATEL trouvent ici l'expression de mes sincères remerciements pour leur support matériel et technique. Un gros merci pour les ingénieurs et les techniciens du laboratoire de génie des procédés de l'université de Bejaia, à savoir, Mr MAMASSE, M^{me} BENAMOUR, Mme BERADI, KATIA, Naima, Mme AKROUN, MALEK, MORAD et HASSEN pour leur aide précieuse.

Je remercie tous ceux qui, par leurs remarques constructives, m'ont permise d'améliorer la qualité de mon travail. Merci notamment à tous mes amis et camarades du

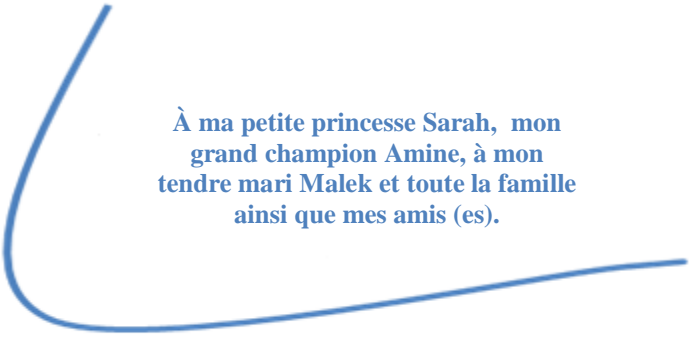
laboratoire des matériaux organiques. Un remerciement particulier à l'adorable MERIAMA pour l'affectueuse amitié dont elle a fait toujours preuve.

Mes pensées vont finalement à l'ensemble de mes proches. Leur amour, leur confiance et leur soutien m'ont aidée à surmonter bien des obstacles. Ce travail est autant le mien que le leur. Je pense naturellement à mes enfants si précieux. Ils m'ont toujours aidée et encouragée. Je les remercie pour leur réconfort dans les moments de doute et pour leurs prières incessantes à Dieu tout puissant. Ils m'ont donné la force intérieure d'aller au bout de ce parcours. Ces quelques mots ne suffiront jamais à exprimer tout ce que je leur dois. Ma grande reconnaissance s'adresse naturellement aussi à ma tendre moitié... Merci! MALEK pour ta patience, tes sacrifices, et tes encouragements. Je voudrais témoigner également toute mon affection à mes parents, mes frères et ma sœur pour l'appui moral déterminant qu'ils m'ont apporté.

Je remercie le Dieu le tout puissant de m'avoir donné la patience et le courage de reprendre mes études après tant d'années.

Dédicaces

Je dédie ce mémoire



À ma petite princesse Sarah, mon
grand champion Amine, à mon
tendre mari Malek et toute la famille
ainsi que mes amis (es).

RESUME

Les polymères renforcés par les fibres naturelles peuvent montrer des comportements mécaniques très différents selon leurs propriétés à l'interface. C'est dans ce contexte qu'on peut situer notre travail dont l'objectif principal consiste à synthétiser un nouvel agent de couplage (PVC-g-MA), dont le greffage de l'anhydride maléique sur les chaînes macromoléculaires du PVC est mis en évidence par IRTF.

Le PVC-g-MA est utilisé comme compatibilisant dans les composites à base de PVC et de fibre d'alfa, qui est rarement utilisée comme charge naturelle, afin de résoudre le problème de l'incompatibilité entre la matrice polymère hydrophobe et la fibre hydrophile.

Dans ce contexte, différentes formulations à base de polychlorure de vinyle/fibre d'alfa ont été préparées avec différents taux de charge (10, 20 et 30%) et différentes teneurs en PVC-g-MA (0, 1, 3 et 5%). Les mélanges PVC/alfa sont initialement malaxés dans une calandre avant de préparer des plaques d'une épaisseur moyenne de 2 mm par compression à 170°C. Ces derniers ont été caractérisés par diverses techniques : tests physiques, mécaniques, diélectriques, morphologiques et thermiques.

L'introduction de la fibre d'alfa dans le polychlorure de vinyle diminue légèrement la contrainte et l'allongement à la rupture, résultant d'un défaut de compatibilité à l'interface, par contre le module d'élasticité et la dureté shore D croissent progressivement avec l'augmentation du taux de charge. L'apport de l'agent de couplage est quant à lui indéniable, la cohésion est nettement améliorée et les propriétés mécaniques, où le rôle de l'adhésion à l'interface est prépondérant, sont elles aussi augmentées grâce au PVC-g-MA qui a permis d'augmenter la contrainte et l'allongement à la rupture. Ces résultats sont en corrélation avec l'aspect des faciès de rupture des composites analysés par MEB. Par ailleurs, les tests diélectriques ont montré une amélioration de la résistivité, de la tension de claquage et des pertes diélectriques considérables surtout pour un taux de 3% de PVC-g-MA.

Mots clés : Polychlorure de vinyle, composites, fibre d'alfa, agent de couplage.

ABSTRACT

The principal objective of this work consists in synthesizing a new compatibilisant agent (PVC-g-MA), whose grafting of maleic anhydride on the macromolecular chains of PVC, is highlighted by IRTF. PVC-g-MA is used like compatibilisant in the composites containing PVC and Alfa fiber (esparto), which is seldom used like natural charges, in order to solve the problem of the incompatibility between the hydrophobic polymeric matrix and hydrophilic fiber.

In this context, various formulations containing PVC/Alfa were prepared with various loads (10, 20 and 30%) and various rate factors of PVC-g-MA (0, 1, 3 and 5%) and with 3% of PPMA. The latter were characterized by various techniques: mechanical, morphological and thermal tests. The result indicated that the PVC-g-MA increased the interfacial adhesion between the fibers and the polymer matrix and this effect was better than that obtained for the maleated-polypropylene-coupled composites.

Keywords: Composites, compatibilisant agent, polyvinylchloride (PVC), Alfa fiber, thermal and mechanical properties, Dielectric properties, SEM.

Sommaire

Introduction	1
 Chapitre I : MATERIAUX COMPOSITES	
I.1. Historique.....	5
I.2. Données socio-économiques	5
I.3. Qu'est ce qu'un composite ?.....	5
I.3.1. Matrice.....	8
I.3.1. Thermodurcissables.....	9
I.3.1. Thermoplastiques.....	9
I.3.1.2.1. Polychlorure de vinyle	10
a) Polymérisation radicalaire de polychlorure de vinyle	10
b) Propriétés de polychlorure de vinyle	11
c) Ajout d'additifs	12
I.3.2. Renforts	13
I.3.2.1. Structure et composition d'une fibre végétale	14
I.3.2.1.1. Cellulose	15
I.3.2.1.2. Lignine	15
I.3.2.1.3. Hémicellulose.....	16
I.3.2.2. Alfa.....	17
I.4. Adhésion interfaciale	18
I.4.1. Interface d'un matériau composite.....	19
I.4.2. Effets des modifications de l'interface.....	21
I.4.2.1. Modifications physiques.....	21
I.4.2.2. Modifications chimiques.....	21
I.4.2.2.1. Imprégnation des fibres	21
I.4.2.2.2. Couplages chimiques	22
a) Agents de couplage organiques-inorganiques.....	22
b) Agents de couplage inorganiques	22
c) Agents de couplage organiques	24

Chapitre II : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

Revue bibliographique.....	29
----------------------------	----

Chapitre III : MATERIAUX UTILISES ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

III-1 Matériaux utilisés.....	38
III.1.1. Polychlorure de vinyle	38
III.1.2. Additifs.....	38
III.1.2.1. Plastifiant.....	38
III.1.2.2. Stabilisant thermique.....	39
III.1.2.2. Lubrifiant.....	39
III.1.3. Anhydride maléique.....	39
III.1.4. Peroxyde de benzoyle.....	39
III.1.5. Xylène.....	40
III.1.6. PP-g-MA.....	40
III.1.7. Alfa.....	40
III.1.7. Caractérisation physique et thermique de la farine d'alfa.....	40
III.1.7.1. Détermination de la densité	40
III.1.7.2. Détermination du taux en eau libre.....	41
III.1.7.3. Détermination du taux d'absorption.....	41
III.1.7.4. Propriétés thermiques de la fibre d'alfa.....	41
III.1.8. Caractérisation chimique de la fibre d'alfa.....	41
III.1.8.1. Le taux d'extractibles.....	41
III.1.8.2. Le taux de matière minérale (TMM).....	42
III.1.8.3. Le taux de lignine.....	42
III.1.8.4. Le taux de matières cellulosiques.....	43
III.1.8.4.1. Le taux de cellulose.....	43
III.1.8.4.2. Le taux d'hémicellulose.....	43
III.2. Techniques expérimentales.....	44
III.2.1. Synthèse de PVC-g-MA.....	44
III.2.2. Préparation des composites PVC/alfa.....	45
III.2.2.1. Dry-Blend.....	45
III.2.2.2. Calandrage.....	46

III.2.2.3. Compression.....	46
-----------------------------	----

Chapitre IV: TECHNIQUES DE CARACTERISATION

IV.1. Spectroscopie IRTF.....	49
IV.2. Titration chimique.....	49
IV.3. Diffraction des rayons X (DRX).....	50
IV.4. Caractérisation physique.....	50
IV.4.1. Détermination de la densité.....	50
IV.4.2. Test d'absorption d'eau.....	51
IV.5. Tests mécaniques.....	51
IV.5.1. Test de dureté shore	51
IV.5.2. Test de traction.....	52
IV.6. Analyse thermogravimétrique (ATG/DTG).....	53
IV.7. Microscopie électronique à balayage (MEB).....	53
IV.8. Caractérisation diélectrique.....	53
IV.8.1. Permittivité.....	53
IV.8.2. Facteur de dissipation et les pertes diélectriques	54
IV.8.3. Mesure de la tension de claquage et la rigidité diélectrique transversale.....	55

Chapitre V : RESULTATS ET DISCUSSIONS

V.1. Caractérisation de la farine d'alfa.....	56
V.2. Caractérisation de PVC-g-MA synthétisé.....	56
V.2.2. Titration chimique.....	56
V.2.3. Caractérisation spectroscopique (IRTF).....	56
V.2.3. Analyse thermogravimétrique (ATG/DTG).....	57
V.2.4. Analyse morphologique (MEB).....	58
V.3. Caractérisation des composites.....	60
V.3.1. Caractérisation physique.....	60
V.3.1.1. Test de densité.....	60
V.3.1.2. Test d'absorption d'eau.....	60
V.3.2. Analyse morphologique (MEB).....	62
V.3.3. Caractérisation mécanique.....	65
V.3.3.1. Test de dureté Shore D	67

V.3.3.2. Test de traction.....	67
V.3.3.2.1. Contrainte à la rupture.....	68
V.3.3.2.2. Allongement à la rupture.....	69
V.3.3.2.3. Module d'Young.....	71
V.3.4. Caractérisation thermique des composites.....	72
V.3.4.1. Comportement thermique de la matrice polychlorure de vinyle.....	75
V.3.4.2. Comportement thermique des composites PVC/alfa.....	75
V.3.4.2.1. Effet de la farine d'alfa.....	76
V.3.4.2.2. Effet de traitement.....	77
V.3.5. Diffraction des rayons X des composites.....	79
V.3.6. Tests diélectriques.....	81
V.3.6.1. Perte diélectrique et facteur de dissipation.....	83
V.3.6.2. Permittivité (constante diélectrique (ϵ')).....	85
V.3.6.4. Rigidité diélectrique transversale.....	86
Conclusion	87
Perspectives	89
Références bibliographiques	/
Annexe	/

Liste des abréviations

WPC: Wood plastics composites.	MCC: Cellulose microcristalline.
CMO: composites à matrices organiques	FGO: Farine de grignon d'olive.
CMC: composites à matrices céramiques	FB: fibre de bagasse.
CMM: composites à matrices métalliques	RNF: fibre de journal récupéré.
PVC: Polychlorure de vinyle.	PWF: farine de bois de peuplier.
PP: Polypropylène.	AM: Anhydride maléique.
PEHD: Polyéthylène haute densité.	DOP: dioctyle phtalate .
PS: Polystyrène.	ATG: Analyse thermogravimétrique
PET: Polyéthylène téréphtalate	DRX: Diffraction des rayons X.
PMMA: Polyméthacrylate de méthyle	IRTF: Infrarouge à Transformée de Fourier.
PEI: Polyéthylène imine.	MEB: Microscopie électronique à balayage.
PP-g-MA: Anhydride maléique greffé sur le PP.	TMM: Matière minérale.
PE-g-MA: Anhydride maléique greffé sur le PE.	F1: Formulation PVC vierge.
PCL-g-MA: Anhydride maléique greffé sur le poly (acide lactique).	F2, F3 et F4 : Formulations des composites à 10, 20 et 30 % du taux de charge de la farine d'alfa.
PP-g-(MA/ST): Anhydride maléique-co- styrène greffé sur le PP.	F5, F26 et F7: Formulations des composites à 10, 20 et 30 % du taux de charge et 1% de PVC-g-MA.
NR-g-MA: Anhydride maléique greffé sur le caoutchouc naturel.	F8, F9 et F10: Formulations des composites à 10, 20 et 30 % du taux de charge et 3% de PVC-g-MA.
EVA: Ethylène Acétate de Vinyle.	F11, F12 et F13: Formulations des composites à 10, 20 et 30 % du taux de charge et 5% de PVC-g-MA.
EBAGMA: Ethylène-butyl acrylat-glycidyl méthacrylate	F14, F15 et F16: Formulations des composites à 10, 20 et 30 % du taux de charge et 3% de PP-g-MA.
HDS: hexadecyltriméthoxysilane.	
MPS: γ -methacryloxypropyltriméthoxysilane.	
MRPS: γ -mercaptoproyltriméthoxysilane.	

Liste des tableaux

Tableau 1: Caractéristiques des résines thermodurcissables.....	9
Tableau 2: Caractéristiques de quelques thermoplastiques	10
Tableau 3: Propriétés sélectionnées des fibres naturelles et synthétiques.....	14
Tableau 4: Composition de quelques fibres végétales.....	15
Tableau.5: Différentes propriétés de la fibre d'alfa.....	19
Tableau 6: Propriétés du DOP utilisé.....	38
Tableau 7: Caractéristiques de l'acide stéarique.....	39
Tableau 8: Caractéristiques de l'anhydride maléique.....	39
Tableau 9: Caractéristiques de Peroxyde de benzoyle.....	39
Tableau 10: Caractéristiques de Xylène.....	40
Tableau 11: Composition du compound.....	45
Tableau 12: Composition des formulations des mélanges de PVC/alfa avec et sans PVC-g-MA ou PP-g-MA.....	48
Tableau 13: Propriétés physico-chimiques et thermique de la fibre d'alfa brute.....	57
Tableau 14: Comparaison des principaux paramètres thermiques des différents échantillons.....	77

Liste des schémas et figures

Schémas

Schéma 1: Schéma d'un composite idéal.....	8
Schéma 2: Mécanisme de la polymérisation de PVC.....	12
Schéma 3 : Structure chimique partielle de la cellulose.....	16
Schéma 4 : Structure chimique de la lignine.....	17
Schéma 5 : Structure chimique de l'hémicellulose.....	18
Schéma 6 : Traitement alcalin des fibres cellulosiques.....	22
Schéma 7 : Modification des fibres par les silanes.....	23
Schéma 8 : Modification chimique des fibres cellulosiques par benzylation.....	26
Schéma 9 : Réaction de la fibre cellulosique avec PP-g-MA.....	27

Figures

Figure 1: Production mondiale des matériaux composites.....	6
Figure 2: Marché des composites en Europe	6
Figure 3: Utilisation potentielle des matériaux composites	7
Figure 4: Nombre de publications sur les Composites biodégradables à base de fibre lignocellulosique.....	7
Figure 5: Image de la fibre Alfa.....	18
Figure 6: Photo du montage de synthèse de PVC-g-MA.....	44
Figure 7: Photo du turbo mélangeur.....	45
Figure 8: Photo de la préparation des films par calandrage.....	46
Figure 9: Photo de la presse utilisée pour la préparation des plaques.....	47
Figure 10: Photo d'un densimètre.....	51
Figure 11: Photo du duromètre.....	52
Figure 12: Photo de la machine de traction.....	52
Figure 13: Photo d'un spectromètre diélectrique.....	54
Figure 14: Appareil utilisé pour mesurer la tension de claquage.....	55

Figure 15 : Spectre IRTF de PVC et PVC- <i>g</i> -MA.....	57
Figure 16 : Thermogrammes TG de PVC et PVC- <i>g</i> -MA.....	58
Figure 17 : Thermogrammes TG de PVC et PVC- <i>g</i> -MA.....	59
Figure 18 : Morphologie de (a) : PVC et de (b) : PVC- <i>g</i> -MA.....	60
Figure 19 : Effet de taux de charge et de PVC- <i>g</i> -MA sur la densité.....	61
Figure 20 : Effet de PVC- <i>g</i> -MA et PP- <i>g</i> -MA sur la densité.....	62
Figure 21 : Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PVC/alfa en fonction du temps.....	63
Figure 22 : Effet des agents de couplage sur le taux d'absorption d'eau (pour 10% de taux de charge).....	64
Figure 23 : Effet des agents de couplage sur le taux d'absorption d'eau (Formulation F30).....	65
Figure 24 : Images de microscopie électronique à balayage des composites : a) F2, b) F5, c) F8, d) F11, e) F14.....	66
Figure 25 : Effet de taux de charge et de PVC- <i>g</i> -MA sur la dureté.....	67
Figure 26 : Effet de PVC- <i>g</i> -MA et PP- <i>g</i> -MA sur la dureté.....	68
Figure 27 : Evolution de la résistance à la traction des composites en fonction taux de charge et de PVC- <i>g</i> -MA.....	70
Figure 28 : Evolution de la résistance à la traction des composites en fonction de PVC- <i>g</i> -MA et de PP- <i>g</i> -MA.....	70
Figure 29 : Evolution de l'allongement à la rupture des composites en fonction de taux de charge et de PVC- <i>g</i> -MA.....	71
Figure 30 : Evolution de l'allongement à la rupture des composites en fonction de PVC- <i>g</i> -MA et de PP- <i>g</i> -MA.....	72
Figure 31 : Evolution du module d'Young en fonction de taux de charge et de PVC- <i>g</i> -MA.....	73
Figure 32 : Evolution du module d'Young en fonction de PVC- <i>g</i> -MA et de PP- <i>g</i> -MA.....	74
Figure 33 : Thermogrammes TG et ATG de la matrice polychlorure de vinyle.....	75
Figure 34 : Thermogrammes TG des composites PVC/alfa non traité.....	78
Figure 35 : Thermogrammes DTG des composites PVC/alfa non traité.....	78
Figure 36 : Thermogrammes TG des composites PVC/alfa non traités et traités.....	80
Figure 37 : Thermogrammes DTG des composites PVC/alfa non traités et traités.....	80

Figure 38: Spectres de diffraction des rayons X : a) du PVC et des composites non traités, b) des composites traités à 10% de taux de charge, c) des composites traités à 20% de taux de charge et d) des composites traités à 30% de taux de charge.....	81
Figure 39: Taux de cristallinité des différents composites élaborés.....	82
Figure 40: Evolution du facteur de dissipation en fonction de taux de charge et de l'agent compatibilisant.....	84
Figure 41: Evolution des pertes diélectriques en fonction de taux de charge et de l'agent compatibilisant.....	84
Figure 42 : Evolution de la permittivité en fonction de taux de charge et de l'agent compatibilisant.....	85
Figure 44: Evolution de la rigidité diélectrique transversale en fonction de taux de charge et de l'agent compatibilisant.....	86



Introduction générale

INTRODUCTION GENERALE

Le développement et les changements rapides des produits, des pratiques technologiques et industrielles sont accompagnés par de nouvelles générations de matériaux. Parmi ces matériaux, 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 composites tendent à intégrer un caractère écologique (ex : matières recyclées ou biodégradables) [1].

Les composites fabriqués à partir de fibres (végétales, de verre, de carbone, etc...) et de différents types de matrices polymériques constituent une importante classe de bioproduits se caractérisant par de nombreuses possibilités d'applications. Il existe une grande gamme de matrices et de fibres de renfort. Le choix de la matrice dépend de son utilisation, de son coût et de la technique envisagée, et il existe à présent des fibres pouvant renforcer toute classe de matériaux et qui assurent l'avenir des matériaux composites [2].

Mais aujourd'hui nous constatons que, pour son développement ou simplement sa survie, la société devra de plus en plus se tourner vers des ressources renouvelables. L'utilisation des fibres végétales comme renfort des matériaux composites à matrices organiques s'inscrit dans cette logique [3].

Les fibres de bois ont été les premières fibres utilisées comme renfort dans des résines thermoplastiques ou thermodurcissables puisqu'elles présentent plusieurs avantages tels que de bonnes propriétés de résistance et de dureté. Cette nouvelle classe de composites bois-plastiques offre des opportunités intéressantes autant au niveau des propriétés physiques et mécaniques qu'au niveau du faible coût de production. Ces composites se caractérisent par rapport aux panneaux de bois par une meilleure stabilité dimensionnelle et une meilleure résistance à l'humidité, à la moisissure et aux insectes, favorisées par l'incorporation du plastique. De plus, ils sont écologiques et recyclables [4].

La diversité des techniques, des constituants et de leurs caractéristiques, que ce soit les polymères ou les fibres naturelles, laisse présager un immense choix dans la constitution des

composites. Cependant les fibres naturelles, bien qu'elles possèdent de nombreuses qualités, présentent certains défauts majeurs lorsqu'il s'agit de les associer aux polymères thermoplastiques. En effet la matière ligneuse possède une forte affinité avec l'eau (caractère hydrophile fort) ce qui crée une incompatibilité d'interface entre les fibres et les thermoplastiques à caractère fortement hydrophobe.

L'objectif d'un matériau composite est de combiner deux ou plusieurs matériaux tout en créant une synergie entre ces différents matériaux afin qu'il en résulte un composite plus performant que chacune des composantes prise individuellement. L'antagonisme entre la fibre et certains polymères, comme les thermoplastiques, est une difficulté majeure sachant que l'interface est le lieu privilégié du transfert des contraintes entre le renfort et la matrice. De façon plus générale, l'interface fibre/polymère est par conséquent le point stratégique des activités de recherche menées sur les composites [1], et plusieurs travaux se sont focalisés sur l'amélioration des techniques de compatibilité des fibres avec différentes matrices.

L'efficacité de renforcement des fibres naturelles dépend surtout de la capacité de transférer l'effort de la matrice polymère (la phase continue) aux fibres. L'adhésion entre la surface hydrophile des fibres et le polymère hydrophobe utilisé comme matrice est faible et donc, la capacité de renforcement est réduite. Le traitement des fibres naturelles utilisées dans le composite assure la modification de la tension à l'interface et l'augmentation des propriétés mécaniques. La plupart des études se réfèrent à la modification de l'interface dans les composites bois/polymère [5, 6,7].

Les agents dispersifs et d'autres additifs sont largement utilisés dans les composites à base de bois parce qu'ils agissent sur les propriétés de la surface des composants en déterminant la modification de la tension à l'interface. Les traitements par décharges électriques, très efficaces sur les polymères non actifs comme les polyoléfines, ont été essayés avec succès pour la modification des fibres cellulosiques dans les composites polymère/bois, mais ils représentent une solution coûteuse.

La problématique de l'incompatibilité d'interface entre la fibre et la matrice, récurrente pour bon nombre de WPC, a été résolue par le développement de techniques originales d'amélioration de l'adhésion. Les diverses techniques essayées peuvent être divisées en deux catégories: les méthodes de modification physiques et les méthodes

chimiques. Les méthodes physiques telles que le calandrage, l'étirement, les traitements thermiques induisent un changement des propriétés structurales et surfaciques de la fibre cellulosique ou de la matrice thermoplastique [5,6,8].

La modification de la surface par des méthodes chimiques a permis le couplage entre les fibres cellulosiques fortement hydrophiles et les polymères hydrophobes [7,9]. Plusieurs méthodes ont été essayées: le couplage chimique, l'imprégnation des fibres, plastification du bois. Les techniques de couplage chimique qui assurent la formation de ponts chimiques entre les fibres cellulosiques et le polymère thermoplastique sont les plus importantes et utilisent des agents de couplage organiques (anhydride maléique, chlorure de benzoyle), des agents capables de former des copolymères greffés à l'interface et des agents de couplage inorganiques.

C'est dans ce cadre qu'on peut situer notre travail dont l'objectif principal consiste à synthétiser et caractériser un nouvel agent de couplage (PVC-g-MA) et son utilisation comme compatibilisant dans les composites à base de la matrice PVC. Nous avons réalisé des composites formés de polymère (PVC) et des fibres d'alfa de la région de M'sila. Nous avons essayé de mettre en évidence l'amélioration de la compatibilité polymère/fibre naturelle et de la dispersion des fibres dans la matrice thermoplastique.

L'agent compatibilisant PVC-g-MA a été caractérisé par l'analyse thermogravimétriques ATG/DTG, par l'analyse spectrale infrarouge à transformée de Fourier IRTF et par l'analyse microscopique à balayage (MEB). Et enfin, nous avons élaboré des composites PVC/alfa par calandrage et moulage par compression, les types de matériaux composites élaborés sont :

- PVC/fibre d'alfa avec une teneur de 10 ; 20 et 30% et en présence de PVC-g-MA à différentes proportions (0; 1; 3 et 5% en poids).
- PVC/fibre d'alfa avec une teneur de 10 ; 20 et 30% et en présence de PP-g-MA avec une teneur de 3%.

Ces composites ont été caractérisés par les propriétés physiques (densité et absorption d'eau), stabilité thermique (ATG/DTG), tests mécaniques (dureté et traction (contrainte-déformation)), morphologique (MEB), diffraction des rayons X et tests diélectriques.

Ce manuscrit s'articule sur cinq parties.

- Généralités sur les matériaux composites.
- Revue bibliographique.
- Présentation des matériaux utilisés et techniques expérimentales.
- Résultats et discussions.
- Conclusion.



Chapitre I

Généralités sur les matériaux composites

Chapitre I. MATERIAUX COMPOSITES

I.1. Historique

Les matériaux composites sont vieux comme le monde. Il y a plusieurs millénaires, les artisans de l’Egypte ancienne augmentaient déjà les propriétés mécaniques des briques par une adjonction de paille courte à l’argile fraîche. Certains matériaux naturels comme le bois (fibre de cellulose dans une matrice de lignine) et l’os (mélange complexe de collagène et de phosphate de calcium) sont des matériaux composites [10].

Depuis plus de 40 ans, les bateaux de plaisance sont majoritairement fabriqués à l'aide de matériaux composites. Les composites à matrice organique présentent effectivement un certain nombre d'avantages par rapport aux matériaux métalliques : légèreté, résistance à la fatigue mécanique, insensibilité à la corrosion, facilité et possibilité de mise en œuvre, faible coût. Ainsi, l'emploi de ces matériaux a connu un développement important. Néanmoins, bien que la transformation des composites soit complexe, la production reste encore largement artisanale. Il en est de même pour la conception et le calcul des structures qui s'appuient plus sur l'expérience que sur une démarche explicitement scientifique. Mais, cette démarche fonctionne et l'important savoir faire de l'industrie nautique française a permis de la hisser au premier rang mondial dans son domaine [11].

I.2. Données socio-économiques

Les matériaux composites sont souvent présentés comme des matériaux d'avenir et avancés en raison du potentiel d'innovation qu'ils véhiculent. Cependant, leur production mondiale reste bien inférieure à celle des aciers (environ trois fois plus faible en volume). Le marché mondial des composites, d'un chiffre d'affaire de quelques dizaines de milliards d'euros, est également modeste par rapport à celui des matériaux métalliques. La croissance mondiale du secteur des composites est de 5,7 % par an en moyenne [12]. En 2000, la production européenne représente environ les deux tiers de la production des Etats-Unis tandis que la production du Japon, bien que premier producteur de fibres de carbone, est de l'ordre de la moitié de celle des Etats-Unis (figure 1).

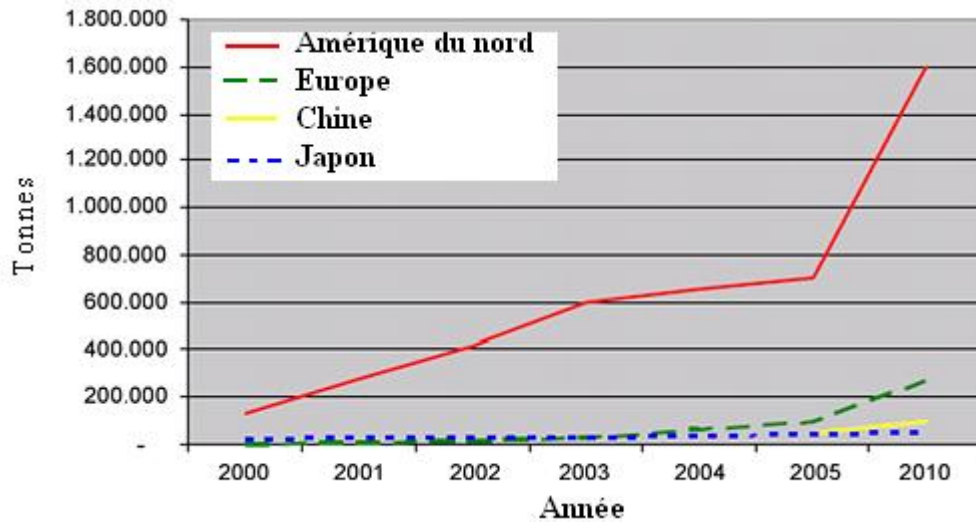


Figure 1: Production mondiale des matériaux composites (2008) [12].

La majorité (95%) des composites étant transformés à partir de fibres de verre, les polymères renforcés par ce type de fibres représentent de ce fait un bon indicateur de la production mondiale des composites. D'après les estimations de Nodals Consultants en 2002 [13], la production européenne des composites, qui suit aussi cette tendance, est dominée en terme de part de marché par l'Allemagne (28 %) suivie de l'Italie (18 %) et de la France (15 %). Concernant l'industrie nautique Française, 95 % des embarcations allant jusqu'à 40 mètres sont produites en matériaux composites (figure 2)

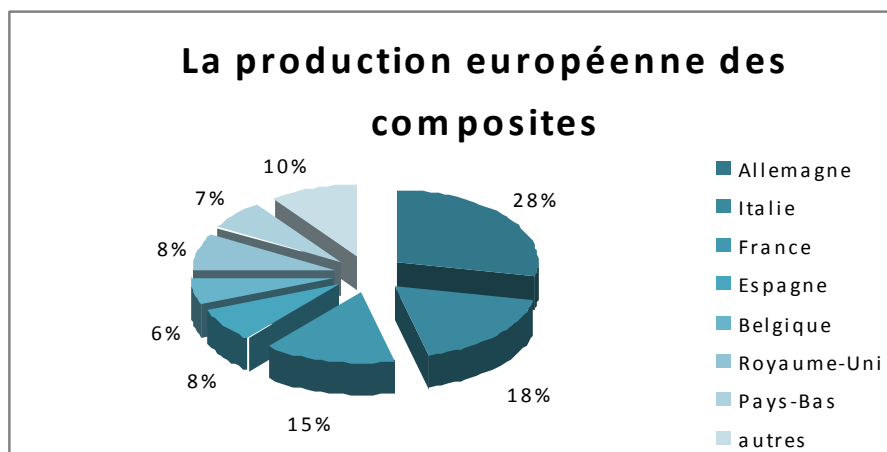


Figure 2: Marché des composites en Europe

L'importance technologique des matériaux composites à base de fibre n'a cessé de croître durant la dernière décennie. Leur introduction a révolutionné certains domaines notamment ceux liés aux sports, aux loisirs et aux technologies avancées (figure 3). Des composants structuraux pour avions commerciaux et des cellules complètes pour avions de

tourisme sont maintenant fabriqués en composite à base de fibres. De même, dans le domaine spatial, pour les satellites en particulier, on utilise massivement ces matériaux. Même l'automobile, domaine plutôt traditionnel, s'ouvre progressivement aux composites pour certaines pièces structurales (ressorts de suspension) ou de carrosserie (portière de hayon)[10].

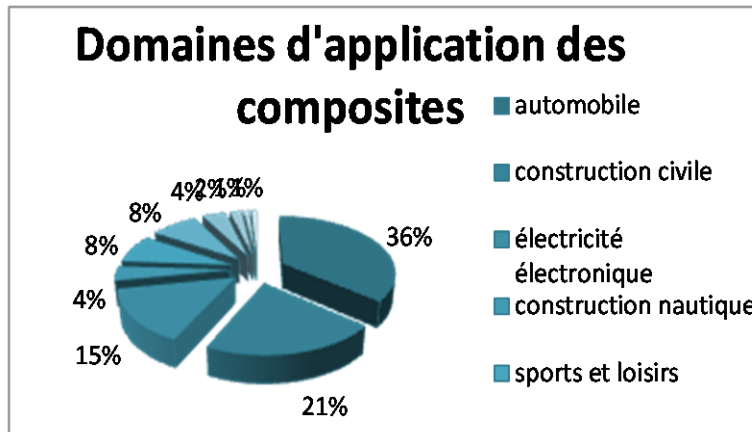


Figure 3: Utilisation potentielle des matériaux composites (Mars 2003) [14].

L'importance croissante de ces nouveaux matériaux biodégradables est traduite par le nombre croissant de publications scientifiques pendant la dernière décennie (figure 4)

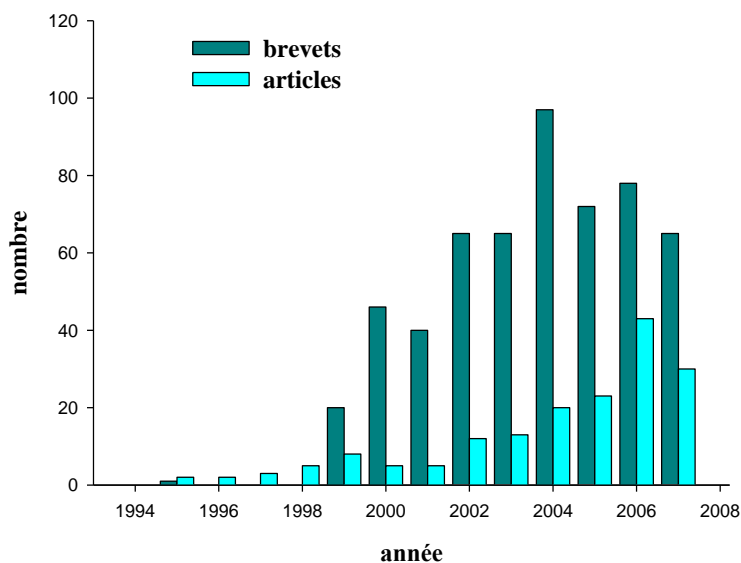


Figure 4: Nombre de publications sur les composites biodégradables à base de fibres lignocellulosiques (2009) [8].

I.3. Qu'est ce qu'un composite?

C'est un assemblage d'au moins deux matériaux. Le nouveau matériau ainsi constitué possède des propriétés que les éléments seuls ne possèdent pas. Il est constitué d'une ossature appelée renfort qui assure la tenue mécanique et d'une protection appelée matrice [15]. Une interphase se crée entre les deux constituants et aura le rôle de transmettre les contraintes de l'un à l'autre d'où l'établissement d'une bonne adhérence (figure 4).

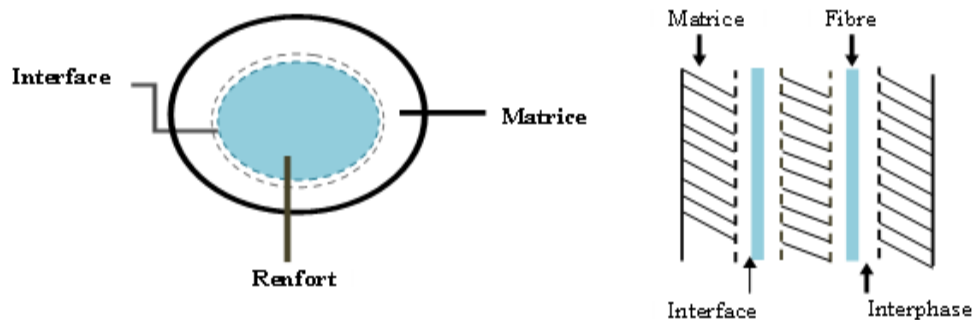


Schéma 1: Schéma d'un composite idéal [16].

Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites que l'on classe généralement en trois familles en fonction de la nature de la matrice [17] :

- ❖ les composites à matrices organiques (CMO) qui constituent les volumes les plus importants aujourd'hui à l'échelle industrielle (90% des volumes)
- ❖ les composites à matrices céramiques (CMC) réservés aux applications de très haute technicité et travaillant à haute température comme le spatial, le nucléaire et le militaire, ainsi que le freinage (freins carbone). Ils peuvent être utilisés au delà de 1000°C
- ❖ les composites à matrices métalliques (CMM) qui sont utilisés jusqu'à 600°C.

Les matériaux composites disposent d'atouts par rapport à des produits concurrents. Ils apportent de nombreux avantages: grande résistance à la fatigue, faible vieillissement sous l'action de l'humidité, de la chaleur et de la corrosion, insensibles aux produits chimiques comme les graisses, huiles, liquides hydrauliques, peintures, solvants, pétrole [18].

Macroscopiquement, les deux principaux constituants des composites sont le renfort et la matrice.

I.3.1. 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) [19].

Les résines polymères les plus employées dans les matériaux composites sont les résines thermodurcissables et les résines thermoplastiques.

I.3.1.1. Thermodurcissables

Les résines thermodurcissables sont les produits les plus employés comme matrice de matériaux composites "structuraux". Généralement associées avec des fibres longues, elles sont liquides ou liquides visqueuses et durcissent après un cycle de cuisson appelé cycle de réticulation. La transformation est irréversible. Les résines thermodurcissables principalement utilisées actuellement sont les polyesters insaturés, les époxydes, les résines phénoliques et les polyuréthanes. Ces résines ont une bonne tenue mécanique mais elles sont sensibles aux chocs. Afin d'améliorer la ténacité et la tenue aux chocs des résines thermodurcissables, un certain pourcentage de résine thermoplastique est incorporé (exemple: résine époxyde à ténacité améliorée par ajout de thermoplastique). Les composites à matrice thermodurcissable représentent environ 70% des composites transformés en Europe [13]. Le tableau 1 montre les principales caractéristiques des résines thermodurcissables.

Tableau 1 : Caractéristiques des résines thermodurcissables [20].

Résine	Densité	Résistance à la traction (GPa)	Module d'élasticité en flexion (GPa)	Tenue à la chaleur continue °C
Polyester	1.2	50 - 65	3	120
Phénol Formaldéhyde	1.2	40 - 50	3	120 - 150
Époxyde	1.1-1.4	50 - 90	3	120 - 200
Polyuréthane	1.1-1.5	20 - 50	1	100 - 120
Vinyle-ester	1.15	70 - 80	3,5	140

I.3.1.2. Thermoplastiques

Les thermoplastiques sont plus résistants à l'impact, à la fatigue et à la corrosion, particulièrement à basses températures. Les résines thermoplastiques, renforcées avec des fibres courtes et avec des fibres longues, se développent fortement. Elles sont mises 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 [20,3].

Le tableau 2 montre quelques caractéristiques des polymères thermoplastiques les plus utilisés.

Tableau 2: Caractéristiques de quelques thermoplastiques [21, 22].

Polymère	Densité	Résistance à la traction N/mm ²	Module d'élasticité en flexion N/mm ²	Allongement à la rupture %	Résistance au choc KJ/m ²	Température de fléchissement sous charge (1.8N/mm ²)
PVC	1.5	50	2400	10 - 50	-	60
PS	1.05	40	2800 - 3500	4	-	90
HPDE	0.95	30 - 35	1000	700 - 1000	5	77
PET	1.39	2,5	3400	90	3	80
PMMA	1.19	65	3300	4	15	95
PP	0.91	20 - 40	1100 - 1600	200 - 1000	-	100

I.3.1.2.1. Polychlorure de vinyle (PVC)

Le PVC est la matière plastique la plus utilisée au monde après le polyéthylène et polypropylène [23]. Sa production est étroitement liée à la chimie du chlore, il est composé de plus de 50%, ce qui fait dire que le PVC est le plastique qui utilise le moins de ressources non renouvelables comme le pétrole. La matière première de base du chlore est le sel, disponible en quantité quasiment illimitée. Grâce à la présence de chlore dans sa molécule, le PVC est compatible avec un large éventail de matériaux, ce qui le rend extrêmement polyvalent [24].

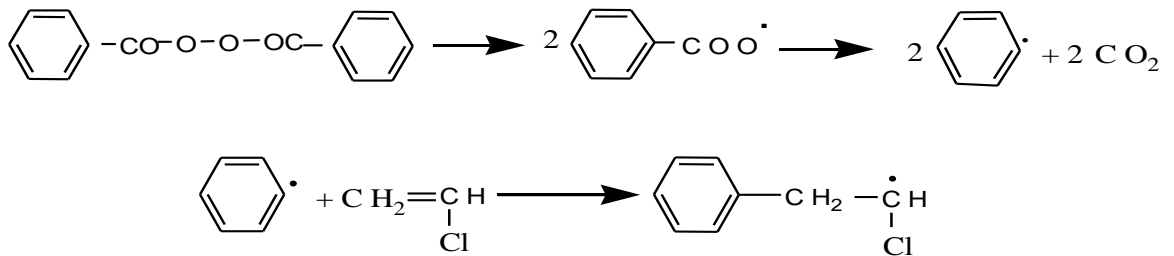
L'excellent rapport qualité/prix du PVC explique son utilisation croissante. Pratiquement universel, le PVC est difficile à être remplacé, grâce à certains additifs, on peut

aisément l'imprimer, le rendre adhésif et le souder. Il est transformé en produits finis au moyen de techniques très diverses. Pour se faire, moins d'énergie est nécessaire que pour d'autres matériaux. Le polychlorure de vinyle ou « PVC » est une matière thermoplastique obtenue par polymérisation radicalaire, en présence de catalyseurs appropriés du chlorure de vinyle qui peut être des peroxydes organiques ou des sulfates inorganiques [24].

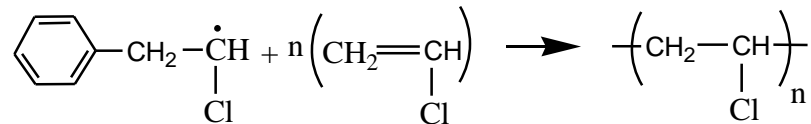
a) Polymérisation radicalaire de polychlorure de vinyle

➤ **Amorçage**

- **Initiation** : formation des radicaux.

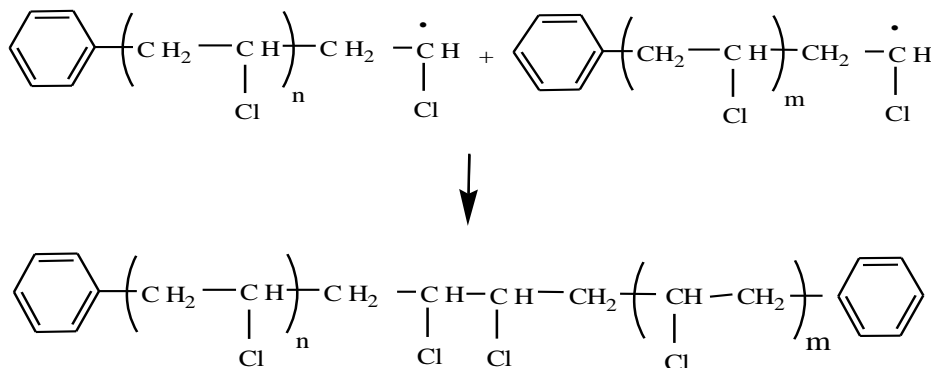


- **Propagation** : Réaction en chaîne avec formation de macroradicaux.



- **Terminaison** : La croissance des macroradicaux s'interrompt par désactivation le plus souvent selon deux mécanismes.

Duplication : rencontre de deux macroradicaux



Dismutation : par transfert d'atomes

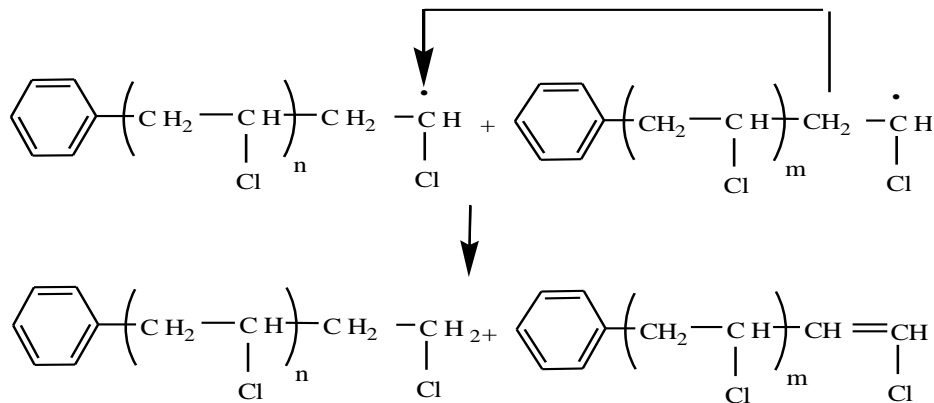


Schéma 2: Mécanisme de la polymérisation de PVC [25].

b) Propriétés de polychlorure de vinyle

➤ Propriétés physiques

Le PVC est un polymère atactique, donc essentiellement amorphe, mais il arrive que localement sur des courts segments de chaînes, le PVC soit syndiotactique et puisse s'organiser en phase cristalline, mais le taux de cristallinité ne dépasse pas les 10 à 15%. La masse volumique est de 1.38 g/cm³. Le PVC amorphe est transparent et relativement perméable à la vapeur d'eau [26].

➤ Propriétés mécaniques :

- Température de ramollissement : 75 °C
- Excellente résistance à l'abrasion
- Sensibilité au froid.

➤ Propriétés chimiques :

- Résistance aux acides et aux bases à des températures inférieures à 60°C.
- Résistance au chlore, aux huiles et aux graisses.
- Résistance aux alcools et hydrocarbures aliphatiques.

➤ Propriétés électriques

Le PVC présente de bonnes propriétés isolantes mais les pertes diélectriques dans le matériau sont suffisamment importantes pour permettre le soudage par haute fréquence.

➤ **Propriétés thermiques**

Le PVC présente sa température de transition vitreuse entre 75 et 80°C, c'est-à-dire qu'à température ambiante, il est rigide et qu'au dessous de 90°C, il est caoutchouteux (faible résistance, grande déformation).

c) Ajout d'additifs

Le PVC obtenu est très dur et cassant, ce qui constitue un handicap pour son utilisation à grande échelle. L'amélioration de ses propriétés d'usage passe par l'ajout d'additifs qui rendent possibles de nombreuses applications. Les additifs sont des produits en général organiques que l'on ajoute aux polymères pour améliorer une des propriétés physiques, chimiques ou mécaniques [26].

➤ **Plastifiants**

Ceux sont des solvants lourds à haute masse moléculaire qui vont partiellement réduire les interactions entre les chaînes et transformer le matériau initialement rigide en matériau plus flexible.

Exemples de plastifiants pour le PVC :

Les plastifiants utilisés sont principalement des esters d'acides organiques, 90 % des plastifiants sont des phtalates (di-2-éthyl-hexylphtalate, dioctylphtalate ou dibutylphtalate). Les phtalates sont des plastifiants très répandus. Ce sont des diesters qu'on peut obtenir par réaction entre l'anhydride phtalique et un alcool en excès.

➤ **Stabilisants**

Ils sont utilisés pour retarder ou ralentir la dégradation du polymère, dégradation qui peut se produire lors de la mise en œuvre ou lors de l'utilisation. Une des fonctions essentielles des additifs est de freiner l'oxydation des polymères qui provoque un jaunissement, une perte de transparence éventuelle, l'apparition de craquelures en surface et qui joue sur les propriétés mécaniques en diminuant la flexibilité éventuelle et la résistance à la traction. Cette oxydation est accélérée par la température et les UV. Les additifs vont donc piéger les radicaux en réagissant avec eux et/ou en absorbant l'énergie UV. Les stabilisants thermiques souvent utilisés pour le PVC afin d'éviter un risque de dégagement d'acide chlorhydrique et donc un changement de couleur dû à ce dégagement.

I.3.2. Renforts

Au cours des dernières années, l'utilisation des fibres naturelles dans les composites a suscité un grand engouement, et particulièrement dans le secteur des composites à matrice organique [27].

Du fait d'une demande croissante d'éco-matériaux et du coût de plus en plus élevé des fibres synthétiques (carbone ou verre), de nouveaux matériaux contenant des fibres naturelles sont en cours de développement. Ils ont pour avantage d'être plus légers tout en ayant des propriétés mécaniques intéressantes. De plus, ils présentent l'avantage d'avoir un coût beaucoup moins élevés que les synthétiques, associés à une densité plus faible, et de constituer une ressource renouvelable. Ils ont le rôle d'assurer la bonne tenue mécanique des composites et sont disposés au sein du matériau en fonction des propriétés recherchées [20, 27,28].

Les principales propriétés physico-mécaniques des fibres les plus utilisées sont regroupées dans le tableau 3

Tableau 3: Propriétés sélectionnées des fibres naturelles et synthétiques [29].

Fibre	Densité g/Cm³	Elongation %	Résistance à la traction (MPa)	Module d'élasticité (GPa)
Cotton	1.5–1.6	7.0–8.0	400	5.5–12.6
Jute	1.3	1.5–1.8	393–773	26.5
Lin	1.5	2.7–3.2	500–1,500	27.6
Chanvre	1.47	2–4	690	70
KénaF	1.45	1.6	930	53
Ramie	—	3.6–3.8	400–938	61.4–128
Sisal	1.5	2.0–2.5	511–635	9.4–22
Coco	1.2	30.0	593	4.0–6.0
Aramide	1.4	3.3–3.7	3.000–3.150	63.0–67.0
Carbone	1.4	1.4–1.8	4.000	230–240

I.3.2.1. Structure et composition d'une fibre végétale

Les propriétés physiques, chimiques et mécaniques des fibres sont directement liées à sa composition en polymères naturels. Les constituants chimiques des fibres peuvent être divisés en deux groupes de substances :

Les substances macromoléculaires constitutives de la paroi cellulaire sont largement majoritaires. Il s'agit de la cellulose, des hémicelluloses et des lignines qui forment une structure dont la séparation nécessite de puissants traitements chimiques.

Les substances de faible masse molaire sont plus spécifiques à certaines espèces. Il s'agit des substances extractibles ou extraits (tableau 4).

Tableau 4 : Composition de quelques fibres végétales [27,29].

Fibre	Cellulose (%)	Humidité (%)	Cendre (%)	Lignine et pectine (%)	Extractibles (%)
Jute de Congo	75.3	07.7	1.8	13.5	1.4
Lin	76.0	09.0	1.0	10.5	3.5
Chanvre	77.1	08.8	0.8	09.3	4.0
Sisal	77.2	06.2	1.0	14.5	1.1
Abaca	63.7	11.8	1.0	21.8	1.6
Cotton	90.0	08.0	1.0	00.5	0.5

I.3.2.1.1. Cellulose

La cellulose est le constituant de base des cellules végétales, ce qui en fait la substance naturelle la plus importante dans les organismes vivants : environ 40% du carbone organique. En ce qui concerne le bois, elle est un constituant uniforme de toutes les essences. C'est un polymère linéaire dont la masse molaire peut varier de $5 \cdot 10^4$ à $2,5 \cdot 10^6$ g/mol [30].

La quantité de cellulose dans les fibres varie de 40% à 95% [31]. La cellulose est composée d'unités de monomère de β -D-glucopyranoses. Deux de ces monomères disposés alternativement sont liés par leurs groupements hydroxyles des carbones C1 et C4 du cycle pyranose et forment des unités de cellobiose (schéma2). Il en résulte une chaîne linéaire d'unités de cellobiose reliées par des liaisons gluosidiques formant le polymère de cellulose (schéma 3).

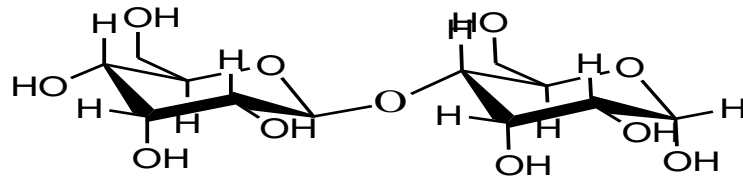


Schéma 2: Deux unités de β-D-glucopyranose formant une unité de cellobiose. [30]

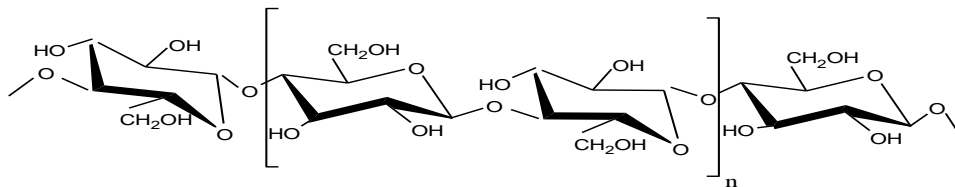


Schéma 3: Structure chimique partielle de la cellulose [30].

Contrairement aux autres composantes des fibres qui possèdent une structure amorphe, la cellulose possède une structure en grande partie cristalline. La cellulose cristalline est l'un des polymères ayant le module d'élasticité le plus élevé, soit environ 136 GPa à comparer au 75 GPa de la fibre de verre. Cette rigidité provient de la structure cristalline qui suit un agencement supramoléculaire hélicoïdal très ordonné. Les liaisons hydrogènes qui s'établissent le long et entre les chaînes cellulosiques sont à la base des bonnes propriétés des fibres cellulosiques [32]. Ce sont ces différences, constitutives ainsi qu'anatomiques, qui vont donner la grande variabilité des propriétés physico-mécaniques des fibres naturelles [33]. Les propriétés thermiques de la cellulose sont d'une importance capitale aux mêmes types d'effets. La destruction de l'ordre cristallin n'apparaît qu'au-dessus de 320°C [34].

I.3.2.1.2. Lignine

La lignine est la seconde substance présente sur la terre après la cellulose. Avec la cellulose et l'hémicellulose, elle entre dans la constitution du bois. Sa proportion dans le bois varie entre 15 et 30% [15]. Les propriétés physiques et chimiques de la lignine sont étroitement liées aux méthodes d'obtention, car elle est facilement modifiée par des composés chimiques d'où une variation très rapide de ses propriétés. La lignine n'a pas de point de fusion, elle se ramollit entre 100 et 200°C. Elle se décompose à partir de 270°C. Comme pour

tous les polymères, la température de transition vitreuse de la lignine est affectée par la présence de petites molécules d'eau et par sa structure (schéma 4).

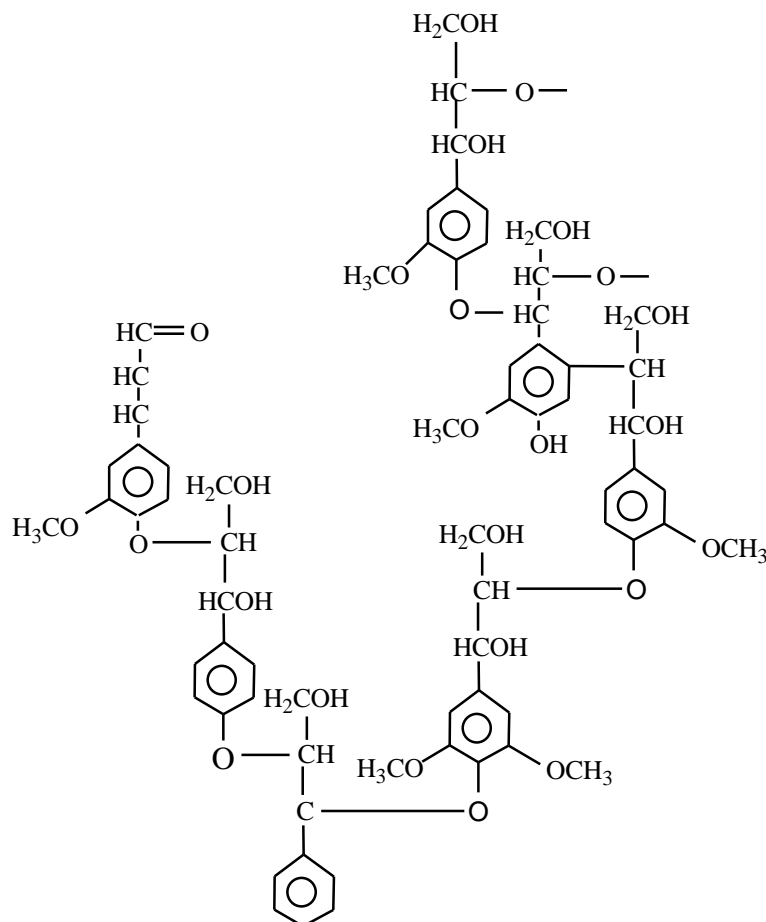


Schéma 4: Structure chimique de la lignine.

I.3.2.1.3. Hémicellulose

Les hémicelluloses représentent le polysaccharide le plus abondant dans la nature. Contrairement à la cellulose, elles ne peuvent pas être décrites de façon succincte du fait de leur importante diversité. De plus leur structure dépend de leur origine variétale, du tissu ou du type cellulaire, de l'âge des cellules et de leur localisation dans la paroi végétale. Elles diffèrent de la cellulose par l'hétérogénéité de leur composition monosaccharidique. En général elles sont constituées de chaînes moléculaires plus courtes avec un degré de polymérisation souvent inférieur à 200.

A la linéarité et à la monotonie de constitution de la cellulose, s'opposent les multiples façons selon lesquelles s'associent les unités glucidiques dans les hémicelluloses.

Les hémicelluloses sont constituées par un axe osidique principal, le suffixe -ane désignant la nature de cet axe ; par exemple, les xyloglucanes sont construits à partir d'une

chaîne de glucose, substitué par des unités xylose. Cette chaîne principale peut être ramifiée par des chaînes latérales, qui empêchent le rapprochement des chaînes et donc l'arrangement cristallin [35].

La structure chimique de l'hémicellulose est donnée par le schéma 5.

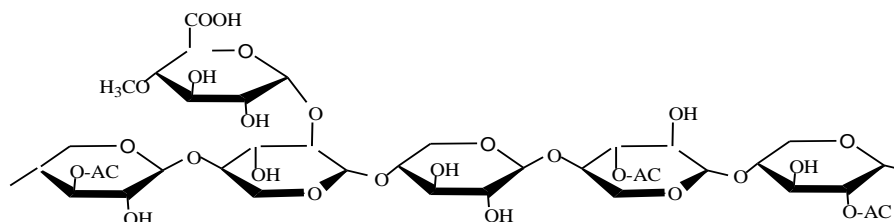


Schéma5: Structure chimique de l'hémicellulose.

I.3.2.2. Alfa

Alfa (fig.5) est le nom arabe de la plante *stipa tinacissima* ou herbe esparto. Elle appartient à la famille des graminacées et grandit à une hauteur d'un mètre (tableau 5). Elle est largement distribuée dans les régions aride et semi-aride dans le nord ouest africain et au sud de l'Espagne. La tige de cette plante est utilisée dans l'industrie des cordes et tapis. Le prix de la tige est de 60 dollars /tonne et celui de la fibre de haute qualité est de 1600 dollars/tonne [36].



Figure 5: Image de la fibre Alfa.

En Algérie, les besoins en alfa sont surtout destinés pour la papeterie et estimés à 200 000 tonnes/an et la production nationale s’élève à 70.000 tonnes/an.

En Tunisie, l’alfa se trouve surtout dans les régions de Kasserine, Sidi Bouzid, Gafsa et Kairouan. La longueur de la plante peut atteindre de 50 à 80 cm, quant au diamètre de la fibre, il varie de 1 à 2 mm. Sa cueillette est organisée annuellement par campagnes de 6 mois (de septembre à février) [37].

Tableau 5: Différentes propriétés de la fibre d’alfa [38, 39].

Disponibilité par an au plan mondial (Milliers tonnes)	Composition chimique (%)				Densité	Allongement à la rupture %	Contrainte à la rupture MPa	Module de Young GPa
	Cellulose	Lignine	Hémicellulose	Cendre				
500	33-38	17-19	27-32	6-8	1.4	1.5-2.4	134-220	13-17.8

I.4. Adhésion interfaciale

Il est naturel de penser que les performances des matériaux composites sont fonction des propriétés des constituants de base rentrant dans leur composition. Cependant, ceux-ci n'existeraient pas si les fibres et la matrice ne pouvaient s'associer. L'interface est le siège de cette association et constitue une véritable région stratégique capable d'assurer notamment le transfert des charges de la matrice aux renforts. Les caractéristiques de l'interface dépendent quant à elles de la qualité de la liaison fibre/matrice ce qui fait appel à la notion d'adhésion.

Par définition, l'adhésion est le phénomène qui crée l'adhérence. L'adhérence est l'état d'une chose qui colle, qui tient à une autre. Pratiquement, l'adhésion peut s'expliquer par la physico-chimie tandis que l'adhérence se mesure par des tests [40]. D'un point de vue thermodynamique, l'adhésion est définie par la diminution d'énergie libre du système [11].

Il est aussi intéressant d'évoquer la question du mouillage qui peut s'expliquer aussi en terme d'adhésion. Un bon mouillage se caractérise par des angles de contacts fibre/matrice faibles et permet d’accroître l’énergie d’adhésion. Le concept de mouillabilité

considère que l'adhésion est due à des forces intramoléculaires de types van der Waals (forces de dispersion de London, interactions polaires) et liaisons hydrogène, la résistance au cisaillement est d'autant plus grande que l'angle de contact entre la matrice et le renfort est faible [15].

Pour comprendre les phénomènes d'adhésion il faut tout d'abord s'intéresser à la notion de surface. Une surface peut être définie comme un lieu de discontinuité d'au moins une propriété physique (discontinuité d'ordre, d'indice de réfraction, de composition chimique) et constitue une séparation entre deux milieux.

La surface conditionne donc fortement les possibilités de liens chimiques ou mécaniques représentant l'adhésion à l'interface entre deux matériaux. Cette interface prend différentes formes et conduit au concept d'interphase. L'interphase est une zone entre les deux adhérents, dans laquelle il existe un gradient de concentration des deux composants. Cette zone est plus ou moins large et plus ou moins performante. L'interphase se crée par interdiffusion entre deux plastiques, par diffusion d'un adhésif dans le bois ou dans un matériau poreux. C'est donc à l'interface ou dans l'interphase qu'agissent les forces qui sont à l'origine de l'adhésion. Ces forces sont regroupées en mécanismes qui décrivent une adhésion mécanique, par diffusion, électronique et par adsorption. C'est la nature de la surface (chimie, porosité, basse ou haute énergie, rugosité, etc.) qui permet ou non la présence simultanée des différents mécanismes [1].

I.4.1. Interface d'un matériau composite

Les liaisons créées à l'interface entre les fibres et les polymères déterminent les propriétés physico-mécaniques des matériaux composites. L'interface bois/polymères thermoplastiques pose beaucoup plus de problèmes puisqu'il s'agit d'une association contre nature entre des compositions chimiques antagonistes. La nature de la surface, des différents constituants, conduit à diverses possibilités d'interfaces bois/thermoplastique. Cette interface est d'autant plus efficace en terme d'adhésion que le polymère est polaire, Compte tenu de cette incompatibilité et des problèmes qui en découlent, il est apparu nécessaire de mettre au point des solutions palliatives via l'usage de traitements [1]. La qualité améliorée de l'adhérence fibre-matrice est généralement réalisée par les activations extérieures (physiques), l'accouplement ou les agents de compatibilité, qui ont réagi ou déposés sur la fibre ou dans certains cas dans le polymère [41].

I.4.2. Effets des modifications de l'interface

Les modifications ont pour but de rendre compatible les composants des matériaux composites: fibre et matrice.

En effet si la matrice n'a aucune affinité pour le renfort le transfert des contraintes lors d'une sollicitation est mal assuré provoquant l'endommagement prématuré du composite. Les fibres cellulosiques présentent une énergie de surface très importante. En la modifiant, cette énergie varie considérablement. La modification apporte des propriétés de barrière hydrophobe très efficace. Une diminution de l'énergie facilite le mouillage de la fibre et génère une adhésion optimale avec les matrices thermoplastiques et les polyoléfines. Ces modifications sont limitées aux hydroxyles superficiels pour préserver l'intégrité de la fibre et par conséquent leurs propriétés mécaniques. Les fibres de cellulose peuvent être soumises à plusieurs types de modifications qui peuvent être physiques ou chimiques [42].

I.4.2.1. Modifications physiques

Les traitements physiques de surface ont la particularité de ne pas modifier la composition chimique de la fibre cellulosique. Ces modifications ne sont pas les plus utilisées pour le traitement de surface des fibres cellulosiques mais ont fait l'objet de plusieurs études. Le traitement corona, les décharges diélectriques et plasma sont parmi les plus connus. De nouvelles techniques sont utilisées de plus en plus comme les irradiations laser, UV ou même par les rayons γ [15].

I.4.2.2. Modifications chimiques

Le traitement chimique a pour but d'améliorer l'adhésion entre la surface de la fibre et la matrice polymère. Le couplage réalisé permet l'association des fibres cellulosiques fortement hydrophiles avec des polymères hydrophobes.

I.4.2.2.1. Imprégnation des fibres

L'imprégnation offre une meilleure combinaison de la fibre et du polymère. Les fibres sont imprégnées dans des solutions polymères ou par dispersion d'un polymère de faible viscosité qui sont, bien entendu, compatibles avec le polymère du composite WPC. La difficulté provient pour bon nombre de polymères du manque de solvants disponibles.

Cependant l'imprégnation s'est avérée une solution intéressante dans le cas de composites WPC à matrice PS ou PVC [15].

I.4.2.2.2. Couplages chimiques

La méthode de couplage chimique est l'une des techniques de modification les plus importantes. Son principe repose sur la formation de ponts chimiques entre les fibres cellulosiques et le polymère synthétique. Les agents de couplage proprement dit se divisent en trois grandes catégories: les organiques, les inorganiques et les hybrides organiques-inorganiques.

a) Agents de couplage organiques-inorganiques

Sont des composés à structure hybride dont la fonctionnalité organique régit l'efficacité de couplage. En particulier, les silanes, qui agissent comme un agent dispersif mais leur couplage permet aussi d'améliorer la stabilité thermique ou dimensionnelle de certains composites WPC [15].

❖ Traitement alcalin:

Interruption ou perturbation de la liaison hydrogène dans la structure du réseau et diminution de certaine quantité de lignine, de cire et des huiles qui couvrent la surface externe des murs de la cellule des fibres [42].



Schéma 6: Traitement alcalin des fibres cellulosiques.

Jacob et al (2004) : ont étudié la modification chimique des fibres de sisal en utilisant des solutions de NaOH à différentes concentrations (0,5 ; 1 ; 2 ; 4 et 10%). Ils concluent que le traitement des fibres avec NaOH à 4% et à la température ambiante a permis d'obtenir une meilleure résistance mécanique [43].

Mishra et al (2003): ont étudié les propriétés mécaniques des composites en polyester renforcé par la fibre de sisal. Ils ont constaté que le traitement par NaOH à 5% donne une meilleure résistance mécanique par rapport à 10%. Ceci est dû à la concentration alcaline élevée, l'excès de la délignification de la fibre naturelle résultant un endommagement de la fibre. La résistance à la traction des composites diminue sévèrement après certaine concentration optimale de NaOH [44].

❖ **Traitements par les silanes:**

Le silane réduit le nombre de groupe hydroxyle de la cellulose à l'interface fibre-matrice. L'interaction entre la matrice et la fibre modifiée par les silanes est plus forte que lorsqu'elle est traitée par NaOH, ainsi, la stabilité thermique est améliorée

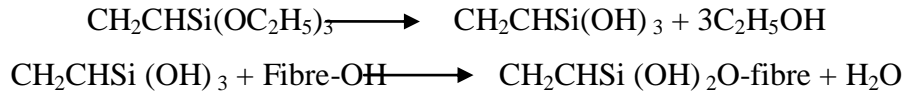


Schéma 7: Modification des fibres par les silanes.

D'après cette réaction, en présence d'eau, les groupes alcoxy hydrolysables conduisent à la formation de silanol qui va réagir avec le groupe hydroxyle de la fibre en formant des liaisons covalentes stables [42].

D'après **R. Agrawal et al (2000)** et **S. Debnath et al (2003)**: il a été vérifié que l'interaction entre la fibre modifiée par le silane comme agent de couplage et la matrice est plus forte que le traitement alcalin et donne aux composites une forte résistance mécanique. La stabilité thermique des composites est également améliorée après un traitement au silane [45,46].

C.K. Hong et al (2008): ont mené une étude sur les propriétés mécaniques des composites polypropylène/jute. Dans cette étude, la surface de la fibre de jute a été modifiée en utilisant un organo-silane. Le traitement par les silanes a augmenté l'interaction fibre-matrice par une réaction de condensation entre le silane hydrolysé et les groupes hydroxyle de la cellulose. Pendant le processus de rupture des composites, les fibres de jute étaient détachées sans retrait complet et une grande partie de la matrice de PP est restée environnante aux fibres. Le traitement par les silanes a augmenté les propriétés de traction des composites PP/jute, causées par l'adhérence améliorée entre la fibre de jute et la matrice de PP. Les composites traités ont présenté de plus grandes propriétés mécaniques par rapport aux composites non traités [47].

Z. Ghallabi et al. [2010]: Dans leur travail, les investigations concernant le comportement diélectrique des composites ont été étudiées. Des composites à base d'une résine de polyester avec les fibres d'alfa ont été préparés et leurs spectres diélectriques ont été mesurés dans la gamme de fréquence de 0,1 hertz à 0,1 MHz et à un intervalle de températures allant de l'ambiante à 180 °C. Des fibres cellulosiques ont été incorporées à la matrice, en tant que telles ou après modification impliquant trois agents de couplage, à savoir

le γ -methacryloxypropyltriméthoxy-silane (MPS), le hexa-decyltriméthoxy-silane (HDS), le γ -mercaptoproyltriméthoxy-silane (MRPS). Ils ont constaté pour différentes températures allant de 40 à 180°C avec un pas de 10 °C que pour des basses fréquences, la constante diélectrique a atteint des valeurs élevées. Et l'incorporation des fibres non traitées provoque une amplification des pertes et provoque d'autres relaxations liées à la conductivité se produisant dans le domaine de basse fréquence et à hautes températures associé à la polarisation des molécules d'eau liées aux fibres cellulosiques qui ont formé une couche monomoléculaire enveloppant la surface externe des fibres. Des molécules d'eau sont connues pour être étroitement liées aux groupes hydroxyle des fibres cellulosiques et ne pourraient pas être enlevées irréversiblement par un traitement thermique simple. Cependant, pour les composites traités, les molécules d'eau polaires ont diminué dans l'intensité, de ce fait réduisant l'importance de $\tan \delta$ comparée relativement à celle des fibres non modifiées. Ce phénomène résulte probablement de la diminution du caractère hydrophile des fibres de cellulose après le traitement par les silanes particulièrement par MRPS qui réduit alternativement la quantité d'eau absorbée [48].

b) Agents de couplage inorganiques

Sont nettement moins importants dans les composites bois /polymère. On peut citer entre autre les silicates.

❖ Imprégnation par des silicates

Le traitement du bois à partir de solutions alcalines de silicates de sodium ou de potassium induit à une diminution de la résistance à la flexion, attribuée à la forte basicité des solutions. Dans une autre étude, le traitement appliqué à du bois préalablement acétylé a conduit à une amélioration de la résistance au feu [49].

c) Agents de couplage organiques

Lors de leur étude sur les agents de couplage dans les WPCs, Lu et al (2000) ont mis en lumière le fait que les agents organiques génèrent une bien meilleure adhésion que les agents inorganiques. Les agents les plus polaires sont les isocyanates, les anhydrides et les copolymères maleatés [1].

❖ **Traitement aux anhydres:**

Les anhydres sont très utilisés dans l'estérification de la fibre de cellulose, car ils s'avèrent être de bons agents de greffage des fibres cellulosiques [42].

Les traitements aux anhydrides comme l'anhydride maléique (AM), l'anhydride succinique sont couramment utilisés dans les WPCs. Les anhydrides possèdent deux groupes fonctionnels. Les deux groupes carboxyles (-COO-) peuvent se lier à la fibre de bois par estérification ou liaison hydrogène. L'AM, quant à lui, contient, en plus des carboxyles, une double liaison carbone-carbone (C=C). Ceci permet d'augmenter grandement la réactivité à la greffe de la double liaison via un initiateur.

Hocine Djidjelli et al (2006) : ont étudié l'effet de l'anhydride maléique comme traitement chimique de la fibre de sisal sur le changement des propriétés mécaniques, stabilité thermique et la capacité d'absorption d'eau pour les composites PVC/sisal. L'incorporation des fibres de sisal non traitées a affecté les propriétés mécaniques des composites. Les caractères hydrophiles et polaires des fibres sont les causes principales de l'incompatibilité du PVC avec les fibres de sisal. En fait, cette étude a prouvé que la quantité d'absorption d'eau augmente remarquablement avec l'augmentation de la concentration de la fibre dans le composite. Le traitement par l'anhydride maléique a permis une amélioration de la compatibilité des composites PVC/sisal, qui ont traduit des améliorations dans diverses propriétés fonctionnelles: diminuer la quantité d'absorption d'eau, améliorer les propriétés de traction, les propriétés d'impact et la dureté [50].

M. Kaci et al [2007] : ont étudié l'effet du traitement de la farine du grignon d'olive par l'anhydride maléique (AM) et l'utilisation du compatibilisant éthylène n-butyle acrylate glycidyle méthacrylate (EBAGMA) sur les propriétés morphologiques et mécaniques ainsi que l'absorption d'eau des composites PEBD/farine de grignon d'olive dans lesquels la charge végétale est de 20% du poids total. Concernant la modification de la farine du grignon par l'AM, l'analyse IRTF a montré une diminution de la bande des hydroxyles aux alentours de 3400 cm^{-1} et une augmentation de la bande des carbonyles à 1740 cm^{-1} suggérant ainsi que la réaction d'estérification a réussi. Les tests de traction ont révélé une diminution très importante de l'allongement à la rupture relativement au PEBD de tous les composites avec une diminution plus prononcée pour les échantillons dont la charge végétale est non traitée, allant jusqu'à 91 %. Le module d'Young par contre, a montré que le composite chargé par la

farine non traitée a été supérieur au PEBD non chargé, ainsi que les composites contenant une farine traitée par l'AM ou bien contenant de l'EBAGMA comme promoteur d'adhésion. Ces deux traitements ont montré un module supérieur au PEBD non chargé. Pour le test d'absorption d'eau, le composite qui a donné le plus bas niveau de rétention d'eau est celui traitée par l'agent compatibilisant l'EBAGMA [51].

❖ **Traitement par benzylation:**

La benzylation est une importante transformation en synthèse organique. Le chlorure de benzoyle est plus souvent utilisé pour le traitement des fibres, il attribue à diminuer la nature hydrophile de la fibre et améliore l'interaction avec la matrice hydrophobe [42]. La réaction entre les groupes hydroxyle cellulosiques de la fibre et le chlorure de benzoyle est présentée par le schéma 8.

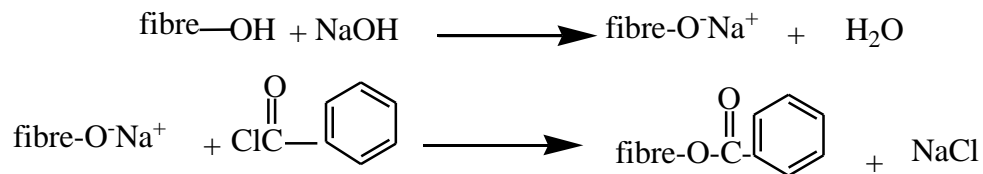


Schéma 8: Modification chimique des fibres cellulosiques par benzylation

Y.-T. Zheng et al (2007): ont étudié la modification de la surface de la fibre de bagasse (FB) et les propriétés mécaniques des composites PVC-FB. Les conclusions suivantes ont pu être tirées des résultats expérimentaux obtenus. L'acide benzoïque était un instigateur d'adhérence efficace pour les composites PVC/FB. Le traitement avec de l'acide benzoïque (10%) a amélioré de manière significative la dispersion de FB dans la matrice de PVC et la résistance à la traction passe de 38 MPa pour les des composites PVC/FB non traités à 52 MPa pour les traités [52].

Hocine Djidjelli et al (2007): ont mené une étude sur les propriétés mécaniques, thermiques et diélectriques des composites à matrice PVC chargée avec la farine de grignon d'olive (FGO), modifiée chimiquement par benzylation. Les résultats de l'IRTF indiquent clairement que la réaction de monosubstitution des ions de sodium par des groupements benzyliques a vraiment eu lieu. L'étude a montré une amélioration de l'allongement et de la contrainte à la rupture pour les composites traités ce qui est due probablement à la plastification de la FGO après benzylation. Un gain de 12°C dans la température de début de décomposition est enregistré pour les composites traités (F25B) par rapport à ceux non traités

(F25), une perte diélectrique moins importante est enregistrée pour les composites traités (F25B), dans l'intervalle (0 à 70°C) [53].

❖ **Traitement avec des polyoléfines maléatés: Agents compatibilisants**

Les agents de couplage maléatés sont largement utilisés pour renforcer les composites contenant des fibres naturelles, la différence avec d'autres traitements c'est que l'anhydride maléique n'est pas seulement utilisé pour modifier la surface de la fibre mais aussi la matrice polymère afin d'obtenir de meilleures liaisons covalentes [42]. Ils sont aussi connus sous le nom d'agents compatibilisants, lesquels possèdent deux groupements antagonistes, une partie polaire qui a une forte affinité avec les fibres cellulosiques et une partie apolaire qui possède une forte affinité avec les thermoplastiques (schéma 9). L'agent de couplage se situe à l'interface entre le bois et le thermoplastique donc exactement à l'endroit précis où l'adhésion doit être modifiée et améliorée [1].

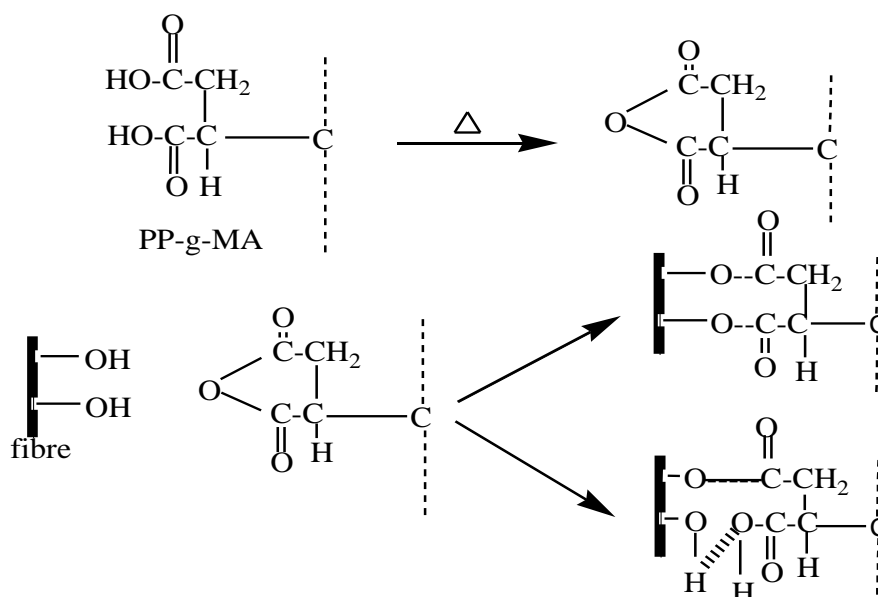


Schéma 9: Réaction de la fibre cellulosique avec PP-g-MA.

Nguyen Tri Phuong et al (2008): ont étudié le rôle du processus de traitement de surface sur les propriétés mécaniques du composite PP/fibre de bambou vietnamienne. Ils ont montré que l'ajout d'un agent compatibilisant de type polypropylène greffé avec l'anhydride maléique (PP-g-MA) dans la formulation permet d'améliorer la dispersion des renforts dans la matrice du PP. Son rôle prépondérant est bien connu, en effet, il crée des interactions type liaisons hydrogène au niveau de la surface des fibres de bambou. Ils ont constaté que les contraintes à la rupture des composites, dans tous les cas, augmentent avec l'addition de l'agent compatibilisant. Quand on ajoute 10% en masse de PP-g-MA, la résistance au choc et la contrainte à la rupture augmente respectivement d'environ 12% et 10 % [54].

Dalvåg et al (1985): Lors de leur étude sur les agents de couplage dans les WPCs, ils ont abouti à des résultats qui montrent de manière évidente les améliorations obtenues en fonction de la quantité d'agent introduite. L'agent de couplage est le PP-g-MA, Les propriétés d'allongement, de résistance et d'impact sont toutes améliorées par le PP-g-MA. La résistance à la limite élastique présente un plateau dès 2 à 3% de PP-g-MA alors que les autres propriétés croissent avec le pourcentage de PP-g-MA. Cette valeur limite de 2 à 3% de PP-g-MA est reprise par de nombreux auteurs, qui observent même pour certains, une chute des propriétés au-delà de cette valeur optimale. Ceci n'est pas étonnant puisque le PP-g-MA n'est habituellement pas un polymère de haute masse molaire [55].

Chapitre II

Revue bibliographique



REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

Plusieurs travaux se sont focalisés sur l'amélioration des techniques de compatibilité entre la matrice et le renfort. Ces techniques jouent un rôle essentiel dans les performances des matériaux composites en améliorant l'adhésion interfaciale fibre-matrice. Et dans les systèmes où la matrice n'a aucune affinité pour le renfort, il est courant d'utiliser un agent compatibilisant, souvent sous forme d'un polymère greffé avec l'anhydride maléique.

Alors j'ai cherché à citer quelques uns des différents travaux développés sur la thématique des propriétés adhésives en utilisant des agents de couplage maleatés.

Navin Chand et al (2009) : Ont mené une étude sur l'influence de PP-g-MA sur les composites PP/sisal. L'étude conclue que les composites PP/sisal avec et sans l'agent compatibilisant PP-g-MA (1,2 et 5%) ont été élaborés avec succès. La présence de 1% de PP-g-MA a amélioré la résistance à la traction. Ceci est attribué à l'adhérence accrue entre la fibre de sisal et le polypropylène qui facilite plus le transfert de contraintes. L'échantillon ayant 2 % de PP-g-MA (valeur optimale) offre un maximum de résistance à l'usure durant le test de l'usage de l'abrasif et le composite modifié montre une réduction de la perte de poids par rapport au non modifié. L'allongement des composites a diminué avec l'augmentation de la teneur en PP-g-MA. Cette diminution de l'allongement est due à l'effet combiné de l'amélioration d'adhérence et des interactions entre la matrice et la fibre [56].

J.R. Araùjo et al (2008): Se sont basés sur les propriétés thermiques des composites de polyéthylène haute densité renforcés avec des fibres naturelles et l'effet des agents de couplage PE-g-MA et EVA. Les composites ont été formulés avec 20 % en poids de la fibre de curaua, la proportion du PEHD était de 78 % en poids et l'agent de couplage était de 2 % en poids. Le processus de la perte de poids des composites non traités et ceux traités avec EVA comme agent de couplage se produit à des températures élevées, ils sont plus stables thermiquement que les composites modifiés avec l'anhydride maléique. Une explication de ce fait, est que l'interaction entre les groupes fonctionnels de l'acide maléique et les groupes hydrophiles de la fibre favorise plus les processus de dégradation des deux composants, c'est-à-dire la dégradation d'un composant peut accélérer la dégradation de l'autre. Autre explication, c'est peut être du à la présence des résidus du peroxyde.

Comme il y a eu aussi une augmentation de la cristallinité pour les composites en raison de l'effet de transcristallinité (cristallinité fournie par les fibres). La présence des agents de couplage diminue cet effet dû aux réactions des groupes OH de la surface de la fibre [57].

Le but de l'étude présentée par **Steven Spoljaric et al (2009)** est de mettre en valeur la compatibilité et les propriétés des composites PP/cellulose (CMC). Les résultats ont montré que la stabilité thermique de PP était légèrement améliorée de 2°C en augmentant le taux de CMC. L'ajout de PP-g-MA a augmenté la stabilité thermique de PP de 10°C et a abaissé le taux de perte de masse résultant une dégradation au-dessus d'une gamme de température plus large et plus élevée. Le module d'Young des composites a augmenté avec l'incorporation de PP-g-MA en augmentant la compatibilité ainsi permettant un plus grand transfert de contraintes fibre-matrice [58].

M.U. de la Orden et al. (2010): ont étudié l'effet de deux agents de couplage sur la décoloration des composites PP/papier d'emballage pendant le procédé d'extrusion. La décoloration a été mesurée en utilisant la colorimétrie standard et a été étudiée en utilisant la spectroscopie IRTF et UV-Visible. Les deux agents de couplage utilisés dans ce travail, l'anhydride maléique greffé au polypropylène (PP-g-MA) et polyéthylène imine (PEI), augmentent la décoloration des composites. Cependant, les causes de ces augmentations sont très différentes selon le cas. Dans le cas des composites faits avec PEI, les processus de dégradation de la cellulose produisent des composés carbonyliques qui réagissent avec les groupes amino de PEI. Les composites traités avec PP-g-MA se comportent différemment; leurs spectres UV sont très semblables à ceux qui correspondent aux composites sans l'agent de couplage, indiquant que la présence de PP-g-MA ne produit pas de nouveaux chromophores. L'effet néfaste de PP-g-MA a été assigné à la dégradation frictionnelle accrue; l'agent compatibilisant augmente l'adhésion à l'interface fibre-matrice, qui augmente la dégradation frictionnelle de la cellulose pendant le procédé d'extrusion du composite. Cette dégradation frictionnelle accrue favorise les processus de dégradation et de décoloration [59].

Olive Oddes et al (2008): Ont réalisé une étude dans le cadre du projet nanostructures au sein de l'école des mines de Paris, sur l'influence des conditions de mélange et de la présence de l'agent compatibilisant sur la dispersion de la nanocharge sépiolite dans la matrice PP et sur les propriétés mécaniques et résistance au feu.

Initialement, les morphologies observées par microscopie électronique à balayage (MEB) et à transmission (MET) ont montré que l'introduction de la sépiolite, même modifiée en surface pour la rendre plus compatible avec la matrice polymère, ne conduisait pas à une dispersion homogène. Un agent compatibilisant, sous forme d'un polypropylène greffé avec l'anhydride maléique, a donc été introduit dans le processus de mélange afin de faciliter la dispersion de la sépiolite. Dès les premiers essais, le constat a été immédiat : pour un nanocomposite à 5% de nanoparticules, il y a une différence majeure de l'évolution du module élastique à faible fréquence entre une matrice qui contient du compatibilisant (10 % en masse) et une matrice qui n'en contient pas. Le module est plus élevé et le plateau plus marqué pour la formulation contenant du PP-g-MA, ce qui est l'indice d'une meilleure dispersion. De plus, si l'on compare la sépiolite modifiée et celle non modifiée, on trouve que l'effet du PP-g-MA est bien supérieur pour la première. Ainsi, il apparaît que la sépiolite modifiée a un effet de synergie avec l'agent compatibilisant [60].

A. Arbelaiz et al (2006): Ont étudié l'influence de PCL-g-MA sur les propriétés mécaniques des composites PCL/Lin. L'objectif de cette étude est de synthétiser l'agent de couplage PCL-g-MA et d'étudier les propriétés mécaniques des composites avec différentes quantités de PCL-g-MA (1; 2; 3; 4; 5; 10 et 20%). Ils ont constaté que l'augmentation de la quantité de l'agent de couplage accroît la cristallinité, le composite manifeste une meilleure performance mécanique et l'amélioration de la résistance à la traction et à la flexion est de 54 et 44% respectivement [61].

Dans une autre recherche **Mohanty et al (2007):** Ont étudié le comportement dynamique et morphologique des composites PP/sisal traités par PP-g-MA. Le comportement viscoélastique des composites ont été étudiés en fonction de la teneur en PP-g-MA (1 et 2%). Les composites traités avec 2% de PP-g-MA ont montré une augmentation de la viscosité due à l'adhérence améliorée entre la matrice et la fibre. De plus, les propriétés dynamiques ont également augmenté avec le renfort. La morphologie des extrudés a indiqué une adhérence efficace à l'interface fibre-matrice pour les composites traités [62].

T.J. Keener et al (2004) : Ont utilisé PP-g-MA et PE-g-MA pour les composites contenant 30% d'agrofibre. Les propriétés physiques des composites peuvent être considérablement augmentées en présence de ces agents de couplage. En effet le PP-g-MA

peut apporter une augmentation des résistances à la flexion et à la traction de 60%. Les résultats indiquent que 3% en PE-g-MA peut doubler la résistance à la traction et tripler les propriétés d'impact comparées au composites bois/polyéthylène non traités [63].

C.K. Hong et al (2008): Ont étudié l'effet de PP-g-(MA/ST) sur les propriétés mécaniques et rhéologiques du nanocomposite PP/argile. Les pics de la DRX relatif au plan (001) de l'argile dans les nanocomposites ont été décalés aux angles faibles par l'addition de PP-g-(MA/ST), indiquant les possibilités d'intercalation de PP-g-(MA/ST) dans les couches de silicate. Les photographies de MET ont prouvé que l'argile a été intercalée et en partie exfoliée en présence de PP-g-(MA/ST). Comme ils ont constaté que l'addition de cet agent compatibilisant a amélioré les propriétés rhéologiques et thermiques des nanocomposites [64].

Edith Madder et al (2006): Se sont intéressés à la modification de la matrice dans les composites PP/jute et d'étudier l'effet de l'agent de couplage PP-g-MA sur leurs propriétés mécaniques et interfaciales. Ils ont conclu que l'addition de 2% de PP-g-MA peut améliorer l'adhésion entre le PP et la fibre de jute. Une augmentation de la résistance à la traction a été observée pour les composites PP/jute, attribuée à l'amélioration d'adhérence interfaciale [65].

Une année plus tard, **Edith Madder et al (2007)**, ont complété leur étude en travaillant sur le comportement mécanique, thermique, hydrothermique et dynamique des composites PP/jute en présence de PP-g-MA. Pour le développement et l'application des composites PP/jute, il faut augmenter simultanément la résistance thermique et hydrothermique en décalant le processus de dégradation thermique aux températures plus élevées et diminuer la prise d'humidité. Une augmentation d'absorption d'humidité a été observée avec l'augmentation de la quantité de la fibre, les composites modifiés absorbent moins d'humidité que les composites non modifiés. Cette conclusion est confirmée par la prise d'humidité réduite en présence de PP-g-MA, ce qui réduit le nombre de parties hydrophiles de la surface de la fibre. La modification des composites en employant 2% de PP-g-MA a un effet sur le comportement thermique, un gain de 10°C dans la température de début de décomposition est enregistré pour les composites modifiés par rapport à ceux non modifiés. Ainsi, ils ont constaté que la modification des composites en employant 2% de PP-g-MA comme modificateur de matrice a amélioré légèrement la résistance thermique, cet effet

pourrait être attribué à l'interaction forte entre la fibre et la matrice causée par la formation de liaisons covalentes à l'interface [66].

Un autre travail mené par **John Z. Lu et al (2004)** en étudiant l'influence de l'agent compatibilisant PP-g-MA (2 ; 3 et 6%) sur les propriétés thermiques et mécaniques des composites PVC/bois. Ils ont constaté que le module de conservation (E') croît avec l'augmentation de la teneur de PP-g-MA et atteint une valeur optimale de 9 GPa pour une teneur de 3%. La température de transition vitreuse des composites maleatés était autour de 89°C, entre la T_g du PVC et celle du bois. Il a été constaté, après l'ajout de l'agent compatibilisant, que le pic de la DTG est décalé vers une plus haute température et la vitesse maximale de dégradation est nettement inférieure comparativement au PVC et à la fibre mais pas aux composites non traités. Ceci indique que l'agent de couplage maleaté a amélioré la stabilité thermique des composites PVC/bois. [67]

Sonia M.B. Nachtigall et al (2007) : Ont traité le PP avec le vilytriéthoxysilane et utilisé le PP-g-MA comme agent compatibilisant dans les composites PP/farine de bois. Ils ont observé que les deux agents de couplage ont amélioré les propriétés des composites. Cependant, les composites modifiés avec le silane ont présenté une meilleure résistance à la traction, faible taux d'absorption d'eau et une morphologie plus homogène que les composites modifiés avec l'anhydride maléique. La stabilité thermique des composites PP/farine de bois modifiés avec les silanes et PP-g-MA a augmenté comparativement aux composites non modifiés [68].

Concernant le travail de **Shusheng Pang et al (2008)** : WPCs ont été réalisés à partir du HDPE recyclé et vierge avec de la farine de bois en présence de PP-g-MA. La stabilité dimensionnelle et les propriétés mécaniques, qui sont des propriétés importantes dans l'utilisation du produit, et la microstructure de rupture des surfaces étaient étudiées. Des conclusions suivantes ont été tirées de ce travail.

- L'épaisseur de gonflement et l'absorption d'eau augmentent avec la teneur en bois, cependant, l'ajout de PP-g-MA réduit ces propriétés de manière significative. Les composites de 50 % en poids de HDPE recyclé avec 3 à 5 % en poids de PP-g-MA peuvent acquérir des propriétés de stabilité équivalentes à celles des composites obtenus à partir de 70 % en poids de HDPE recyclé sans agent de couplage.

- Les propriétés mécaniques des composites préparés à partir de HDPE recyclé sont semblables à ou dans certains cas, meilleures que les composites élaborés à partir de HDPE vierge. Les composites contenant une teneur faible en bois en présence de l'agent de couplage PP-g-MA ont une meilleure résistance à la traction. Le MEB confirme que l'ajout de PP-g-MA améliore l'adhésion interfaciale.
- Ce travail a prouvé que les composites traités avec des agents de couplage maleatés peuvent être les plus utilisés comme matériaux de bâtiment dû à leur stabilité et propriétés mécaniques améliorées [69].

S. Thomas et al (2003): Ont élaboré des composites à matrice PP renforcée par des fibres de sisal. Dans le cas des composites traités par PP-g-MA, l'adhérence améliorée peut être attribuée à la réaction d'estérification entre les groupes hydroxyle de la fibre de cellulose et les fonctions d'anhydride du PP maleaté, ceci est vérifié par les photographies du MEB. À une température de 500 °C, les pertes en poids pour les composites traités et non traités à 20% en poids de fibre sont de 98,3 et 91,67 % respectivement. L'augmentation de la stabilité thermique des composites traités est due à la liaison intermoléculaire entre la fibre et la matrice modifiée [70].

Une étude est menée par **A. K. Bledzki et al (2006)** sur l'utilisation des agents moussants et un agent compatibilisant PP-g-MA dans le but d'améliorer les propriétés mécaniques des composites PP/sisal. La densité a diminué jusqu'à 0.741g/cm³. L'étude a montré une amélioration de 80% des propriétés physico-mécaniques [71].

Dans un autre travail **A.K. Bledzki et al (2010):** ont travaillé sur l'effet de l'agent compatibilisant PP-g-MA sur les propriétés des composites PP renforcés avec la cosse de blé ou la farine de bois. Les résultats ont montré que la résistance à la traction des composites de cosse de blé et des composites en bois sont plus ou moins semblables. D'autre part, la résistance à la traction des composites traités avec l'agent de couplage est améliorée de 15 à 35%, due à la formation de la liaison ester entre la fibre et le polypropylène par l'intermédiaire de l'agent compatibilisant PP-g-MA. Comme ils ont observé que les composites renforcés avec les fibres de bois enregistrent un allongement à la rupture d'environ 110% alors que les composites de cosse de blé ont atteint que 50%. L'addition de PP-g-MA n'a pas influé sur la propriété d'allongement qui est due à l'augmentation de la dureté. D'après cet auteur, la

résistance aux chocs d'un composite est influencée par plusieurs facteurs, y compris les propriétés de dureté du renfort, de la nature de la zone interfaciale et du travail de friction impliqué en retirant la fibre de la matrice. Il a été observé que la résistance aux chocs des composites de cosse de blé est de 15% meilleure que les composites en bois. Ceci a pu être expliqué par la fragilité, le facteur de forme, la forme géométrique et les propriétés surfaciques de la fibre. Ils ont observé également que la propriété de résistance aux chocs n'est pas sensible à la présence de l'agent compatibilisant.[72].

H. Ismail et al (2005): Ont utilisé le caoutchouc naturel maleaté NR-g-MA comme agent de couplage pour le composite caoutchouc naturel/papier. La résistance à la traction diminue avec l'augmentation de la teneur en fibre (10; 20; 30 et 40%) dans les composites avec et sans l'addition de NR-g-MA. Les composites traités montrent une résistance à la traction plus élevée due à une adhésion plus forte à l'interface fibre-matrice donc un meilleur transfert de contraintes à partir de la matrice vers les fibres. Les images du MEB prouvent que la dispersion et la mouillabilité des composites se détériore avec l'augmentation de la teneur en fibre mais la présence de l'agent de couplage réduit le détachement des fibres et diminue la formation d'agrégats [73].

M. Bengtsson et al (2007): Ont focalisé leur étude sur l'élaboration d'un matériau composite à base de polypropylène chargé avec les fibres lignocellulosiques par le procédé d'extrusion, et sur l'évaluation des propriétés mécaniques de ces composites. Pour améliorer l'adhésion interfaciale ils ont utilisé le PP-g-MA comme agent compatibilisant. L'ensemble de leurs résultats est résumé comme suit :

- Les tests de flexion montrent que l'augmentation du taux de charge ainsi que l'addition d'un agent compatibilisant améliorent significativement la rigidité et la résistance de ces composites.
- La microscopie électronique à balayage montre que le PP-g-MA améliore la dispersion des charges qui indique une meilleure adhésion interfaciale entre la fibre lignocellulosique et la matrice.
- La résistance au choc du composite diminue avec l'augmentation du taux de charge mais croit en présence de PP-g-MA [74]

A.Ashori et al (2010): ont travaillé sur les effets des espèces en bois (le chêne et le pin) sur les propriétés physiques et mécaniques des composites à base de polypropylène en

présence de PP-g-MA avec et sans l'élimination des extractibles. Les conclusions suivantes peuvent être tirées:

- La résistance à la traction des composites a augmenté par rapport au polypropylène vierge, les résultats ont prouvé que la fibre de pin a eu un effet significatif sur les propriétés mécaniques attribué à une longueur plus élevée de fibre de pin comparé au chêne, ces données prouvent que la résistance à la traction des composites croît avec l'augmentation de la longueur de la fibre. La raison possible proposée pour ce genre de comportement peut être l'adhésion interfaciale améliorée entre la matrice et les fibres. Le module a montré une tendance semblable comme la résistance à la traction et montre une amélioration maximale de 2613MPa pour l'échantillon de PP/FP sans extractibles, qui est 210% plus élevé que celui de la matrice vierge. La fibre de pin a amélioré la résistance aux chocs, ceci a été prévu parce que les fibres de pin sont plus résilientes. La présence du bois provoque la propagation de fissure dans la matrice, de ce fait provoque l'endommagement des composites. Une autre raison de la diminution de la résistance aux chocs peut être la rigidité des chaînes du polymère après l'ajout de la farine de bois. Les extractibles jouent un rôle important dans le processus d'endommagement en abaissant l'interaction entre les matériaux lignocellulosiques et PP-g-MA, ils peuvent se répandre sur la surface, de ce fait bloquant des cellules et réduisant le contact de la matrice avec les groupes hydroxyle (-OH) de la fibre cellulosique. Ceci pourrait à leur tour réduire l'adhésion à l'interface.
- Le caractère hydrophile des fibres est responsable de l'absorption de l'eau dans le WPC. La différence dans l'absorption de l'eau entre les composites extraits et non extraits est due au blocage des groupes OH par les extractibles et PP-g-MA [75].

Toujours par **Alireza Ashori et al (2010)**: des composites ont été préparés à partir de la fibre de journal récupéré (RNF) et de la farine de bois de peuplier (PWF) comme renfort, le polypropylène recyclé (RPP) comme matrice polymère, et PP-g-MA comme agent de couplage, en employant le moulage par injection. Les effets du taux des mélanges de la fibre/journal (30/0; 22,5/7,5; 15/15; 7,5/22,5; 0/30) et de l'agent de couplage (2; 3 et 4%) sur les propriétés physiques des composites en termes d'absorption d'eau et d'épaisseur de gonflement ont été étudiés. Les composites contenant plus de fraction de RNF ont montré l'absorption maximale de l'eau pendant la durée entière de l'immersion. Cet effet peut être expliqué par la présence d'un taux élevé de lignine et moins d'holocellulose dans le RNF, comparé au PWF. L'addition de PP-g-MA a montré un effet bénéfique sur l'absorption de

l'eau et l'épaisseur de gonflement en améliorant la qualité de l'adhérence entre le polymère et les fibres, ainsi réduire les microvides à l'interface fibre-matrice et réduire les groupes hydrophiles responsables de l'absorption d'eau [76].

Chapitre III

Matériaux utilisés et techniques expérimentales



CHAPITRE III. MATERIAUX UTILISES ET PROCEDURES EXPERIMENTALES

Dans ce chapitre, nous présenterons une description sommaire des matériaux utilisés dans les différentes formulations, méthodes de caractérisation physico-chimiques de la farine d'alfa, la synthèse de l'agent de couplage PVC-g-MA, le mode de préparation des mélanges PVC/alfa ainsi que les procédés d'élaboration des composites.

III.1. MATERIAUX UTILISES

III.1.1. Polychlorure de vinyle (PVC)

Le matériau de base utilisé dans les différentes formulations est le polychlorure de vinyle de type SE-1200. Procuré au niveau de CABEL Algérie, les principales caractéristiques physiques de ce polymère sont :

- **Densité** : 0.481-0561, déterminée selon la norme **ASTM D 1895**.
- **K-wert** : 70.2-72.0.
- **Viscosité** : 0990-1.030, déterminée selon la norme **ASTM D 1243**.

III.1.2. Additifs

III.1.2.1. Plastifiant

Le plastifiant incorporé dans les différentes formulations est le **diocyle phtalate** connu sous le nom de **DOP**. Les différentes caractéristiques du DOP utilisé dans cette étude son indiquées dans le tableau 6.

Tableau 6: Propriétés du DOP utilisé.

Caractéristiques	Méthodes	Spécification	Unités
Aspect	-	Liquide huileux limpide	-
Densité à 20°C	ASTM D 1298-90	0.982-0.986	-
Viscosité à 20°C	ASTM D 445-88	75-85	Cst
Point d'inflammabilité	ASTM D 93-90	> 190	°C
Teneur en eau	ASTM E 203-92	≤ 0.1	%

III.1.2.2. Stabilisant thermique

Des stabilisants à base de Ca/Zn sont incorporés dans les différentes formulations. Les principales caractéristiques de ces stabilisants sont:

Densité: 0.37

Teneur en Zn : 2.25%

III.1.2.3. Lubrifiant

Le lubrifiant utilisé est l'acide stéarique, dont les principales caractéristiques sont données dans le tableau suivant :

Tableau 7: Caractéristiques de l'acide stéarique.

Caractéristiques	Spécification	Unités
Nom commercial	EDENOR STB	-
Poids spécifique	0.84-0.85	-
Indice d'acide	207-210	-

III.1.3. Anhydride maléique

Tableau 8: Caractéristiques de l'anhydride maléique.

Formule chimique	Masse moléculaire	Point de fusion	Pureté
$C_{14}H_{2}O_3$	98.06 g/mol	52-54°C	99.5%

III.1.4. Peroxyde de benzoyle

Tableau 9: Caractéristiques de Peroxyde de benzoyle.

Formule chimique	Masse moléculaire	Point de fusion	Absorption d'eau
$C_4H_{10}O_4$	122 g/mol	103-105°C	25%

III.1.5. Xylène

Tableau 10: Caractéristiques de Xylène.

Formule chimique	Masse moléculaire	Densité	Température d'ébullition
C ₈ H ₁₀	106.7 g/mol	0.865	139-141°C

III.1.6. PP-g-MA

L'agent de couplage PP-g-MA a été synthétisé au laboratoire des matériaux organiques [77].

III.1.7. Alfa

La charge naturelle utilisée dans notre étude est extraite des tiges d'alfa de la région de M'sila en Algérie, cette fibre a subi plusieurs prétraitements :

- Lavage des tiges avec de l'eau.
- Séchage à l'air libre pendant 48h.
- Découpage à une longueur de 4 à 5 cm.
- Broyage à l'aide d'un broyeur.
- Le tamisage est réalisé au laboratoire de génie des procédés, université de Bejaia avec une tamiseuse automatique de type **controlab automatic sieve shaker D411**. La dimension de la farine est inférieure à 125 µm.

III.1.7. Caractérisation physique et thermique de la farine d'alfa

III.1.7.1. Détermination de la densité

Pour la détermination de la densité, on a utilisé la méthode pycnométrique exprimée par la relation:

$$\text{Densité}(d) = \frac{\rho(m_1 - m_0)}{(m_3 - m_0) - (m_2 - m_1)}$$

Avec :

ρ : densité de l'éthanol qui vaut 0.81 g/cm³,

m_0 : masse du pycnomètre de 10 ml vide,

m_1 : masse du pycnomètre contenant 1 gramme de la fibre d'alfa,

m_2 : masse du pycnomètre contenant 1 gramme de la fibre d'alfa et rempli jusqu'au trait de jauge par l'éthanol,

m_3 : masse du pycnomètre rempli seulement avec de l'éthanol jusqu'au trait de jauge.

III.1.7.2. Détermination du taux en eau libre

C'est la quantité d'eau que perd un échantillon d'alfa de 5 g après étuvage à 105 °C jusqu'à obtention d'une masse constante.

$$\text{Taux en eau libre \%} = \frac{m_0 - m_f}{m_0} \times 100$$

Avec m_0 est la masse initiale de la prise d'essai (5 grammes) et m_f la masse constante après étuvage.

III.1.7.3. Détermination du taux d'absorption

C'est la quantité d'eau maximale que peut absorber un échantillon de 5 grammes préalablement étuvé pour qu'il puisse perdre son eau libre, après une immersion complète dans de l'eau distillée. Le taux d'absorption est calculé par la relation suivante :

$$\text{Taux d'absorption d'eau (\%)} = \frac{m_f - m_0}{m_0} \cdot 100$$

m_0 étant la masse de l'alfa avant immersion et m_f masse de l'alfa après immersion.

III.1.7.4. Propriétés thermiques de la fibre d'alfa

Pour cette analyse, on a utilisé un appareil de type SETERAM TGA92 DTA92, piloté par ordinateur, avec un programme de température allant de 20 à 600 °C à une vitesse de chauffage de 10 °C/min sous atmosphère inerte (azote).

III.1.8. Caractérisation chimique de la fibre d'alfa

III.1.8.1. Le taux d'extractibles

Les extractibles sont des composés solubles dans des solvants (éther de pétrole, méthanol, dichlorothane, eau).

Une prise d'essai de la farine d'alfa (m_0) mise dans une cartouche d'extraction recouverte du coton est introduite dans le soxhlet en utilisant l'acétone comme solvant. Puis, elle est chauffée à reflux pendant 24h. Après, elle est séchée à l'air libre puis à l'étuve à 105°C durant 12h. Enfin, l'échantillon analysé est récupéré puis pesé (m_1).

Le taux d'extractibles est donné par la relation suivante :

$$\text{Extractible (\%)} = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100$$

III.1.8.2. Le taux de matière minérale (TMM)

La matière minérale existante dans les fibres d'alfa est obtenue par incinération d'une quantité (m_0) de ces dernières dans un four à 800°C pendant 4 heures. La masse du résidu obtenu (cendre) (m_1) représente la teneur de la matière minérale.

Le taux de matière minérale (TMM) est exprimé par la relation suivante :

$$\text{TMM (\%)} = \frac{m_1}{m_0} \cdot 100$$

III.1.8.3. Le taux de lignine

Une prise d'essai de la fibre d'alfa (m_0), est immergée dans un bécher contenant l'acide sulfurique concentré à 72 % puis le bêche est recouvert par un papier para film et est laissé à la température ambiante durant 2h, avec une légère agitation toutes les 15 minutes. Ensuite, le contenu du bêche est chauffé à reflux pendant 4h dans un ballon contenant 500 ml de l'eau distillée chaude. Ce temps écoulé, on a laissé reposer à température ambiante pendant 24h, on filtre sous vide, on rince avec l'eau distillée chaude, ensuite, avec l'eau froide jusqu'à pH neutre. Enfin, le filtre obtenu est séché à l'étuve à 105°C jusqu'à masse constante m_1 .

Le taux de la lignine est exprimé par la relation suivante :

$$\text{Lignine(\%)} = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \cdot 100$$

III.1.8.4. Le taux de matières cellulosiques

III.1.8.4.1. Le taux de cellulose

L'obtention de cellulose s'effectue en deux étapes :

➤ **Elimination de la lignine (blanchissement)**

Un échantillon de masse m_0 égale à 5g de la farine d'alfa sans extractibles séché à l'étuve à 105°C est introduit dans un ballon, auquel une solution tampon d'acide acétique et d'acétate de sodium ($\text{CH}_3\text{COOH}/\text{CH}_3\text{COO}^-\text{Na}^+$) est ajoutée jusqu'à immersion totale de l'alfa. Ensuite, le mélange est chauffé à reflux à une température de 80° C pendant 8h, en ajoutant chaque 2h, 2g de (NaClO_3). Après, le contenu du ballon est laissé reposer durant 24h, puis filtré sous vide tout en lavant avec de l'eau distillée, puis avec l'acétone. Le filtrat est laissé reposer à température ambiante pendant 24h et est séché à 105°C, jusqu'à masse constante m_1 .

➤ **Elimination de l'hémicellulose**

La masse m_1 récupérée dans la première étape est introduite dans un bécher, à laquelle la solution de soude à une concentration de 2M est ajoutée jusqu'à immersion totale. Puis, le bêche est recouvert par un papier para film et laissé à température ambiante durant 30 mn avec une légère agitation toutes les 10 mn. Ensuite, 100 ml d'eau distillée sont ajoutés et on a laissé reposer à température ambiante pendant 24h. Il s'ensuit une filtration sous vide tout en lavant avec de l'acide acétique à 10%, puis avec de l'eau distillée jusqu'à obtention d'un pH de 7 et enfin, un séchage à l'étuve pendant 4h à 105°C, ainsi on pourrait déduire le taux de cellulose par la relation suivante:

$$\% \text{ cellulose} = \frac{m_2}{m_0} \cdot 100$$

m_0 : masse pesée de l'échantillon (g).

m_2 : masse du résidu en cellulose (g).

III.1.8.4.2. Le taux d'hémicellulose

Le taux d'hémicellulose est évalué directement par calcul:

$$\text{Taux d'hémicellulose} = 100 - (\% \text{TMM} + \text{Extractibles} + \% \text{Lignine} + \% \text{Cellulose})$$

III.2. PROCEDURES EXPERIMENTALES

III.2.1. Synthèse de PVC-g-MA

Le protocole expérimental utilisé pour la synthèse de PVC-g-MA est le suivant :
La réaction de greffage est effectuée dans un ballon tricol (figure 6), muni d'un réfrigérant, le mélange réactionnel est constitué de 10g de polychlorure de vinyle et 150 ml de xylène. Le mélange est porté à reflux sous agitation constante et sous atmosphère d'azote à une température 140°C jusqu'à la dissolution totale. Puis, 2g de l'anhydride maléique et 0.02g de peroxyde de benzoyle sont ajoutés et on poursuit la réaction pendant 1h.
A la fin de la réaction, on ajoute de l'eau distillée jusqu'à précipitation, puis, le mélange est filtré, lavé à plusieurs reprises avec de l'eau distillée et filtré sous vide. Le produit obtenu est séché dans une étuve à 50°C pendant 24 heures.



Figure 6: Photo du montage de synthèse de PVC-g-MA.

III.2.2. Préparation des composites PVC/alfa

III.2.2.1. Dry-Blend

La résine de polychlorure de vinyle et l'acide stéarique sont introduits dans la chambre d'un turbo mélangeur de type **TG6HK8 (figure 7)**. La température de mélangeage augmente par friction, on ajoute alors le plastifiant et on continue de mélanger sans dépasser la température de 80°C. Pour éviter la prégélification, on refroidit le mélange jusqu'à 40°C. Le compound obtenu appelé mélange à sec, est utilisé pour la préparation des différentes formulations.



Figure 7: Photo du turbo mélangeur.

La composition du compound est rapportée dans le tableau 11

Tableau 11 : Composition du compound.

Ingrédients	Concentration en pcr
PVC	100
Plastifiant : DOP	30
Stabilisant : Ca/Zn	4
Lubrifiant : Acide stéarique	0.5

III.2.2.2. Calandrage

Les mélanges PVC/alfa ont été préparés dans une calandre de marque **LE SCUYER** de type **A80** (figure 8). La température le long du mélangeur à deux cylindres est maintenue à 140°C. On a incorporé d'abord le compound pour le ramollir puis on a ajouté la charge à différentes concentrations. Ces formulations vont être utilisées dans le moulage par compression pour la préparation des plaques.



Figure 8: Photo de la préparation des films par calandrage.

III.2.2.3. Compression

Les formulations obtenues par calandrage sont introduites entre les plateaux d'une presse de marque FONTJINE de model TP400 (figure 9), sous une pression de 300KN et à une température de 170°C pendant 5mn. Les plaques ainsi obtenues avec des dimensions de 300x300x 2 mm sont refroidies à température ambiante.



Figure 9: Photo de la presse utilisée pour la préparation des plaques.

Les proportions de chaque constituant dans les formulations sont reportées dans le tableau 12

Tableau 12: Composition des formulations des mélanges de PVC/alfa avec et sans PVC-g-MA ou PP-g-MA.

Ingrédients Formulations	PVC (g)	Alfa (g)	PVC-g-MA (g)	PP-g-MA (g)
F ₁	100	-	-	-
F ₂	90	10	-	-
F ₃	80	20	-	-
F ₄	70	30	-	-
F ₅	89	10	1	-
F ₆	79	20	1	-
F ₇	69	30	1	-
F ₈	87	10	3	-
F ₉	77	20	3	-
F ₁₀	67	30	3	-
F ₁₁	85	10	5	-
F ₁₂	75	20	5	-
F ₁₃	65	30	5	-
F ₁₄	87	10	-	3
F ₁₅	77	20	-	3
F ₁₆	67	30	-	3



Chapitre IV

Techniques de caractérisation

CHAPITRE IV. TECHNIQUES DE CARACTERISATION

Afin de confirmer le greffage de l'anhydride maléique sur le PVC et mettre en évidence les performances des matériaux composites élaborés, nous avons effectué les tests suivants :

- La spectroscopie (IRTF).
- Dosage chimique.
- Diffraction des rayons X.
- Tests physiques: densité, absorption d'eau.
- Tests mécaniques: la traction et la dureté shore D.
- Test thermique (ATG/DTG).
- Test morphologique: Microscopie Electronique à Balayage (MEB).
- Tests diélectriques.

IV.1. LA SPECTROSCOPIE IRTF

La technique spectroscopique IRTF est l'une des méthodes les plus utilisées pour l'analyse qualitative et quantitative des matières organiques. Les spectres IR de polychlorure de vinyle maleaté ont été enregistrés sur un spectromètre de modèle **SHIMADZU FTIR-8400S**, piloté par un ordinateur muni d'un logiciel de traitement avec une résolution de 4 cm^{-1} et dans la région 4000 cm^{-1} à 400 cm^{-1} . Des pastilles de mélange KBr/PVC-g-MA de proportions 100:8 massique respectivement, ont été analysées dans le but d'identifier les groupements carbonyles de l'anhydride maléique qui absorbe en IRTF entre 1860 cm^{-1} et 1600 cm^{-1} .

IV.2. TITRAGE CHIMIQUE

Le titrage chimique utilisé dans notre étude est tiré de celui décrit par **C. Nackason et al [79]** pour déterminer le taux de greffage de l'anhydride maléique sur le polymère.

Il consiste à peser 1g de polychlorure de vinyle modifié, le porter à reflux dans 100ml de xylène et sous agitation, jusqu'à la dissolution totale, la solution chaude est titrée par une solution d'hydroxyde de potassium alcoolique (isopropanol) 0.05N, en utilisant la phénolphtaléique comme indicateur.

Le taux de greffage TG(%) est évalué selon la formule suivante

$$TG\% = \frac{V_{KOH} \times N_{KOH} \times M_{AM}}{2P} \times 100$$

Avec

V_{KOH} : volume de KOH

N_{KOH} : normalité de KOH

M_{AM} : masse moléculaire de l'anhydride maléique

P : prise d'essai

IV.3. LA DIFFRACTION DES RAYONS X (DRX)

La diffraction des rayons X est une méthode d'analyse non destructive utilisée en général pour déterminer la composition minéralogique d'un échantillon. En effet, cette méthode n'est applicable qu'à des milieux cristallins.

Les analyses de diffraction des rayons X ont été effectuées sur un appareil de type X Pert Pro Panalytical en utilisant la raie $K\alpha_1$ du cuivre de longueur d'onde $\lambda = 1,540598 \text{ \AA}$. Les diffractogrammes ont été enregistrés de 0° à 70° (2θ) avec un pas de $0,01^\circ$.

Le taux de cristallinité (TC%) est calculé comme suivant

$$TC\% = \frac{A.c}{A.c + A.a} \times 100$$

A.c: la surface engendrée par la phase cristalline, A.a: la surface engendrée par la phase amorphe

IV.4. CARACTERISATION PHYSIQUE

IV.4.1. Détermination de la densité

La densité est déterminée selon la norme MTD DSM en utilisant un appareil du nom **densimètre modèle DSM** (figure 10) selon le mode opératoire suivant :

- Amener l'échelle graduée à sa position extrême droite à l'aide du bouton 1.
- Dégager le bêcheur en faisant pivoter le plateau.
- Suspendre l'éprouvette et amener l'aiguille entre les repères A et B à l'aide de bouton 2 en tenant la tige 3.

- Amener le repère A de l'échelle graduée en coïncidant avec l'aiguille.
- Tremper éventuellement l'éprouvette dans le bêcher au 3/4 plein d'eau distillé à 20°C et amener la pointe repère en contact avec l'eau à l'aide du bouton 4 puis lire la valeur de la densité.

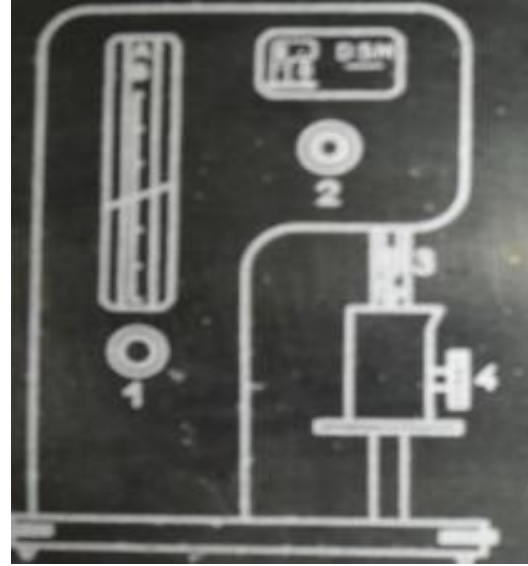


Figure 10: Photo d'un densimètre.

IV.4.2. Test d'absorption d'eau

Le test d'absorption d'eau consiste à sécher des échantillons dans une étuve à 50°C pendant 24h, on les laisse refroidir dans un dessiccateur et on pèse les échantillons en utilisant une balance analytique de précision 0.0001g. Par la suite, les échantillons sont immergés dans l'eau distillée à une température de 23°C, selon la norme ASTM D570. Puis on fait des prélèvements chaque 24h. Les échantillons prélevés sont pesés (m) et la variation de masse est donnée par la formule suivante:

$$\Delta m\% = \frac{m - m_0}{m_0} \times 100$$

IV.5. TESTS MECANIKES

IV.5.1. Test de dureté shore

L'essai de dureté a été effectué selon la norme **NF T51-109**, à l'aide d'un duromètre de type shore D, constitué essentiellement d'un pied presseur, pénétrateur et d'un cadran

permettant de lire l'enfoncement du pénétrateur au bout de 15 secondes. La photo du duromètre est illustrée sur la figure 11.



Figure 11: Photo du duromètre.

IV.5.2. Test de traction

Les essais de traction sont des expériences effectuées dont le but de déterminer l'allongement, la contrainte à la rupture et le module d'Young des matériaux. Les tests mécaniques ont été réalisés sur une machine d'essai de traction, de marque **ZWICK** de type **BTC-FR 2.5TN.D09**. L'essai est réalisé selon la norme **NFC 32-200** à une température de 20°C et à une vitesse de 100 mm/mn sur six éprouvettes de type H2. Ce test consiste à soumettre l'éprouvette à un étirement avec une vitesse constante et on note la force de traction en fonction de l'allongement (voir figure 12).



Figure 12: Photo de la machine de traction.

IV.6. ANALYSE THERMOGRAVIMETRIQUE (ATG/DTG)

L'analyse thermogravimétrique a pour but d'évaluer la perte de masse, la stabilité thermique et la vitesse de décomposition que subit un échantillon au cours d'un traitement thermique en fonction de la température. Les thermogrammes des différents échantillons ont été enregistrés à l'aide d'un appareil thermogravimétrique de type **SETARAM TGA 92**, piloté par un micro-ordinateur. Une masse de 10 à 20 mg est introduite dans un creuset en platine. La perte de masse est mesurée à l'aide d'une thermobalance sous atmosphère inerte d'azote dans un intervalle de température de 20 à 700°C avec une vitesse de chauffe de l'ordre de 20 °C/min.

IV.7. PROPRIETES MORPHOLOGIQUE: MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB)

L'analyse de la morphologie des échantillons des différentes formulations a été effectuée à l'aide d'un microscope électronique à balayage de marque **FEI CONTA 200**, à l'Université A. MIRA de Bejaïa. Vu la sensibilité du MEB, les surfaces à analyser doivent être soigneusement préparées, pour éviter justement toute bavure sur la surface à analyser. On plonge l'échantillon dans l'azote liquide puis on procède à sa fracturation.

IV.8. CARACTERISATION DIELECTRIQUE

Les tests diélectriques consistent à étudier les propriétés diélectriques des composites telles que:

IV.8.1. Permittivité

La permittivité relative est une caractéristique importante d'un diélectrique. Elle permet le choix des matériaux. Les matériaux à faible permittivité sont les plus intéressants [80].

La permittivité relative est le quotient de la capacité C_x entre deux électrodes, supposées noyées dans ce diélectrique, par la capacité C_v de la même configuration d'électrodes dans le vide. Nous avons mesuré la capacité à l'aide d'un spectromètre diélectrique (figure 13), en utilisant un pont de mesure **TETTEX**, soit du type **2821**, ou du type **2801** (pont de mesure de **SCHERING** commutable pour haute et basse tension) selon les prescriptions **VDE 0303, 0331, 0345** et **0370** (Allemagne), ainsi qu'aux recommandations de l'**ASE** (Suisse), et selon les normes de l'**ASTM** (USA).

La loi suivante nous permet de calculer la permittivité relative ϵ' [79]:

$$\epsilon' = \frac{C_d}{\epsilon_0 \times S/d}$$

Avec

ϵ_0 : constante diélectrique du vide, elle est égale à 8.85×10^{-12} (F/m).

S : la surface d'électrode, elle est égale à 20 cm².

d : épaisseur de l'électrode.



Figure 13 : Photo d'un spectromètre diélectrique.

IV.8.2. facteur de dissipation et 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. Les ponts TETTEX indiquent directement la valeur de $Tg\delta$.

$Tg\delta$: est dénommé indice de perte (facteur de dissipation), car il caractérise l'énergie dissipée dans le matériau

La perte diélectrique (ϵ'') peut être exprimée comme suivant [79] :

$$\epsilon'' = \epsilon_0 \times Tg\delta$$

IV.8.3. Mesure de la tension de claquage et la rigidité diélectrique transversale

On appelle claquage d'un diélectrique la destruction de ses propriétés isolantes sous l'influence d'un champ électrique extérieur. La valeur du champ appliqué qui donne naissance à un courant incontrôlable à travers le matériau est appelé la rigidité diélectrique transversale, elle s'exprime par la relation suivante [80]:

$$E = \frac{U}{d}$$

Avec

E : rigidité électrique [KV/Cm].

U : tension appliquée pour laquelle le claquage se produit [V].

d : épaisseur de l'éprouvette [m].

Nous avons effectué le test à température ambiante (27°C), à une pression de 1012 hPa (1hecto Pascal = 0.1 Pa) et un taux d'humidité de 52%, en utilisant l'appareil présenté par la figure 14. L'épaisseur d des échantillons après claquage a été mesurée à l'aide d'un palmer.



Figure 14: Appareil utilisé pour mesurer la tension de claquage.



Chapitre V

Résultats et discussions

CHAPITRE V. RESULTATS ET DISCUSSIONS

V.1. CARACTERISATION DE LA FIBRE D'ALFA

La composition chimique de la fibre d'alfa brute a été déterminée au niveau du laboratoire des matériaux organiques, Université de Bejaia. Les différents résultats sont représentés dans le tableau 13.

La fibre d'alfa, avec sa densité proche de 0,94, est plus légère d'environ 40% que les fibres de lin, chanvre et kénaf, et présente un taux de cellulose suffisant (45%) qui lui 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 sa structure. La température de début de décomposition d'alfa, qui est une caractéristique critique pour son application comme charge ou renfort, est d'environ 180°C, ce qui facilite son utilisation pour la mise en œuvre et l'élaboration des composites PVC/alfa à des températures entre 140 et 170°C.

Tableau 13: Propriétés physico-chimiques et thermiques de la fibre d'alfa brute.

Propriétés	T cell (%)	T lig	T hem	T h (%)	T MM (%)	T abs (%)	T ext (%)	Densité	Td (°C)	Résidu s(%)	Tmax (°C)
Valeurs	45	29.8	20.94	11.2	2	65.08	2.26	0.94	180	25	285

T cell (taux de cellulose), T Tig (taux de lignine), T hem (taux d'hémicellulose), T MM (taux de matière minérale), T abs (taux d'absorption), T ext (taux d'extractibles), Td (température de début de dégradation).

V.2. CARACTERISATION DE PVC-g-MA SYNTHETISE

V.2.1. Titrage chimique

Pour évaluer quantitativement le taux de greffage de l'Anhydride maléique sur le polychlorure de vinyle nous avons utilisé un titrage chimique décrit dans le chapitre II. D'après les résultats de cette analyse nous pouvons estimer le taux de greffage de l'AM sur les chaînes macromoléculaires de PVC à une valeur moyenne de 2.32%, un taux légèrement supérieur à celui de PE-g-MA et PP-g-MA commercialisés utilisés dans la littérature qui se situe dans un intervalle [0,5-0,7] et [0,5-1,2] respectivement [81].

V.2.2. Caractérisation spectroscopique (IRTF)

La réaction de greffage de l'anhydride maléique sur les chaînes macromoléculaires de PVC a été suivie par IRTF. La figure 15 montre le spectre IRTF de PVC vierge et de l'agent de couplage PVC-g-MA (20% de l'AM, 0.2% de PBO). Les spectres sont focalisés dans la région spectrale entre 4000 et 400 cm^{-1} . Selon Li et al 2006 [82] et kameda et al 2010 [83], le spectre IRTF de l'échantillon PVC vierge enregistre différentes bandes d'absorption qui caractérisent ce polymère. Nous constatons principalement:

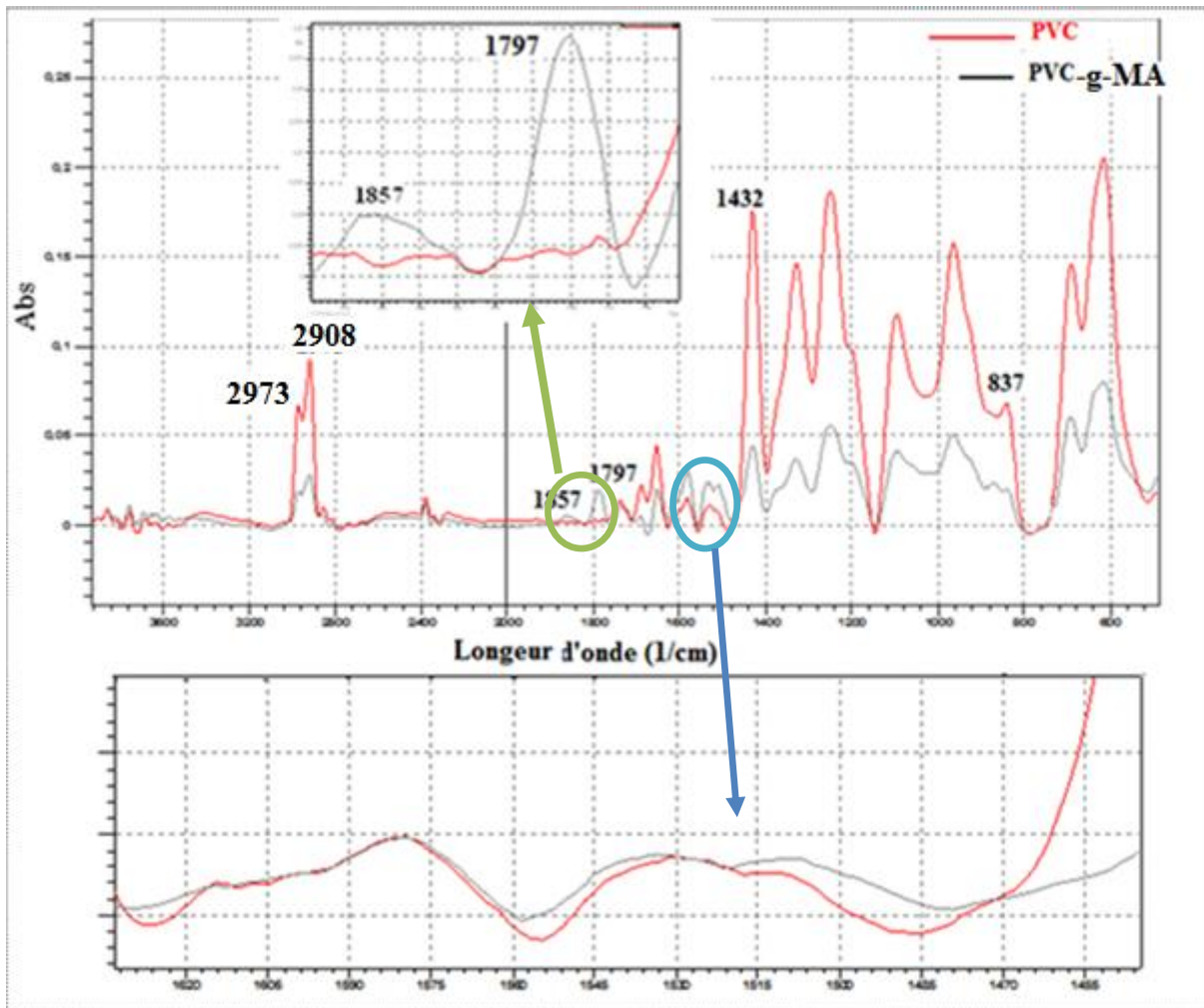


Figure 15: Spectre IRTF de PVC et PVC-g-MA.

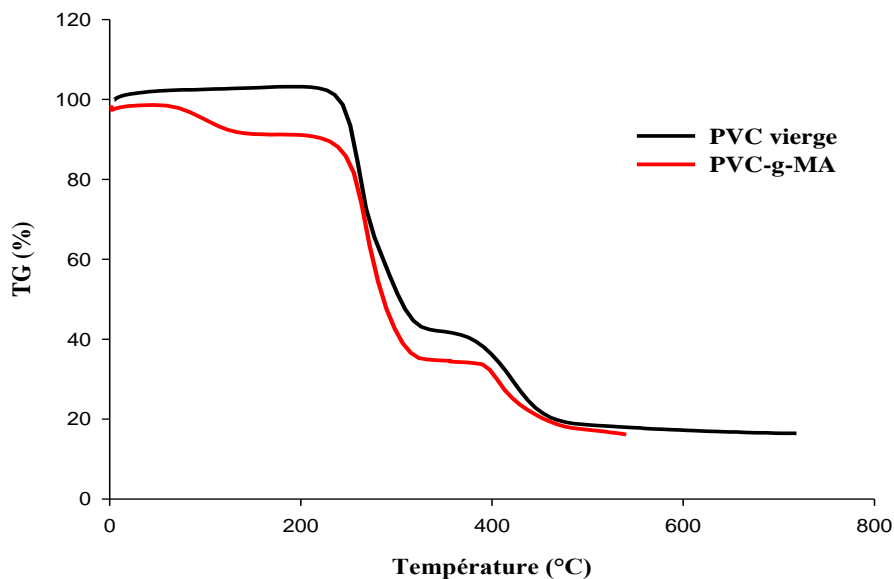
- ❖ Présence de deux bandes d'absorptions à 2973 cm^{-1} et 2908 cm^{-1} traduisant les vibrations d'élongation des liaisons C-H.
- ❖ Un pic est localisé à 1432 cm^{-1} caractéristique des vibrations de déformation de CH_2 .
- ❖ Un pic à 837 cm^{-1} caractéristique des vibrations d'élongation de C-Cl.

La différence entre les spectres du PVC et PVC-*g*-MA synthétisé est localisée dans la région spectrale 1860-1680 cm^{-1} , où on observe deux bandes d'absorption de faibles intensités localisées aux environs de 1857 et 1797 cm^{-1} . Ces bandes peuvent être attribuées à l'anhydride maléique greffé, elles sont dues, respectivement, à la vibration d'élongation asymétrique et symétrique des carbonyles C=O, ces résultats sont en concordance avec ceux obtenus par Nackason et al 2004 [78].

L'absence de l'anhydride maléique non réagi peut être vérifiée par la disparition de la bande caractéristique de la double liaison C=C entre 1600-1500 cm^{-1} , donc l'AM greffé est le seul responsable de l'apparition de la bande des carbonyles, ce qui confirme que le greffage de l'AM sur le PVC a eu lieu.

V.2.3. Analyse thermogravimétrique (ATG/DTG)

L'effet de la réaction de greffage sur la stabilité thermique a été donné par l'analyse thermogravimétrique (ATG-DTG). Les figures (16 et 17) montrent les résultats de l'analyse thermogravimétrique effectuée sur le PVC vierge et le PVC-*g*-MA.



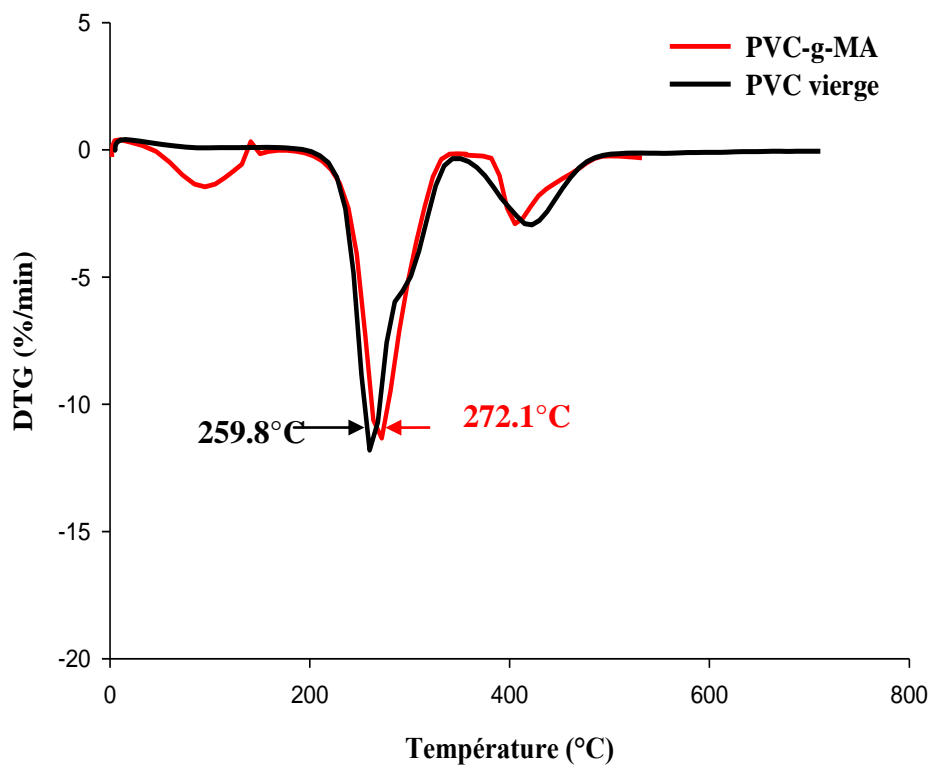


Figure 16: Thermogrammes ATG/DTG de PVC et PVC-g-MA

Le thermogramme TG du PVC-g-MA révèle une faible perte de masse aux environs de 60°C qui est probablement due à l'évaporation d'eau. Cette quantité d'eau a été évaluée à partir des résultats obtenus par l'ATG et donne une valeur de l'ordre de 2.5%. Cette quantité d'eau est due à la présence des groupements anhydrides qui sont polaires et par conséquent ils présentent une affinité avec l'eau. Par ailleurs, la présence de l'AM induit à une légère augmentation de la température de début de décomposition, elle passe de 243,7 °C pour le PVC à 247,1 °C pour le PVC-g-MA. Au de là de ces températures, la dégradation thermique est plus intense, la perte de masse a été évaluée à 57% et 67% pour le PVC et le PVC-g-MA respectivement. A la lumière de ces résultats, nous pouvons conclure que la réaction de greffage de l'AM sur le PVC, engendre un gain de 3°C dans la température de début de décomposition.

D'après Le thermogramme DTG, les vitesses maximales de décomposition pour le PVC vierge et PVC greffé est de 11,8%/mn et 11,30%/mn respectivement. Comme nous remarquons aussi le décalage du pic vers les plus hautes températures pour le PVC-g-MA, signature de la meilleure stabilité thermique.

V.2.4. Analyse morphologique (MEB)

La morphologie des poudres a été examinée en utilisant un microscope électronique de marque **FEI CONTA 200**. Les poudres étaient comprimées sous forme de pastilles avant le visionnement. Comme montre la figure 18(a), le PVC utilisé est une poudre avec une surface qui ressemble à un nid d'abeille. Par ailleurs la figure 18(b) montre que le traitement a changé la morphologie de la surface de la poudre, elle devient beaucoup plus lisse. Li et al 2006 [82], ont indiqué que sous l'effet de greffe, la surface est devenue très plate due à la compatibilité entre le PVC et l'AM, mais d'après Qiu et al 2005 [84], l'AM ne pourrait pas réagir avec la matrice à l'intérieur des poudres, il a juste réagi sur la surface des poudres.

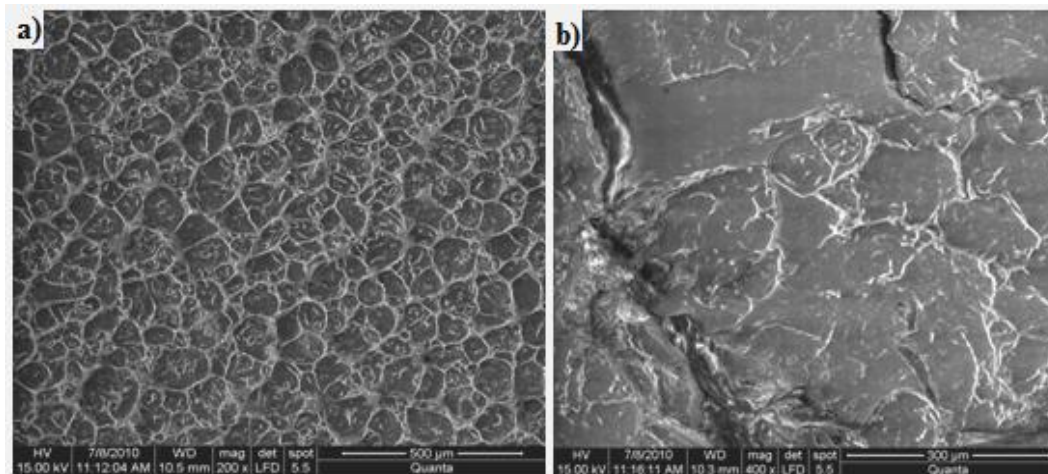


Figure 18: Morphologie de (a): PVC et de (b): PVC-g-MA.

V.3. CARACTERISATION DES COMPOSITES

V.3.1. Caractérisation physique

V.3.1.1. Test de densité

D'après la figure 19, qui montre l'évolution de la densité en fonction des composites traités et non traités du taux de farine d'alfa, la densité des composites varie entre 1,11 et 1,25 alors que celle de PVC est de 1,26. Nous pouvons conclure que la densité des composites a légèrement diminuée mais l'augmentation du taux de charge est accompagnée par une légère élévation de la densité. Toutefois, selon Baroulaki et al 2006 [85], la densité des composites à

fibres lignocellulosiques est beaucoup inférieure aux systèmes thermoplastiques renforcés par les renforts minéraux, qui est bénéfique pour beaucoup d'applications.

Cette augmentation est d'autant plus prononcée pour les composites à 10% du taux de charge traités par le PVC-g-MA, elle passe de 1,11 à 1,25 quand la teneur de PVC-g-MA augmente de 0 à 5% respectivement. Conformément aux résultats de Bledzki et al 2006 [86], ceci est peut être assignée à la substitution des atomes d'hydrogène des hydroxyles par des groupements plus volumineux du PVC-g-MA.

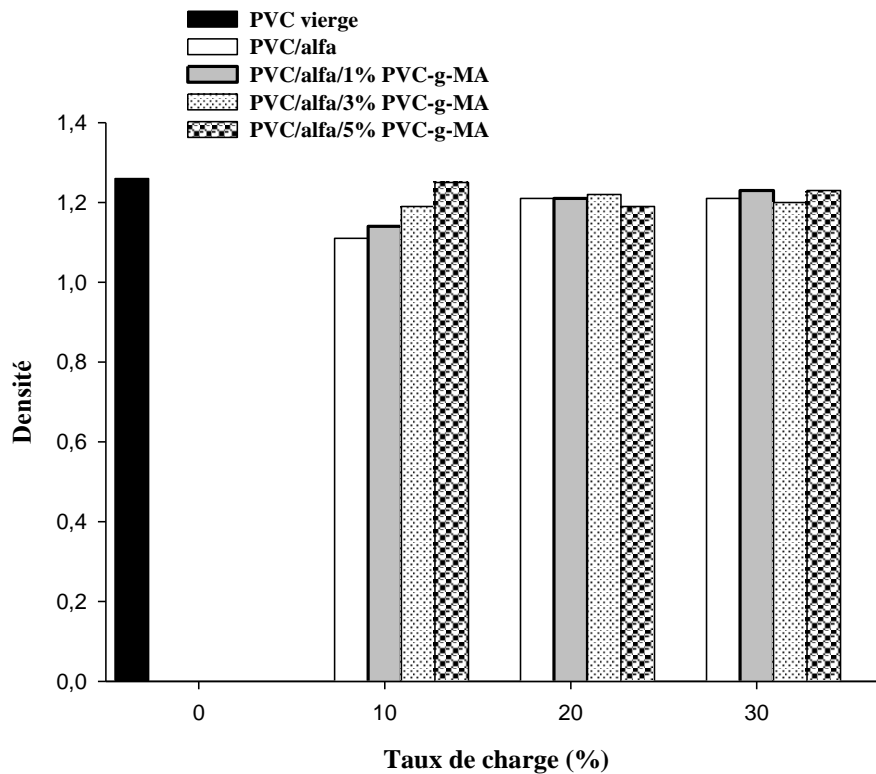


Figure 19: Effet du taux de charge et de PVC-g-MA sur la densité.

L'évolution de la densité en fonction du taux de charge et de la nature de l'agent compatibilisant est illustrée sur la figure 20. L'addition de PP-g-MA apporte une légère diminution de la densité des composites, ceci peut être expliqué par la faible densité de PP (0,91) par rapport à celle de PVC (1,26).

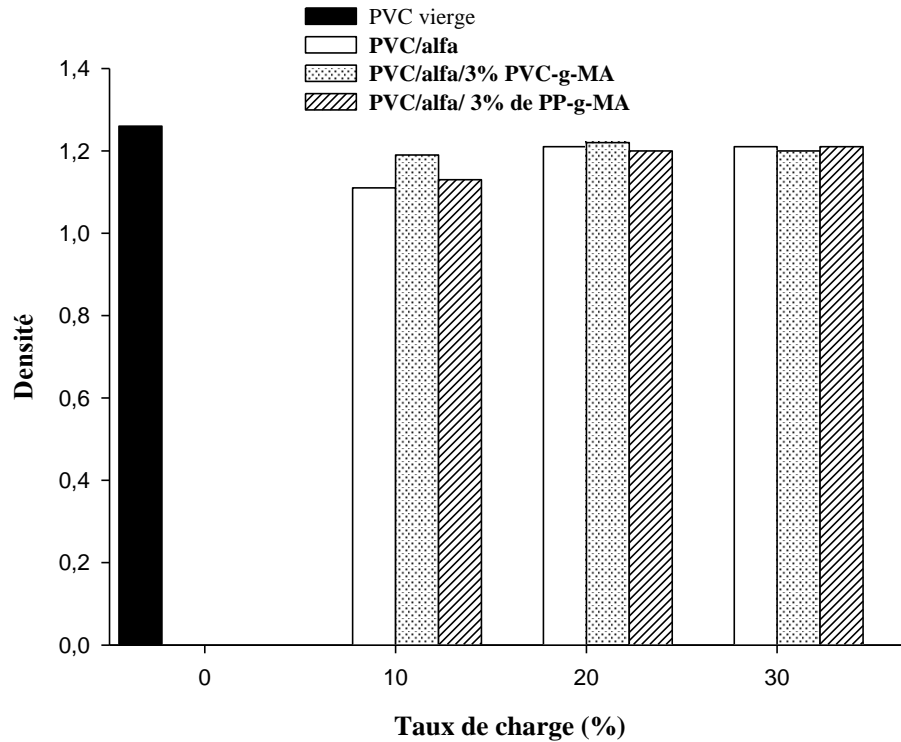


Figure 20: Effet de PVC-g-MA et de PP-g-MA sur la densité.

V.3.1.2. Test d'absorption d'eau

L'absorption a été surveillée en pleine immersion dans l'eau pour une période de 45 jours (1080 h) comme le montre la figure 21. Le caractère hydrophile de la farine d'alfa est responsable de l'absorption d'eau ainsi que la teneur élevée. Au début de l'immersion des échantillons (à des temps entre 0 et 200 heures), la diffusion est très rapide, c'est ce qu'on remarque d'après l'allure des courbes avec une pente importante. A partir de 200 heures, l'eau est absorbée moins rapidement et on observe un palier.

Selon Aliréza Shakeri 2009 [87], généralement l'absorption d'eau croît avec le temps d'immersion jusqu'à atteindre l'état d'équilibre. Quand la teneur de la fibre augmente, le nombre de groupe OH libre de la cellulose croît, d'où l'augmentation d'absorption d'eau. Ces groupes OH libres se mettent en contact avec l'eau et forment des liaisons hydrogène ce qui cause un gain de masse dans les composites.

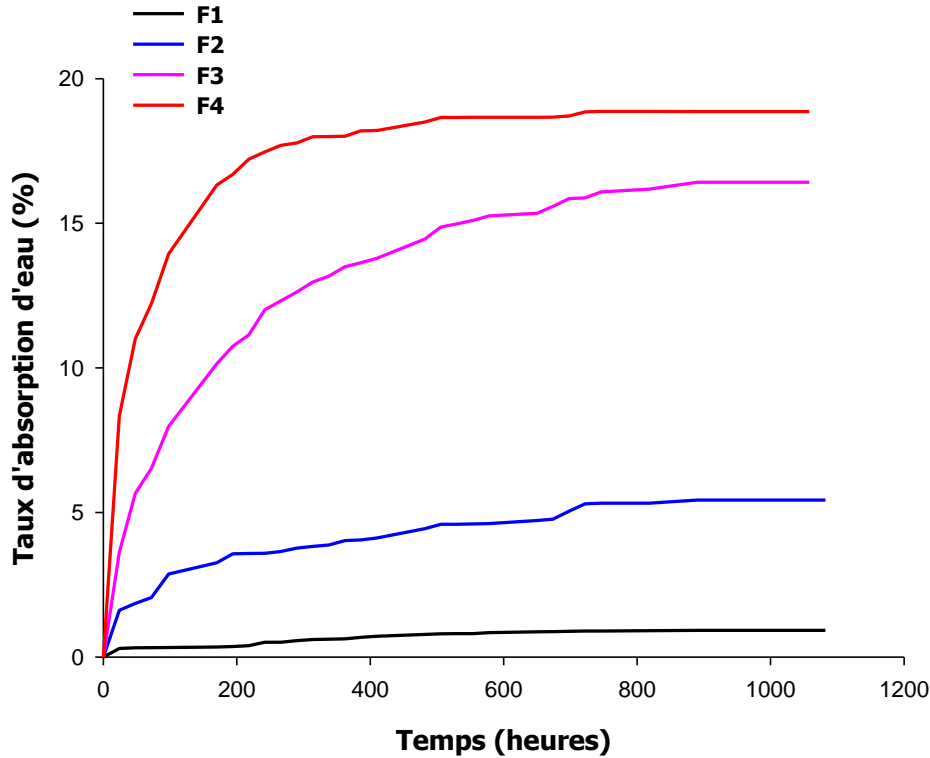


Figure 21: Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PVC/alfa en fonction du temps,

F1 (PVC); F2 (PVC/10% alfa/0% PVC-g-MA); F3 (PVC/20% alfa/0% PVC-g-MA);
F4 (PVC/30% alfa/0% PVC-g-MA).

Nous avons observé que les composites traités avec PVC-g-MA (1; 3 et 5%) et 3% de PP-g-MA montrent relativement un faible taux d'absorption par rapport aux non traités surtout pour un taux de charge de 10% qui est accompagné d'une réduction de 55% pour une teneur de 5% en PVC-g-MA (figure 22). D'après Nachtigall 2007 [68], ceci indique que l'agent compatibilisant améliore la compatibilité entre la fibre et la matrice en établissant des liaisons entre le groupe hydroxyle de la surface de la fibre et le groupe fonctionnel de l'agent de couplage, empêchant la fibre cellulosique de se lier avec l'eau, ainsi limitant le taux d'absorption. Nous constatons aussi que les composites contenant 3% de PVC-g-MA absorbent 10% moins que les composites à 3% de PP-g-MA, ce résultat est attribué à la formation de microvides entre les chaînes du copolymère PP/PVC [87].

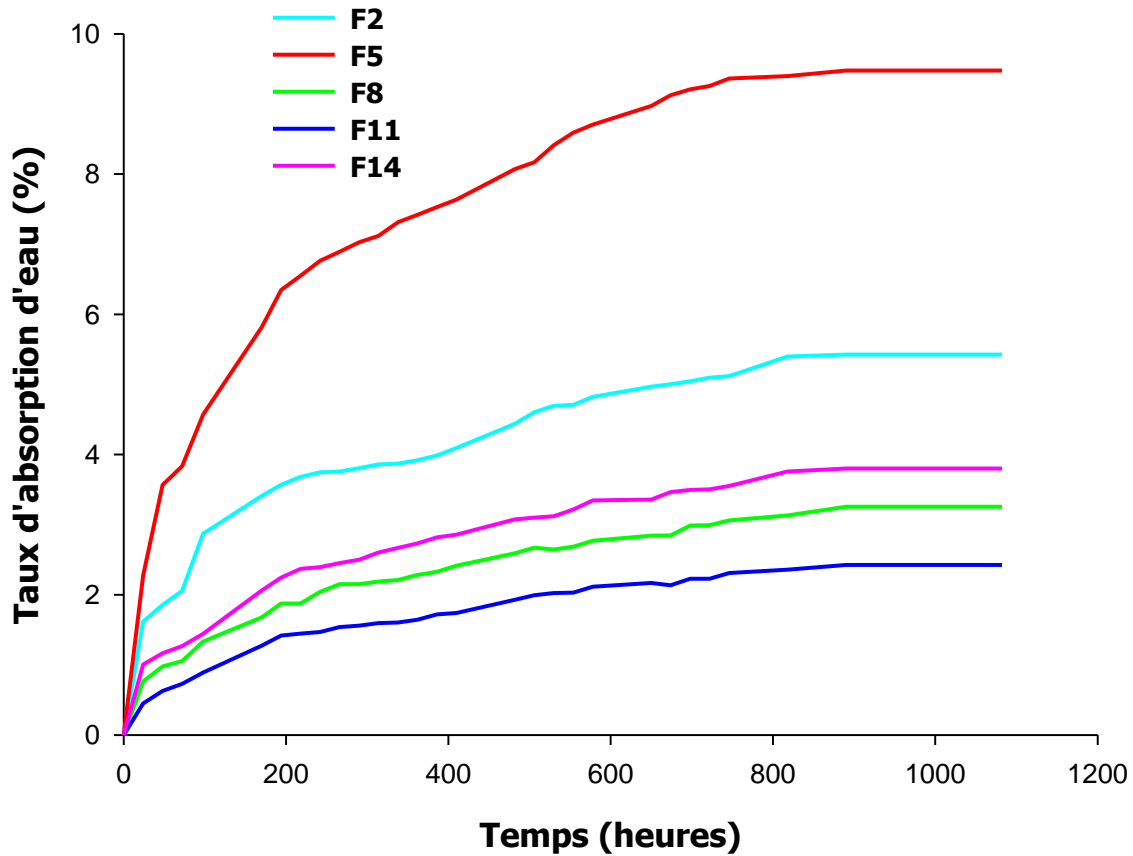


Figure 22: Effet des agents de couplage sur le taux d'absorption d'eau (pour 10% du taux de charge).

F2 (PVC/10% alfa/0% PVC-g-MA); F5 (PVC/10% alfa/1% PVC-g-MA); F8 (PVC/10% alfa/3% PVC-g-MA); F11 (PVC/10% alfa/5% PVC-g-MA); F14 (PVC/10% alfa/3% PP-g-MA).

Par contre, pour les formulations à 30% de farine d'alfa des composites traités (figure 23), nous avons remarqué un taux d'absorption moins élevé par rapport aux composites non traités mais qui est proche avec les différentes teneurs en agent compatibilisant. On peut dire que la quantité de ce dernier n'a aucune influence sur ce paramètre quand le taux de charge est de 30%. Wang et al 2008 [88] attribuent ce comportement au fait que l'absorption de l'eau par la fibre cellulosique dépend du nombre de groupes d'hydroxyle libres ainsi que l'augmentation des régions amorphes provoquées par une mauvaise dispersion de la fibre et qui sont accessibles par l'eau. La même interprétation a été donnée par Kamal 2009 [69] en utilisant PP-g-MA comme agent compatibilisant pour les composites PEHD/bois.

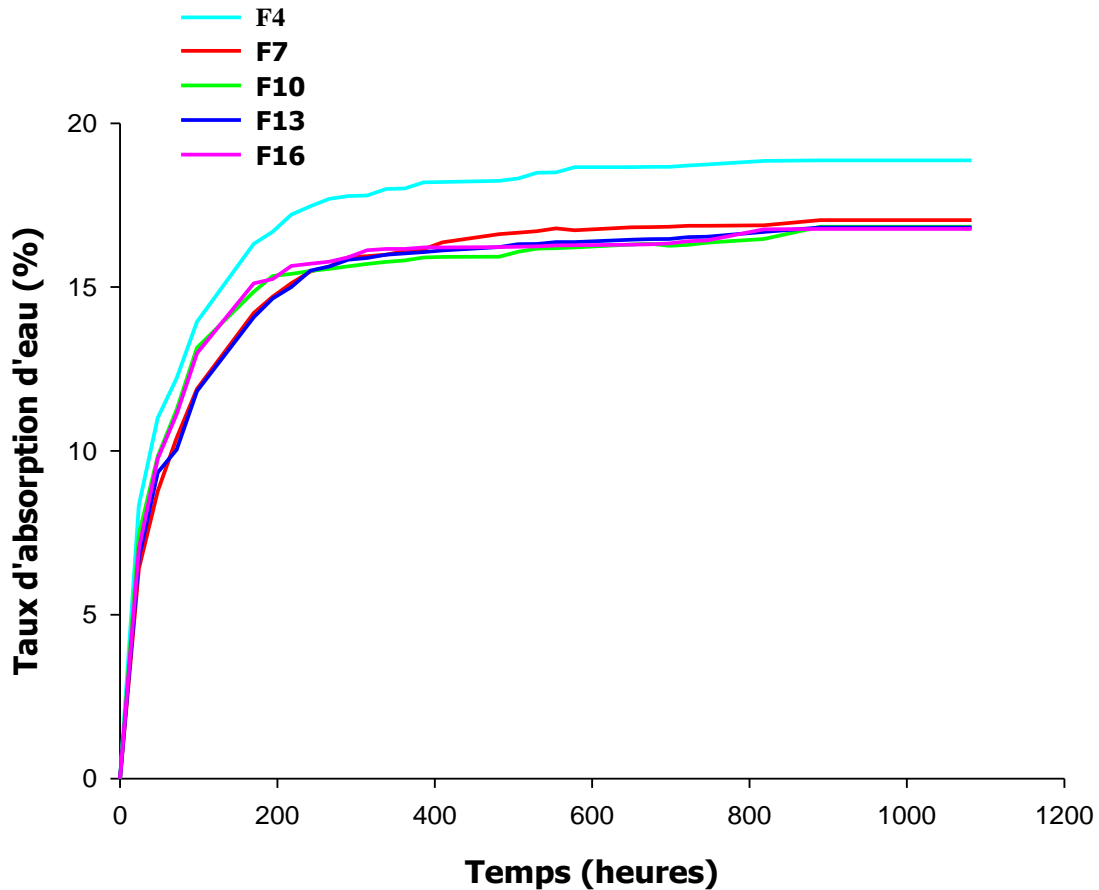


Figure 23: Effet des agents de couplage sur le taux d'absorption d'eau (pour 30% de taux de charge).

F4 (PVC/30% alfa/0% PVC-g-MA); F7 (PVC/30% alfa/1% PVC-g-MA); F10 (PVC/30% alfa/3% PVC-g-MA); F13 (PVC/30% alfa/5% PVC-g-MA); F16 (PVC/30% alfa/3% PP-g-MA).

V.3.2. Analyse morphologique (MEB)

L'aspect des faciès de rupture des composites de PVC renforcés avec la fibre d'alfa à 10% analysé par le MEB est illustré sur la figure 24 avec un grossissement de 200×.

Pour les composites PVC/Alfa non traités, la fibre a été complètement arrachée de la matrice PVC laissant des vides et des cavités en raison de la faible adhérence interfaciale fibre-matrice comme le montre la figure 24.a. Ceci indique une mauvaise affinité entre la matrice polymère et la fibre d'alfa. L'eau peut être facilement absorbée par les vides et les cavités, de ce fait expliquant le niveau élevé de l'absorption d'eau constaté pour les composites non traités.

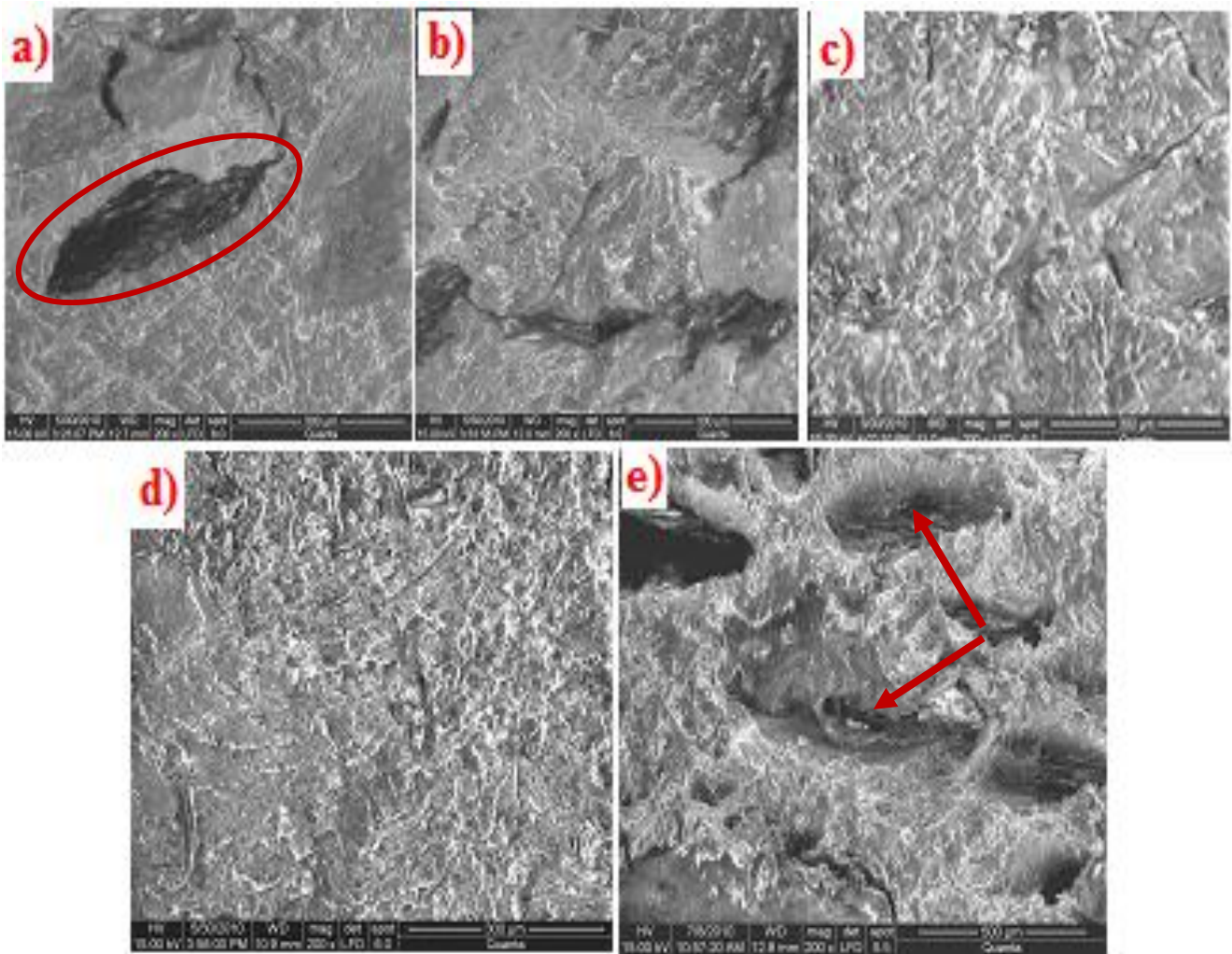


Figure 24: Images de microscopie électronique à balayage des composites à 10% de taux de charge en présence de a) 0% PVC-g-MA, b) 1% PVC-g-MA, c) 3% PVC-g-MA, d) 5% PVC-g-MA,
e) 3% PP-g-MA

Cependant, la présence de l'agent de couplage a changé la morphologie des matériaux, réduit le détachement des fibres et moins d'agrégats ont été formés. Les espaces vides ont disparu la plupart du temps dans les composites traités comme le montre la figure 24.b, c et d. La surface est devenue très homogène surtout pour 3 et 5% de PVC-g-MA. Il est évident que la fibre d'alfa est plus compatible avec le PVC en présence de l'agent compatibilisant. Nachtigall et al 2007 [68] expliquent ce résultat par le fait que les groupes carboxyliques hydrophiles d'AM réagissent avec les groupes d'hydroxyle des fibres, ce qui conduit à la bonne mouillabilité entre la fibre et la matrice polymère.

V.3.3. Caractérisation mécanique

V.3.3.1. Test de dureté Shore D

La dureté d'un échantillon particulier se rapporte à sa résistance à la pénétrabilité quand une charge est appliquée. La figure 25 montre l'effet du taux de charge et de l'agent compatibilisant PVC-g-MA sur la dureté des composites. Les histogrammes montrent clairement l'augmentation de la dureté avec l'élévation de la quantité de la farine d'alfa de caractère rigide. D'après Islam et al 2010 [89] et Rezaur Rahman et al 2009 [90], ce résultat indique la diminution de la flexibilité et l'augmentation de la rigidité. Selon Georgopoulos et al 2005 [91], les valeurs de dureté sont une mesure de la résistance à l'usure, puisque les matériaux durs résistent mieux aux frottements.

Pour la dureté des composites traités, on enregistre une augmentation en fonction du taux de l'agent compatibilisant PVC-g-MA. Cette augmentation est interprétée selon Wang et al 2003 [91] par la bonne dispersion de la fibre dans la matrice avec la diminution des vides et une plus forte adhésion interfaciale fibre-matrice [90].

Nous constatons une diminution de la dureté à 30%, Bouafif 2009 [93] attribue Cette diminution à la présence de teneurs élevées en lignine sur la surface de la fibre qui sont comme facteur contraignant le bon déroulement de la réaction d'estérification.

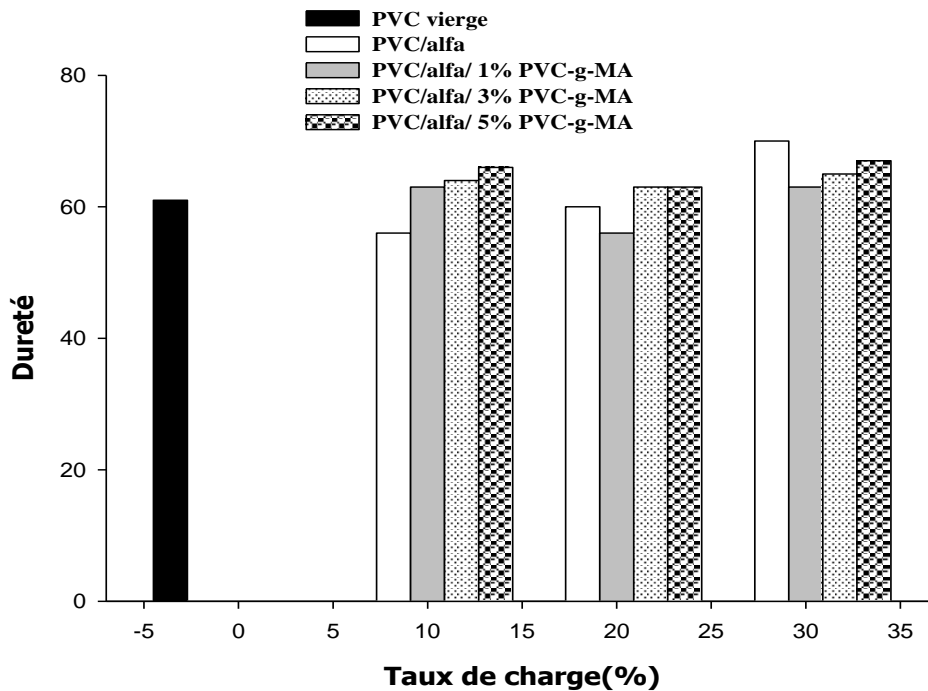


Figure 25: Effet du taux de charge et de PVC-g-MA sur la dureté.

L'évolution de la dureté en fonction du taux de charge et de la nature de l'agent compatibilisant est illustrée sur la figure 26, l'addition de PP-g-MA apporte généralement une augmentation de la dureté des composites. D'après Rezaur Rahman et al 2009[90], la présence d'une matrice plus flexible donne des composites ayant une dureté inférieure donc c'est peut être dû à la dureté du PP (73) qui est plus élevée que celle du PVC (61).

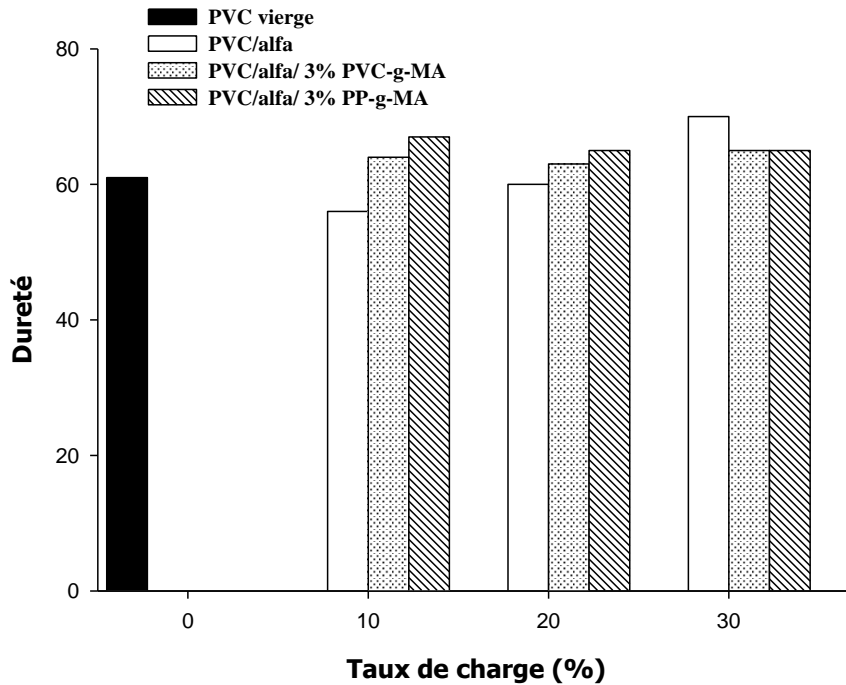


Figure 26: Effet de PVC-g-MA et de PP-g-MA sur la dureté.

V.3.3.2. Test de traction

Vu l'application concrète, les propriétés mécaniques des composites sont d'importance majeure. Il est connu que le comportement mécanique des composites à renfort fibreux dépend fortement de la liaison fibre/matrice qui s'établit entre les constituants lors de l'élaboration des composites.

La mesure des propriétés mécaniques est un moyen permettant d'évaluer le degré d'interaction créée entre la matrice PVC et la farine d'alfa. Dans cette partie, l'effet de la farine d'alfa et de l'agent compatibilisant sur les propriétés mécaniques, notamment la contrainte, l'allongement et le module d'Young des matériaux composites PVC/alfa ont été étudiés.

V.3.3.2.1. Contrainte à la rupture

La figure 27 représente l'évolution de la contrainte à la rupture des composites en fonction du taux de la farine d'alfa et de PVC-g-MA. Dans cette étude, nous avons déterminé une valeur de 26,19 MPa pour la résistance à la traction de PVC vierge et 12,64; 11,45 et 9,24MPa pour les composites contenant respectivement 10; 20 et 30% d'alfa. D'après Hee-Soo Kim 2007 [81], ces résultats indiquent que la fibre se comporte simplement comme charge une fois incorporée à la matrice. On n'a observé aucun effet de renforcement dans ce cas, ceci se produit en raison de l'incompatibilité entre la matrice thermoplastique et la fibre polaire, ayant pour résultat moins d'adhérence interfaciale. Une telle faible adhérence induit la présence des lacunes qui facilitent la rupture sous l'effort appliqué. Rezaur Rahman et al 2009 [89] attribuent ce résultat au fait que les fibres tendent à se regrouper ensemble ce qui empêche la bonne dispersion au fur et à mesure que le taux de fibre augmente, ainsi le transfert des contraintes est mal assuré.

La résistance à la traction des composites avec différents taux de PVC-g-MA étaient sensiblement plus élevée que celles des composites non traités en raison de l'adhésion interfaciale augmentée. La synergie entre les fibres et la matrice renforce le matériau et augmente l'énergie nécessaire pour le rompre. La formulation qui présente meilleure résistance à la contrainte à la rupture est F8 (PVC/10% alfa/3% PVC-g-MA) avec 15.34 MPa, correspondant à un pourcentage d'amélioration enregistré avoisinant 21% par rapport à F2 (PVC/10%alfa). Ceci peut être expliqué par le fait que l'addition de faible concentration de charge dans la matrice entraîne une bonne dispersion, par contre à des concentrations élevées, les particules occupent un volume plus important, ce qui fragilise les composites.

Vilaseca et al 2010 [94] ont étudié les propriétés mécaniques de polypropylène renforcé par la fibre d'abaca en présence de PP-g-MA avec des teneurs de 2; 4; 6 et 8%. L'addition de l'agent de couplage a amélioré la résistance à la traction. Concrètement, l'addition de 6 % de PP-g-MA a augmenté la résistance à la traction de 28%, 63% et 76%, respectivement pour des composites contenant 20; 30 et 40 % en renfort. Ceci est attribué à une interaction plus forte entre la fibre et la matrice, due à une liaison d'estérification produite par la réaction chimique des groupes hydroxyle de la fibre et des groupes d'anhydride de l'agent compatibilisant PP-g-MA.

En comparant les deux agents compatibilisant, nous constatons que les composites traités avec PVC-g-MA présentent une meilleure contrainte à la rupture comparée à celle des composites préparés avec PP-g-MA (figure 28). Hee-Soo Kim 2007 [81] attribue ce résultat au faible taux de greffage de l'AM sur le PP (1,71%) par rapport au PVC (2,32%).

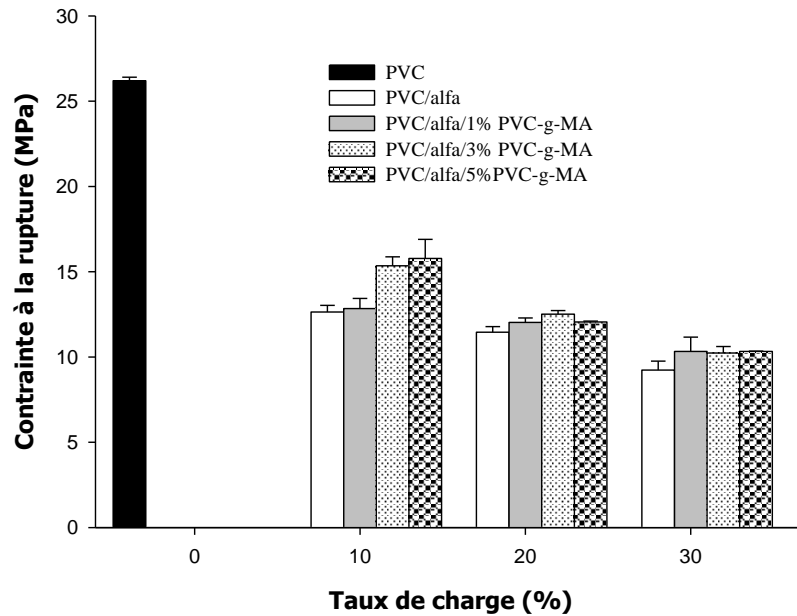


Figure 27: Evolution de la résistance à la traction des composites en fonction du taux de charge et de PVC-g-MA

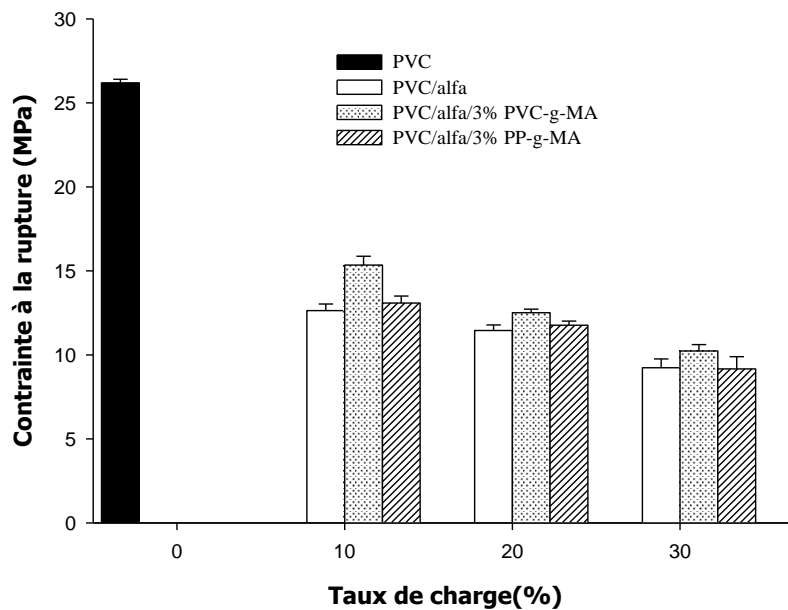


Figure 28: Evolution de la résistance à la traction des composites en fonction de PVC-g-MA et de PP-g-MA

V.3.3.2.2. Allongement à la rupture

La figure 29 montre la variation de l'allongement à la rupture des composites avec et sans la présence de PVC-g-MA. Ces histogrammes indiquent que l'incorporation de la farine d'alfa réduit l'allongement à la rupture. Selon Ismail 2005 [73], la rigidité et la fragilité des composites croissent avec l'augmentation du taux de charge, ce qui réduit l'élasticité des composites et mène à abaisser l'allongement à la rupture.

Par contre l'allongement à la rupture des composites traités avec PVC-g-MA est légèrement plus élevé à celui des composites non traités. En effet, l'allongement à la rupture pour la formulation F2 (PVC/10% alfa/0% PVC-g-MA) est de 51% environ alors que celui de F11 (PVC/10% alfa/5% PVC-g-MA) est de 75%. L'augmentation de la capacité de déformation n'est pas aussi importante comme on aurait pu le souhaiter. L'ajout de l'agent de couplage, permet un gain en déformation par rapport aux composites non traités, mais pas en terme de déformation globale par rapport au PVC vierge. Cette amélioration est peut être due à une bonne dispersion de la fibre d'alfa par l'addition de l'agent de couplage qui confère une certaine flexibilité au matériau.

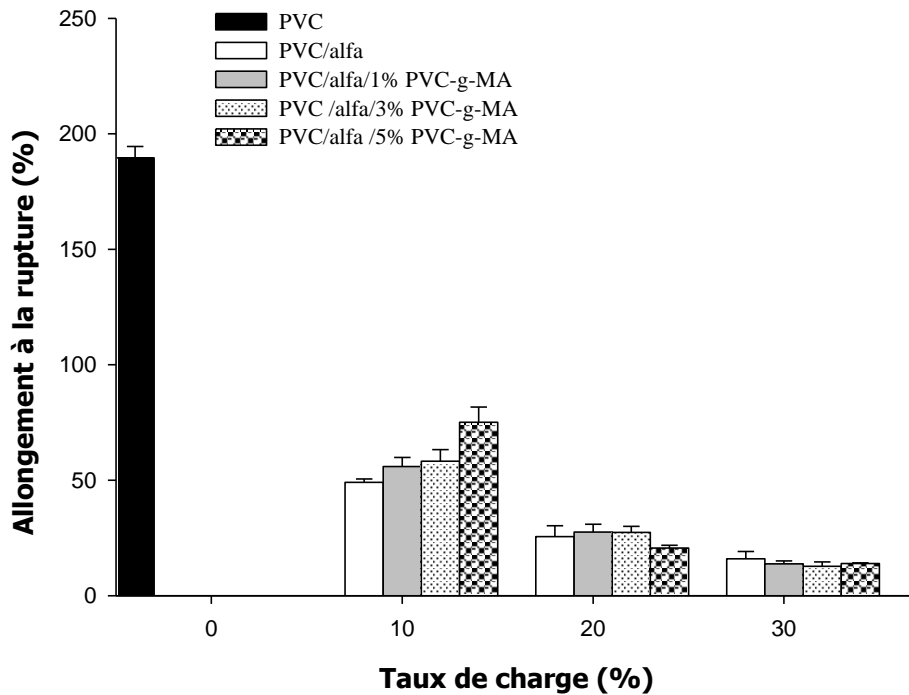


Figure 29: Evolution de l'allongement à la rupture des composites en fonction du taux de charge et de PVC-g-MA.

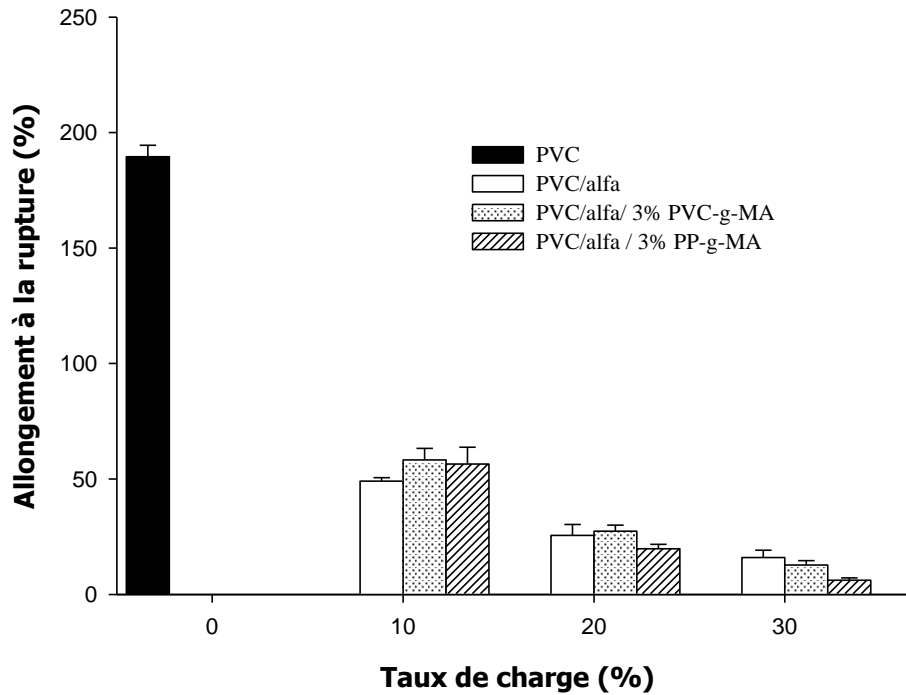


Figure 30: Evolution de l'allongement à la rupture des composites en fonction de PVC-g-MA et de PP-g-MA.

D'après la figure 30, nous constatons que l'allongement à la rupture des composites traités avec PVC-g-MA est meilleur par rapport à celui des composites préparés avec l'agent compatibilisant PP-g-MA. En effet, on estime une perte de l'allongement à la rupture d'environ 3; 28 et 51% pour les formulations préparées avec 10; 20 et 30% de fibre d'alfa respectivement et 3% de PP-g-MA par rapport à 3% de PVC-g-MA. C'est peut être dû à une meilleure interaction de la matrice PVC avec le segment de PVC-g-MA qu'avec PP-g-MA [73], comme le confirme le résultat obtenu par le MEB.

V.3.3.2.3. Module d'Young

Les histogrammes des différents échantillons PVC/alfa non traités et traités avec l'agent compatibilisant PVC-g-MA sont représentés sur la figure 31. Nous remarquons que globalement le module d'Young des composites est plus élevé que celui du PVC vierge. Il croît avec l'augmentation de la teneur en fibre d'alfa, il passe de 287,4 à 514,7 MPa pour un taux de charge allant de 10 à 30% respectivement dans l'écart type de la mesure, indiquant

que la rigidité des composites a augmenté, même phénomène rapporté par Dányádi et al 2010 [95].

Cependant l'ajout de PVC-g-MA dans la préparation des composites PVC/alfa a permis d'augmenter uniquement la formulation à 10% de farine d'alfa. Le module augmente très modérément avec l'augmentation de PVC-g-MA. Les résultats obtenus montrent qu'il n'y a pas une allure ou une tendance régulière de l'évolution du module d'Young avec la teneur de l'agent compatibilisant. En effet, d'après Vilaseca et al 2010 [94] et Dányádi et al 2010 [95], on ne doit pas s'attendre à beaucoup de changement dans cette propriété, puisque la rigidité n'est pas très sensible à la modification de l'adhésion interfaciale. La diminution de la rigidité peut être expliquée seulement par le changement du mécanisme de déformation, le changement d'interaction ne justifie pas la diminution du module. Et d'après Liu et al 2008 [96], le module d'Young est connu pour être moins sensible à l'interaction interfaciale. Ils ont constaté que l'addition de PE-g-MA ou d'EPR-g-MA (éthylène/propylène élastomère) a causé une diminution modérée du module des composites HDPE/fibre de bambou, en effet le module du composite non traité, qui est de 3.64 GP, a diminué de 7 et 17.6 % pour les composites traités avec PE-g-MA et d'EPR-g-MA respectivement.

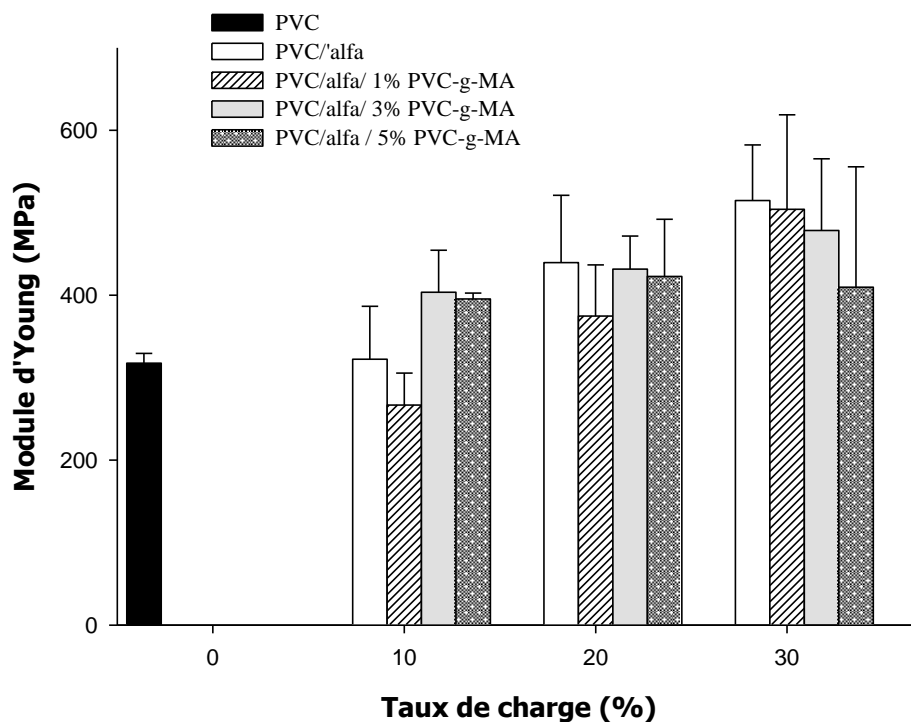


Figure 31: Evolution du module d'Young en fonction du taux de charge et de PVC-g-MA.

Ce résultat s'applique également pour le PP-g-MA qui a donné un module moins élevé par rapport aux composites non traités et traités avec PVC-g-MA (figure 32), ceci est peut être dû à la rigidité élevée du PVC par rapport à celle du PP.

Lai et al 2003 [97] ont réalisé une étude comparative sur différentes résines polyoléfines maleatées employées dans des composites PE/farine de bois. Chacun des polyoléfines maleatés testés améliore les propriétés mécaniques finales du composite. Il n'est pas surprenant de noter que la meilleure adhésion à l'interface est obtenue avec le polyéthylène maleaté car c'est celui qui présente la structure chimique la plus proche de celle de la matrice. L'agent de couplage PP-g-MA est celui qui est le moins compatible avec l'homopolymère PE: il n'apporte guère d'améliorations si ce n'est un plus grand module d'élasticité, le squelette du PP étant plus rigide que celui du PE. Cette étude confirme que le choix de l'agent de couplage doit être fait en fonction de la matrice et de l'application visée pour le matériau composite.

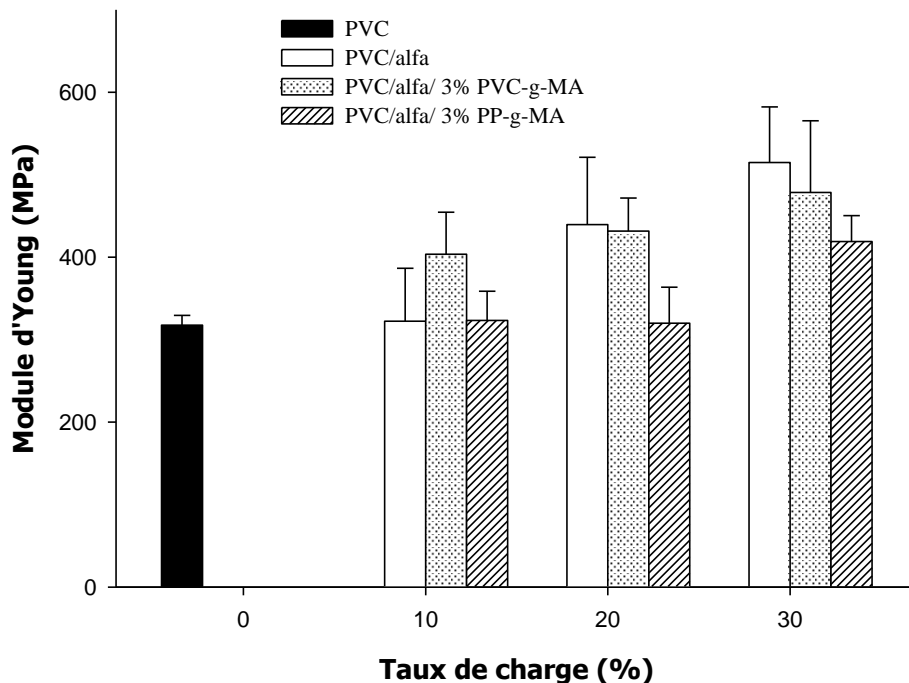


Figure 32: Evolution du module d'Young en fonction de PVC-g-MA et de PP-g-MA.

V.3.4. Caractérisation thermique des composites

V.3.4.1. Comportement thermique de la matrice polychlorure de vinyle

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est une des techniques thermiques d'analyse employées pour mesurer le changement de masse et la décomposition thermique de l'échantillon. La courbe de l'ATG de la résine vierge de PVC est montrée dans la figure 33. Nous pouvons observer qu'il y a deux étapes de perte de masse (I et II).

Dans la première étape, la décomposition commence à environ 260,8°C et se termine autour de 330°C (étape I). Pendant cette première étape de décomposition, la perte de masse est de 63%, dû à la migration du plastifiant et au dégagement de HCl. Selon Bishay et al 2011 [98], sous l'effet de la température, les radicaux de chlore résultant de la scission des liaisons labiles C-Cl enlèvent un radical d'hydrogène des groupes C- H adjacents pour former une liaison covalente H-Cl. Ce mécanisme chimique induit les liaisons doubles le long de la chaîne polymère et provoque la formation des liaisons conjuguées. Entre 330 et 400°C, l'échantillon devient thermiquement stable. En effet, après dégagement de HCl, un nouveau polymère, le polyacétyle est formé. Ce polymère est plus stable que le PVC.

On observe une deuxième étape de décomposition (étape II) de 400 à 480°C beaucoup plus courte que la première et correspond au craquage de polyacétyle. Au-dessus de 480°C, il y a formation d'un résidu stable qui correspond au noir de carbone.

Le thermogramme DTG enregistre à 278,3°C une vitesse maximale de décomposition de l'échantillon qui est de l'ordre de 24,26 % /min.

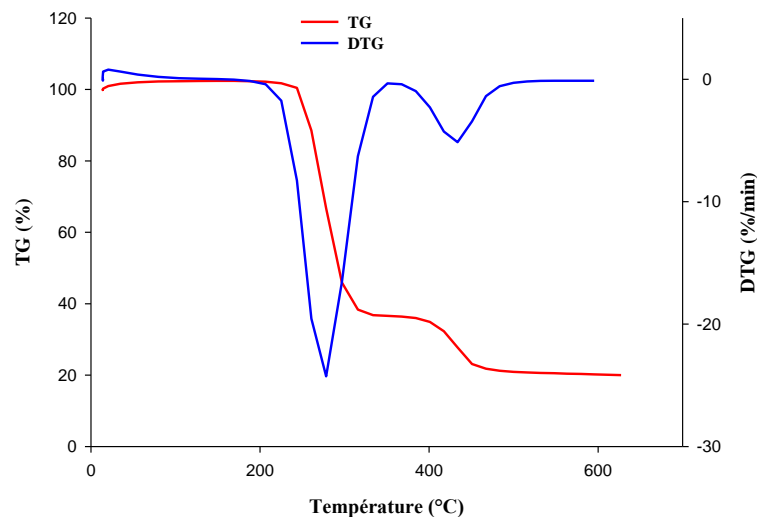


Figure 33 : Thermogrammes TG et DTG de la matrice polychlorure de vinyle.

V.3.4.2. Comportement thermique des composites PVC/alfa

Dans cette partie, l'objectif recherché est d'étudier les changements qui ont lieu dans les propriétés thermiques des formulations PVC/alfa non traitées et traitées. Les caractéristiques thermiques, notamment les températures de début de décomposition, les températures à la vitesse maximale de dégradation, le pourcentage de la perte de masse et la masse résiduelle sont discutées sur la base des résultats obtenus par l'analyse thermogravimétrique et sa dérivée ATG/DTG. Le travail expérimental a été mené sur les échantillons des formulations F1, F2, F3, F4, F5, F8, F11 et F14. Les différents paramètres thermiques tirés des thermogrammes TG et DTG sont reportés sur le tableau 14.

Les expériences ont été menées de manière à tenter de répondre à la question suivante: l'incorporation de la farine d'alfa de caractère rigide d'une part et la présence de l'agent de couplage PVC-g-MA d'autre part, peuvent-elles influencer les caractéristiques thermiques du matériau?

Tableau 14: Comparaison des principaux paramètres thermiques des différents échantillons.

Echantillons	Température de début de décomposition (°C)	Vitesse maximale de dégradation (%/min)	Température à la vitesse maximale de décomposition (°C)	Taux de résidu (%)
F1 (PVC)	260.8	24.26	278.3	20.99
F2 (PVC/10% alfa/0% PVC-g-MA)	231.1	20.25	284.5	20,83
F3 (PVC/20% alfa/0% PVC-g-MA)	226.3	18.06	280.7	24,87
F4(PVC/30% alfa/0% PVC-g-MA)	209.1	16.20	279,3	29,81
F5(PVC/10% alfa/1% PVC-g-MA)	230.5	19,47	281,2	21.8
F8(PVC/10% alfa/3% PVC-g-MA)	231.2	19,85	284,6	21.60
F11(PVC/10% alfa/5% PVC-g-MA)	247.1	19,48	282,9	21.68
F14 (PVC/10% alfa) /3% PP-g-MA)	211,2	19,24	283,1	18.88

V.3.4.2.1. Effet de la farine d'alfa

La figure 34 représente les thermogrammes TG des différents composites élaborés avec la farine d'alfa à un taux de charge 10, 20 et 30%. L'allure générale est similaire pour tous les échantillons, caractérisés par deux stades de décomposition. L'incorporation de la farine d'alfa dans la matrice PVC conduit à une diminution de la température de début de décomposition et cette diminution est d'autant plus grande que la teneur en charge augmente. Elle est estimée à 260,8°C pour le PVC vierge, 231,1°C; 226,3°C et 209,1°C pour un taux de charge 10, 20 et 30% respectivement. Cette diminution peut être attribuée à la décomposition de l'hémicellulose qui est moins stable thermiquement que la cellulose et la lignine. Elle se dégrade généralement à des températures comprises entre 200°C et 260°C [99]. Les premiers stades de décomposition pour les différents composites correspondent, en plus des phénomènes de dégagement d'acide chlorhydrique (HCl) et d'évaporation du plastifiant, à la décomposition de l'holocellulose (cellulose et l'hémicellulose) qui se dégradent dans cette plage de température. Plus précisément la décomposition thermique de la cellulose se produit essentiellement à partir d'une température de 310°C et se fait par dépolymérisation [100]. Finalement, une superposition de dégradation de la lignine et cracking de polyacétylène ont lieu entre 400 et 470°C et qui se termine par la formation d'un résidu stable correspondant au noir de carbone.

Cependant, en analysant les thermogrammes DTG (figure 35), on constate que les vitesses maximales enregistrées pendant la première phase de dégradation sont : 20,25; 18,06 et 16,20 (%/min) pour les formulations F2; F3 et F4 respectivement, correspondant à des températures de dégradations maximales de 284,5°C; 280,7°C et 279,3°C qui sont nettement supérieures à la température maximale du PVC qui est de 278,3°C avec une vitesse maximale de décomposition de 24,26%/min. En dehors de la température de début de décomposition (Td), les autres paramètres thermiques montrent clairement que la charge lignocellulosique retarde de manière significative la décomposition du polychlorure de vinyle. Autrement dit, elle joue un rôle d'inhibiteur de la dégradation thermique.

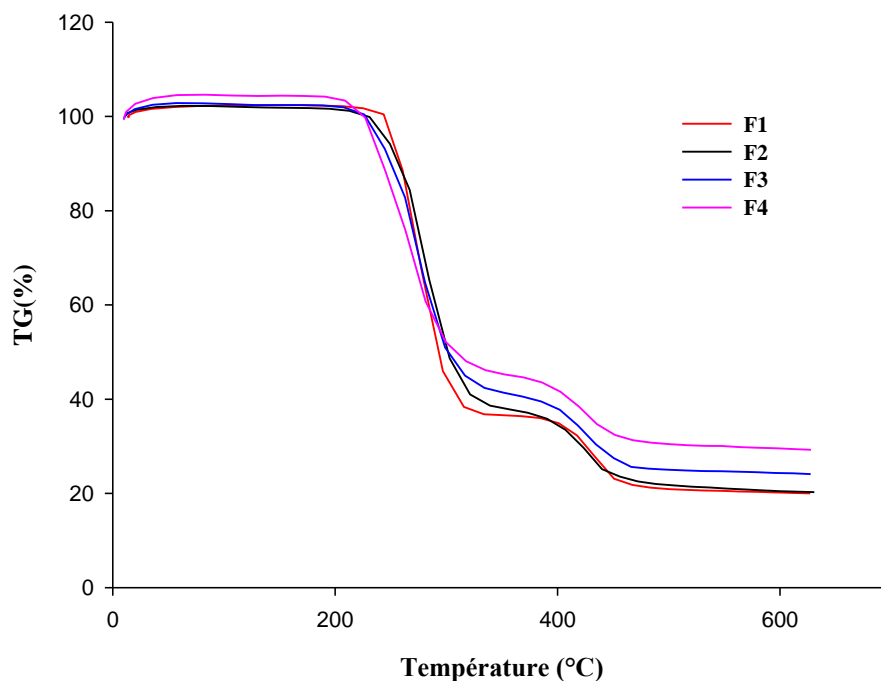


Figure 34: Thermogrammes TG des composites PVC/alfa non traités.

F1 (PVC); F2 (PVC/10% alfa/0% PVC-g-MA); F3 (PVC/20% alfa/0% PVC-g-MA);
F4 (PVC/30% alfa/0% PVC-g-MA).

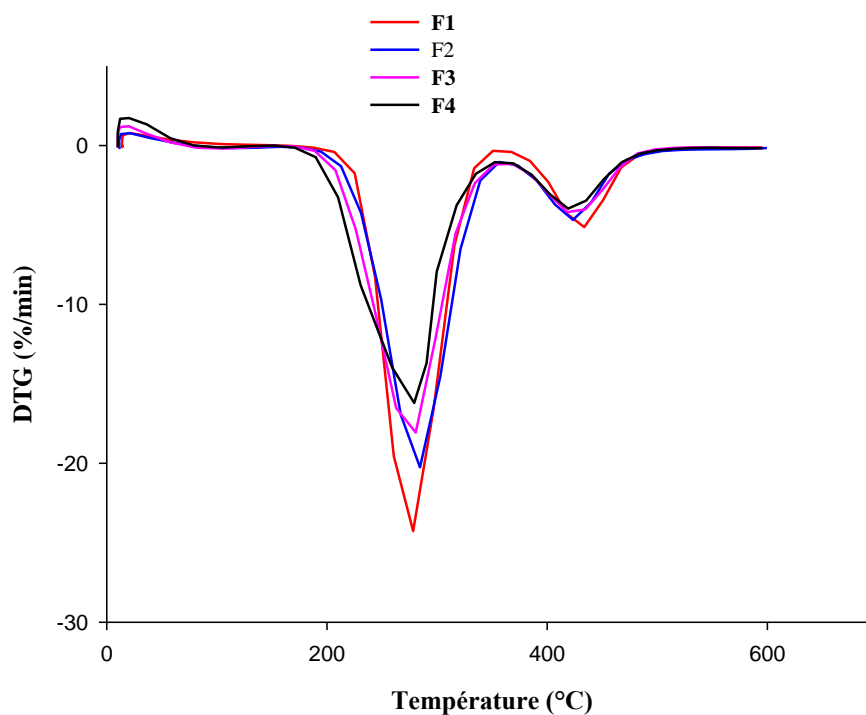


Figure 35: Thermogrammes DTG des composites PVC/alfa non traités.

F1 (PVC) ; F2 (PVC/10% alfa/0% PVC-g-MA) ; F3 (PVC/20% alfa/0% PVC-g-MA);
F4 (PVC/30% alfa/0% PVC-g-MA).

V.3.4.2.2. Effet de traitement

La figure 36 représente les thermogrammes des analyses thermogravimétriques (ATG) des composites à 10% de taux de charge pour différentes teneurs de PVC-g-MA (1; 3 et 5%) et PP-g-MA (3%) en fonction de l'évolution de la température. Ces thermogrammes présentent tous les mêmes tendances de perte de masse en fonction de l'augmentation de la température.

En effet, les courbes de l'ATG des échantillons élaborés montrent deux phases principales de décomposition. Chaque phase est caractérisée par une vitesse de perte de masse spécifique.

A teneur égale de farine d'alfa, les températures de début de décomposition pour les composites traités avec 1; 3 et 5% de PVC-g-MA et 3% de PP-g-MA sont de l'ordre de 230,5°C; 231,2; 247,1 et 211,2°C respectivement. Comparées à celle du composite non traité (231,1 °C), il apparaît que l'ajout de 5% de PVC-g-MA a un effet significatif et drastique sur la stabilité thermique des composites élaborés. Il engendre un gain de 16.1°C dans la température de début de décomposition. Alireza Ashori et al 2010 [101] ont constaté que l'augmentation de la teneur de cellulose microcristalline CMC dans les composites PP/CMC non traités a sensiblement réduit la stabilité thermique. Cependant, les températures de dégradation ont augmenté de 40°C après l'addition de 5% de PP-g-MA. Ceci indique que la compatibilité et l'adhésion interfaciale fibre-matrice ont augmenté en présence de l'agent compatibilisant.

Les thermogrammes DTG des composites avec différentes teneurs en agent compatibilisant se superposent (figure37), la vitesse maximale de dégradation et la température maximale de décomposition des différentes formulations sont proches.

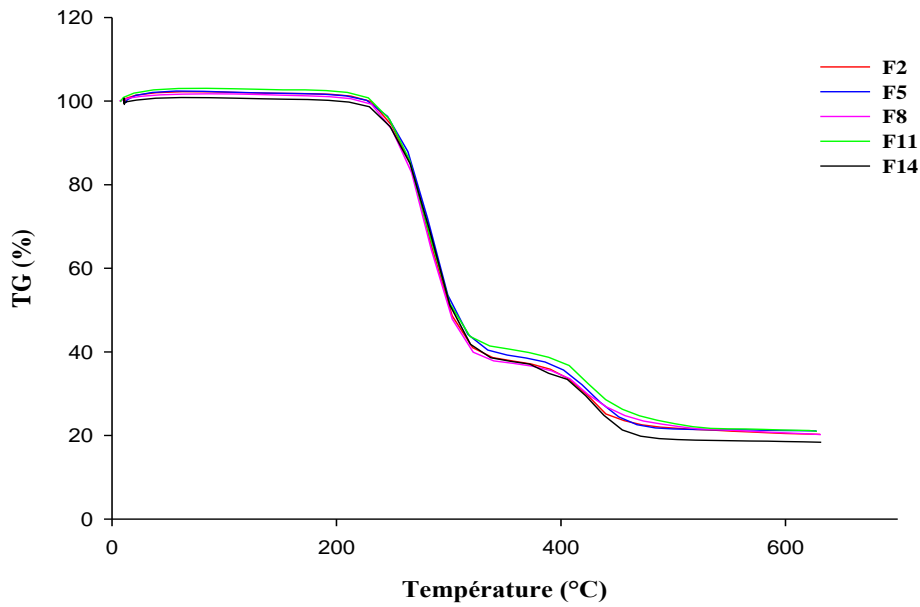


Figure 36: Thermogrammes TG des composites PVC/alfa non traités et traités à 10% du taux de charge. F2 (PVC/10% alfa/0% PVC-*g*-MA); F5 (PVC/10% alfa/1% PVC-*g*-MA); F8 (PVC/10% alfa/3% PVC-*g*-MA); F11 (PVC/10% alfa/5% PVC-*g*-MA); F14 (PVC/10% alfa/3% PP-*g*-MA).

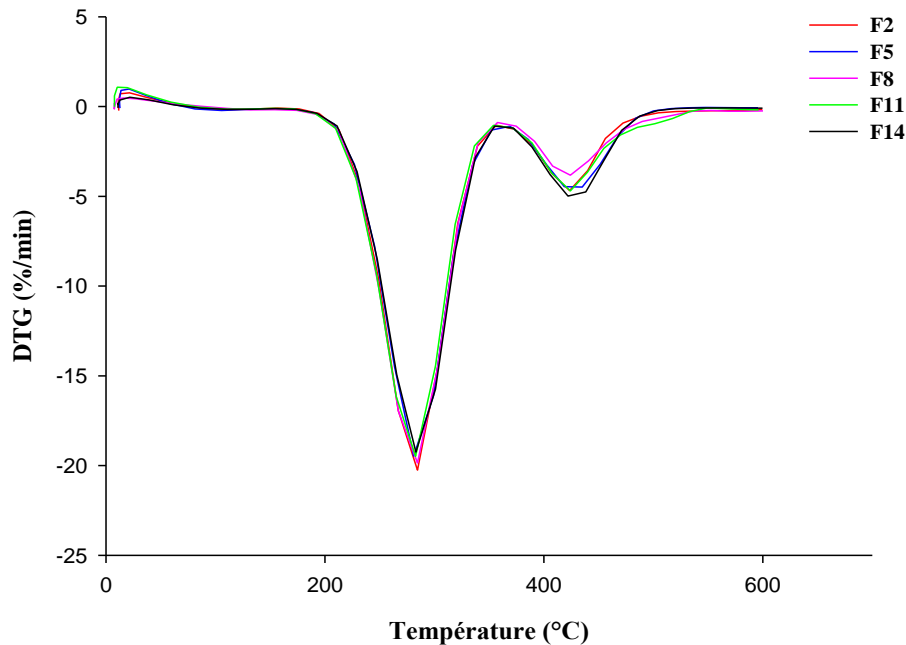


Figure 37: Thermogrammes DTG des composites PVC/alfa non traités et traités à 10% du taux de charge. F2 (PVC/10% alfa/0% PVC-*g*-MA); F5 (PVC/10% alfa/1% PVC-*g*-MA); F8 (PVC/10% alfa/3% PVC-*g*-MA); F11 (PVC/10% alfa/5% PVC-*g*-MA); F14 (PVC/10% alfa/3% PP-*g*-MA).

V.3.5. Diffraction des rayons X des composites

Les courbes de diffraction des rayons X (DRX) de la matrice PVC et des composites élaborés sont représentées sur la figure 38. Il n'y a aucun signe de cristallinité dans les composites. Tous les échantillons sont amorphes vu l'absence d'un pic pointu. On observe un large pic pour tous les échantillons entre 23° et 24° (semblable au pic de la matrice polymère). D'après Shekhar et al 2006 [102] cela caractérise un matériau désordonné, et selon Rajendran et al 2008 [103] la complexation a eu lieu dans la phase amorphe.

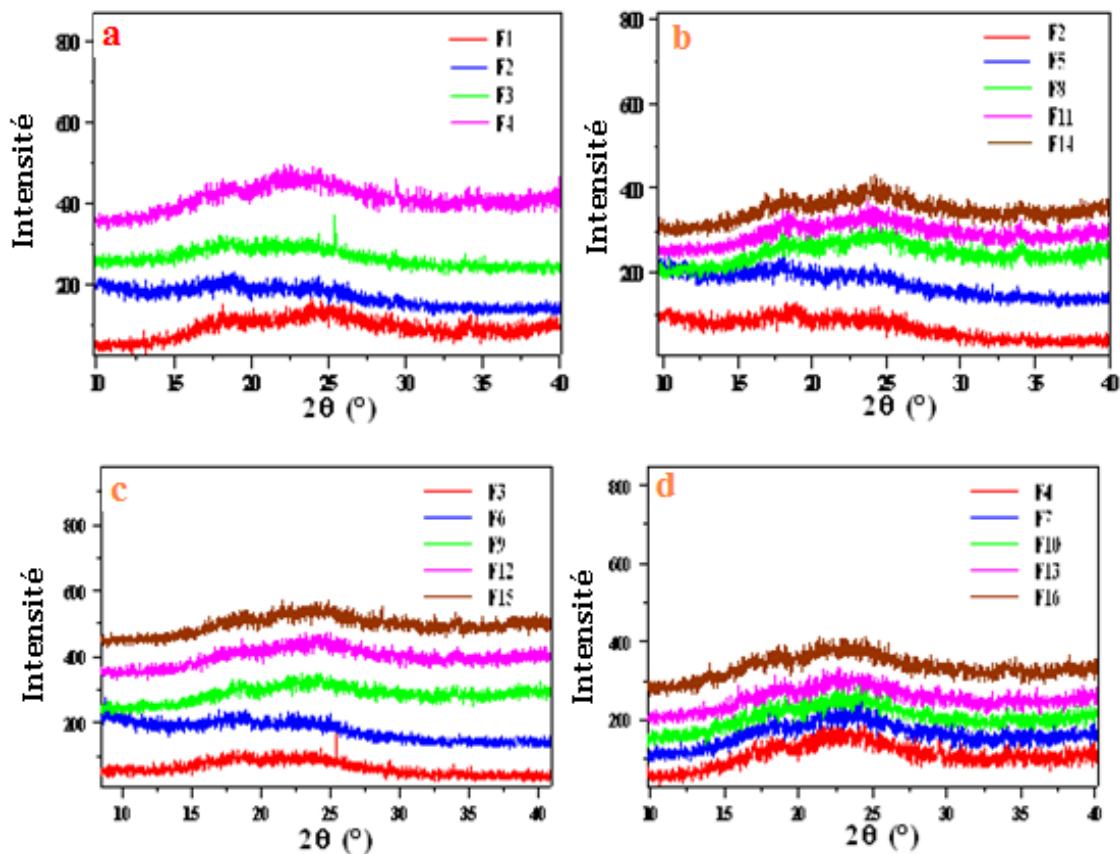


Figure 38: Spectres de diffraction des rayons X: **a)** du PVC et des composites non traités, **b)** des composites traités à 10% de taux de charge, **c)** des composites traités à 20% de taux de charge et **d)** des composites traités à 30% de taux de charge.

Par ailleurs, la figure 39 montre clairement que l'incorporation de la fibre d'alfa a augmenté la cristallinité, en effet l'addition de 10; 20 et 30% de farine d'Alfa améliore la cristallinité d'environ 17; 58 et 65% respectivement par rapport au PVC non chargé. Paoli et al 2008 [57] attribuent cette augmentation à l'effet de transcristallinité (cristallinité fournie par les fibres). Mais cette propriété a diminué avec l'incorporation des agents de couplage, selon

Saha et al 2010 [103], c'est dû aux réactions des groupes OH de la surface de la fibre. Mais nous avons constaté que la cristallinité croît avec l'augmentation de la teneur de l'agent compatibilisant attribuée probablement à la bonne dispersion de la fibre qui en résulte la réduction du désordre [81].

Le taux de cristallinité le plus élevé correspond aux composites à 3% de PP-g-MA, ça peut s'expliquer par la fraction liée à la matrice de polypropylène présente dans l'agent de couplage, qui est naturellement de structure cristalline.

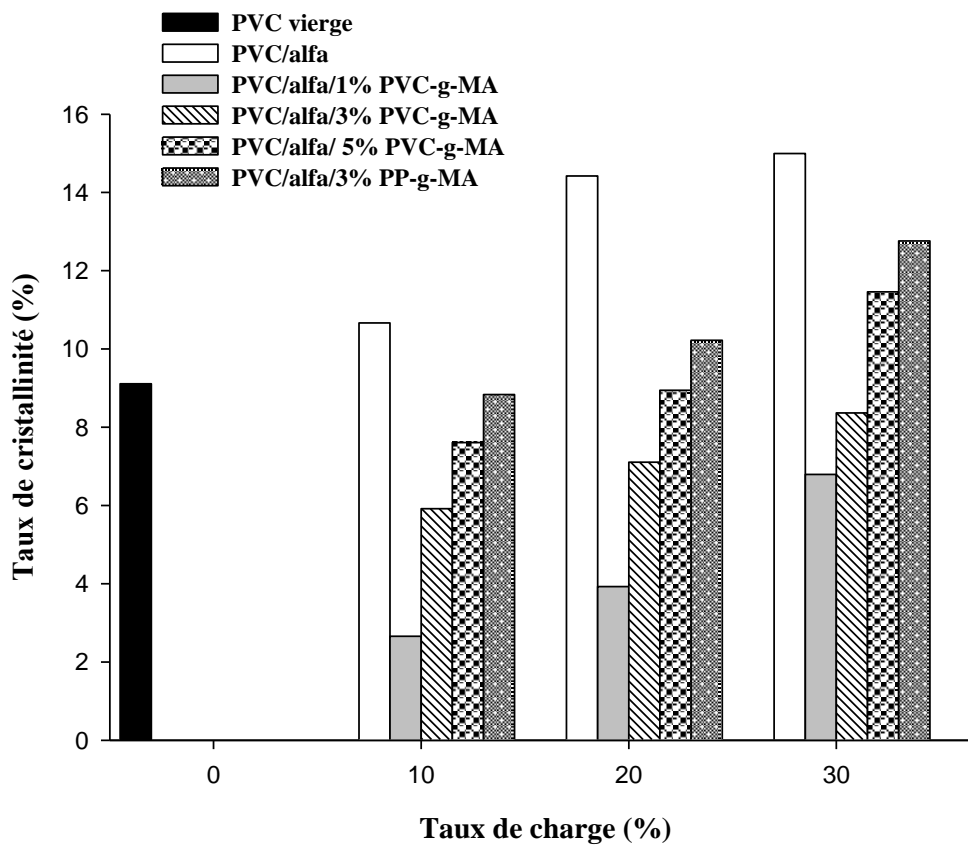


Figure 39: Taux de cristallinité des différents composites élaborés.

V.3.6. Tests diélectriques

V.3.6.1. Perte diélectrique et facteur de dissipation

Le facteur de dissipation et la perte diélectrique des composites traités et non traités à 50 Hz, mesurés à la température ambiante et en fonction de taux de charge, ont été étudiés et les résultats sont illustrés sur la figure 40 et 41.

Le résultat montre que le facteur de dissipation et la perte diélectrique des composites PVC/Alfa non traités et traités avec PVC-g-MA (1; 3; et 5%) et PP-g-MA (3%) diminuent graduellement avec l'augmentation du taux de charge. Cependant, les pertes diélectriques des composites traités ont des valeurs plus basses rivalisées avec celles obtenues pour les composites non traités. En effet on estime une perte diélectrique d'environ $4,6905 \cdot 10^{-13}$, $4,5135 \cdot 10^{-13}$ et $4,2303 \cdot 10^{-13}$ pour les formulations à 10% de fibre d'alfa et à une teneur de 0; 3 et 5% de PVC-g-MA respectivement alors que celle de PVC non chargé est de $6,2393 \cdot 10^{-13}$.

El-Meligy et al 2010 [79] ont étudié les propriétés diélectriques des composites polyuréthane/fibre de banane traitée avec l'anhydride maléique. D'après eux, la diminution des pertes diélectriques des composites peut avoir de relations avec l'anhydride maléique qui améliore la compatibilité entre la fibre de banane et le polyuréthane et qui peut diminuer la mobilité des dipôles et/ou les porteurs de charges. La basse perte diélectrique obtenue se rapporte à des perfectionnements des propriétés diélectriques (propriétés électriques d'isolation) pour le composite traité avec de l'anhydride maléique.

Par ailleurs les composites traités avec 3% de PP-g-MA donne la valeur la plus basse du coefficient de perte diélectrique. Ceci est peut être du au fait que le PP ne possède pas des groupements polaires comme c'est le cas du PVC [98].

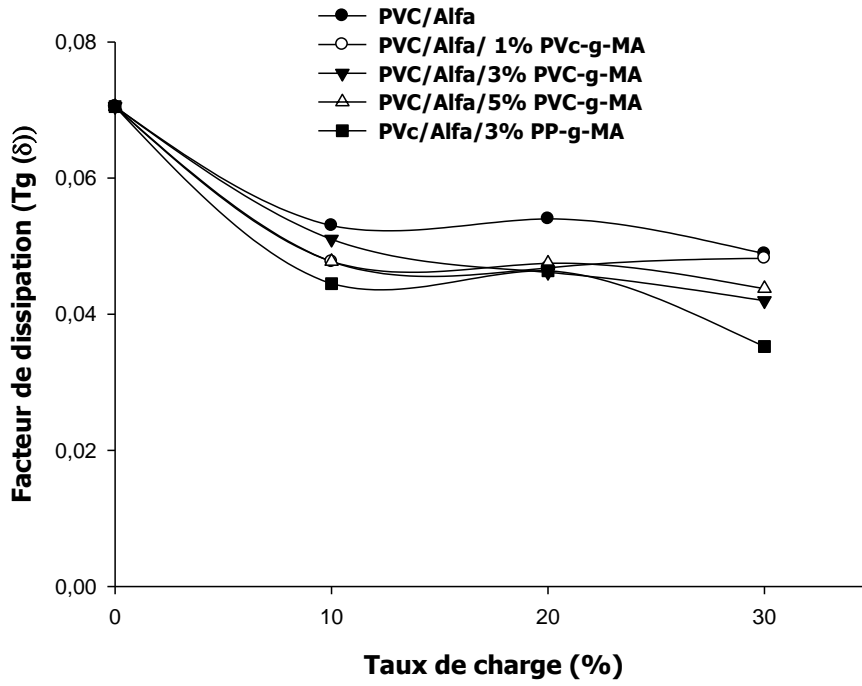


Figure 40: Evolution du facteur de dissipation en fonction du taux de charge et de l'agent compatibilisant.

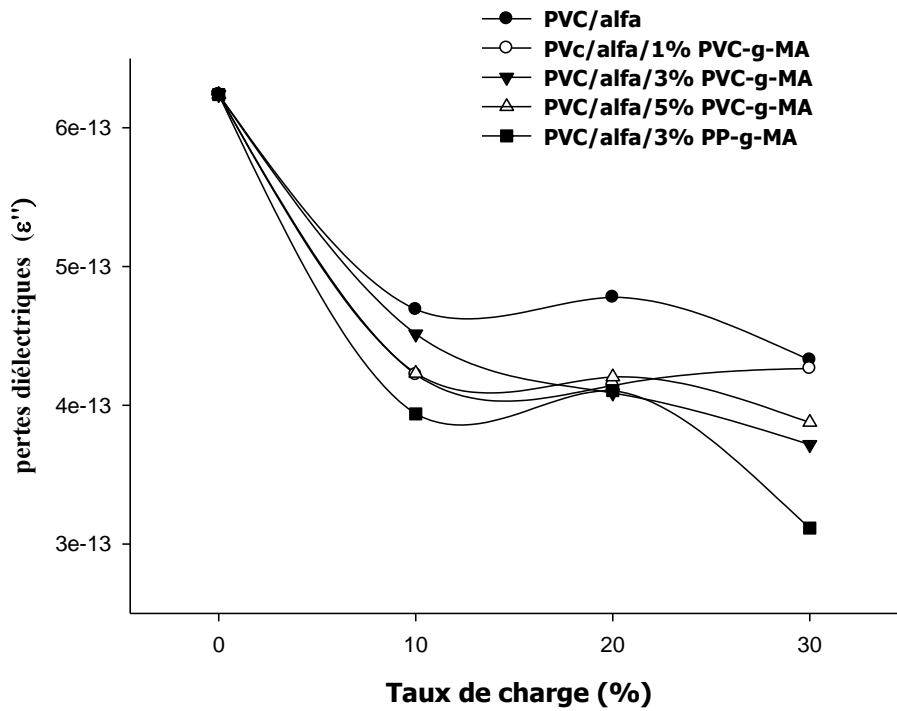


Figure 41: Evolution des pertes diélectriques en fonction du taux de charge et de l'agent compatibilisant.

V.3.6.2. Permittivité (constante diélectrique (ϵ'))

Les résultats obtenus (figure 42) montrent que la permittivité des composites est plus faible que celle du PVC vierge mais accroît avec l'augmentation de taux de charge car la polarisation apporte une contribution additionnelle à la quantité de charge [105]. Cependant pour les composites traités avec 3% de PVC-g-MA, nous constatons que la permittivité a diminué de 13,88; 10,37 et 10,12% pour un taux de charge 10; 20 et 30% respectivement par rapport aux composites non traités. Ceci est peut être dû à une meilleure adhésion entre la fibre et la matrice donc à la diminution d'interfaces produites entre la fibre d'alfa et la matrice PVC.

Shinoj et al 2010 [106] ont observé une tendance semblable, ils ont trouvé que la constante diélectrique des composites augmente. Cette tendance a été expliquée comme une augmentation du moment dipolaire des composites due aux groupes polaires dans le matériau renfort. Il est intéressant de noter que l'augmentation de la constante diélectrique avec le taux de charge était plus grande par rapport aux composites traités. Ces derniers ont montré une constante diélectrique inférieure. Ceci a été attribué à la diminution de l'orientation de la polarisation des composites traités et également à la réduction de l'hydrophobicité des fibres, ce qui réduit ainsi l'absorption de l'eau.

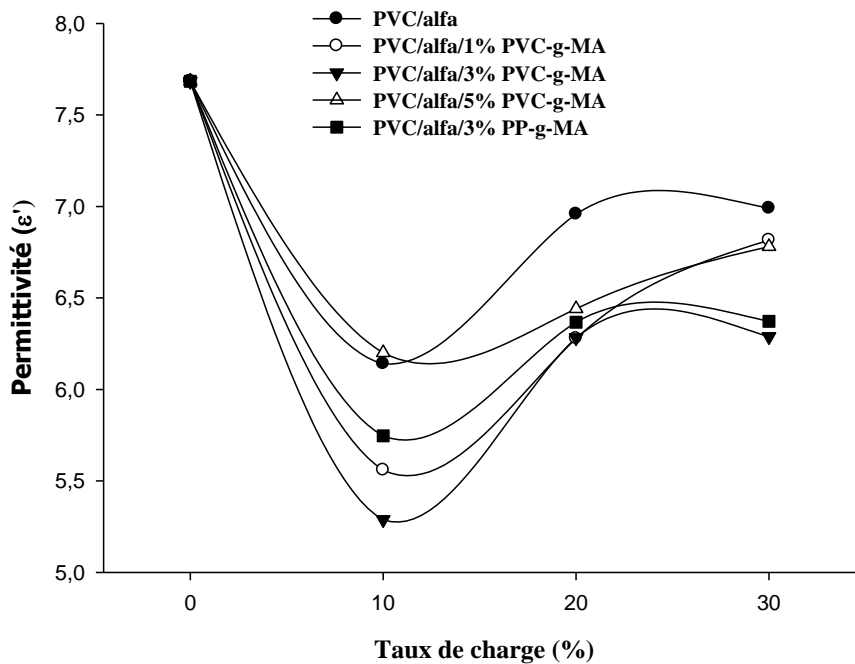


Figure 42: Evolution de la permittivité en fonction du taux de charge et de l'agent compatibilisant.

V.3.6.4. La rigidité diélectrique transversale

Les résultats obtenus sont représentés sur la figure 43 qui nous donnent l'allure de la rigidité en fonction du taux de charge et de l'agent compatibilisant. On observe que la rigidité diélectrique de tous les composites diminue avec l'augmentation de taux de fibre, la rigidité atteint une valeur maximale de 15,68 KV/mm pour un taux de charge 10% en présence de 5% de PVC-g-MA alors que celle de PVC vierge est de 16,35 KV/mm.

Murali Mohan Rao et al 2010 [80] ont étudié l'effet du taux de la fibre sur la rigidité diélectrique des composites de polyester renforcé par plusieurs fibres. Ils ont observé que la rigidité diélectrique de tous les composites diminue avec l'augmentation de la teneur en fibre sauf pour la fibre de vakka. Il est intéressant de noter que l'augmentation de la rigidité diélectrique des composites à fibre de vakka est un phénomène très rare qui n'est pas toujours observé. Par conséquent, basé sur la disponibilité et la bonne rigidité diélectrique des composites à fibre de vakka, ceci peut être considéré en tant qu'un des matériaux électriques potentiels d'isolation.

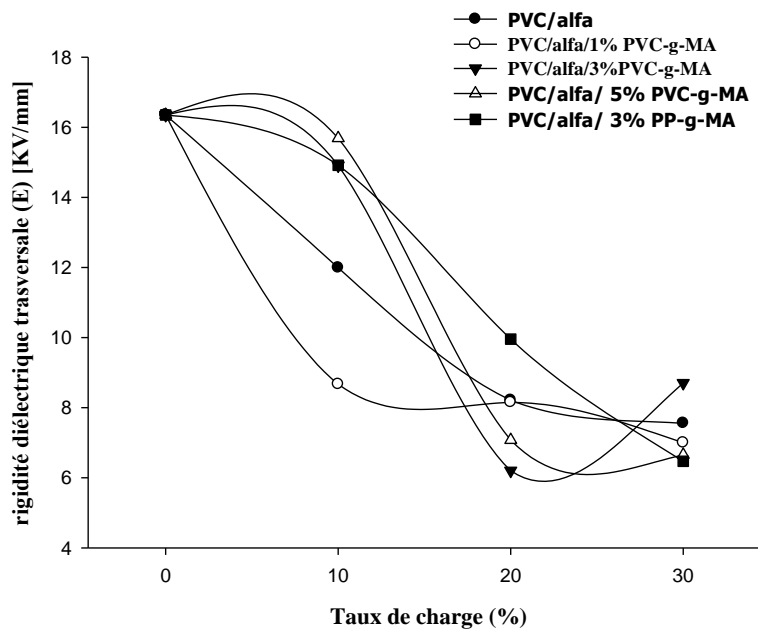


Figure 43: Evolution de la rigidité diélectrique transversale en fonction du taux de charge et de l'agent compatibilisant.

Conclusion



CONCLUSION

Le problème majeur généré par la production des matériaux composites est la qualité médiocre de l'adhésion entre la matrice et la charge, conduisant souvent à une réduction de leurs propriétés d'usage par rapport à la matrice seule. Une voie envisagée pour pallier à ce problème est l'utilisation des agents compatibilisants, qui sont généralement des produits importés. C'est pourquoi l'objectif de ce mémoire était de valoriser le produit local alfa et de synthétiser l'agent de couplage PVC-g-MA au sein de notre laboratoire. Nous avons également évalué l'effet de taux de fibre d'alfa et de la teneur de PVC-g-MA sur les propriétés physico-mécaniques des composites qui ont été élaborés à partir d'une résine thermoplastique (PVC) par le procédé de calandrage.

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

Les analyses IRTF ET MEB du PVC-g-MA synthétisé, nous ont permis de confirmer l'effectivité de greffage de l'anhydride maléique sur les chaînes macromoléculaires de polychlorure de vinyle avec un taux de 2.32%. En effet, la spectroscopie IRTF révèle l'apparition des bandes d'absorption à 1757 et 1797 cm^{-1} caractéristiques aux groupements carbonyles (C=O) dans le spectre. Par ailleurs, l'absence de la bande d'absorption à 1600-1500 cm^{-1} , caractéristique des doubles liaisons a amplement confirmé l'absence complète de l'AM non réagi, éliminé par des lavages effectués.

Le taux d'absorption d'eau des composites augmente avec le temps d'immersion et la teneur en fibre d'alfa. Cependant, l'ajout de 3% de PVC-g-MA ou PP-g-MA réduit respectivement ce taux d'absorption de manière significative d'environ 50% et 40% pour les composites à 10 % de fibre d'alfa.

Pour ce qui est des propriétés mécaniques, l'introduction de la fibre d'alfa dans le polychlorure de vinyle en absence d'agent de couplage, a un léger effet négatif sur la contrainte et l'allongement à la rupture, résultant d'un défaut de compatibilité à l'interface, par contre le module d'élasticité et la dureté shore D croissent progressivement avec l'augmentation de taux de charge. L'agent de couplage a permis d'augmenter la contrainte à

la rupture et une légère amélioration de l'allongement à la rupture. Ces résultats sont en corrélation avec l'aspect des faciès de rupture des composites analysés par MEB.

L'ensemble des données recueillies sur les propriétés thermiques des composites par ATG/DTG, montrent clairement que la charge lignocellulosique retarde de manière significative la décomposition du polychlorure de vinyle. Autrement dit, elle joue un rôle d'inhibiteur de la dégradation thermique. Par ailleurs, il apparaît que l'ajout de l'agent de couplage a un effet significatif sur la stabilité thermique des composites élaborés.

Nous avons également étudié, le comportement diélectrique des composites PVC/alfa. Les résultats montrent que l'introduction de la fibre d'alfa améliore la perte diélectrique ainsi que la permittivité de la matrice polychlorure de vinyle mais affecte la rigidité diélectrique transversale. Le PVC-g-MA favorise la dispersion de la fibre dans la matrice et l'adhésion entre les deux constituants, permettant une amélioration des propriétés diélectriques par rapport aux composites non traités.

L'ensemble des résultats obtenus permet de conclure que l'introduction d'un agent compatibilisant semble cruciale. Toutefois, à la vue des résultats, il faut noter que l'étude comparative a montré que la meilleure adhésion à l'interface est obtenue avec PVC-g-MA qu'avec PP-g-MA. Cette étude confirme que le choix de l'agent de couplage doit être fait en fonction de la matrice et de l'application visée pour le matériau composite.

PERSPECTIVES

Enfin, en guise de perspectives, certains aspects non traités mériteraient d'être étudiés.

- ✚ Etudier l'effet de la concentration en monomère et en initiateur ainsi que l'influence de la température et du temps sur l'efficacité de la réaction de greffage.
- ✚ Pour les composites, il convient de compléter l'étude par des tests de choc et rhéologiques.



REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1]. Franck Michaud: « Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique: Aptitude au postformage ». Thèse de doctorat, Université Laval, Québec, **2003**.
- [2]. Jacques Renard: « Elaboration microstructure et comportement des matériaux composites à matrice polymère ». Lavoisier, **2005**.
- [3]. Christophe Baley, revue des composites et des matériaux avancés, « renforcement des polymères par des fibres végétales ». Lavoisier, **2006**.
- [4]. Imène Slama: « Caractéristiques physico-mécaniques des composites bois-plastiques provenant de la valorisation des résidus des panneaux MDF- étude des possibilités de recyclage ». Mémoire de la maîtrise en ingénierie, université du Québec, **2009**.
- [5]. Denis Mihada Panaitescu : « Effet de l'interface dans les composites de fibres naturelles et de matières plastiques ». Revue roumaine de chimie, 52(4), 409-414, **2007**.
- [6]. Larbi Lasri: « Modélisation macromécanique et micromécanique de l'usinage des composites à matrice polymère et fibres longues ». Thèse de doctorat, Université de Paris **2009**.
- [7]. Alireza Ashori: « Wood-plastic composites as promising green-composites for automotive industries ». Bioresource Technology, 99 (11), 4661-4667, **2008**.
- [8]. Kestur G. Satyanarayana, Gregorio G.C. Arizaga et Fernando Wypych: « Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers ». Progress in Polymer Science, 34, 982-1021, **2009**.
- [9]. Mohamed Jebrane: « Fonctionnalisation chimique du bois par transesterification des esters d'énol ». Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, **2009**.
- [10]. Jean P. Mercier, Gerald Zambelli et Wilfried Kurz: « Introduction à la science des matériaux ». 3^{ème} édition, **2002**.
- [11]. Yves Perrot: « Influence des propriétés de la matrice sur le comportement mécanique de matériaux composites verre/polyester utilisés en construction navale de plaisance - Cas des résines polyester limitant les émissions de styrène ». Thèse de doctorat, Université de Bretagne Sud, **2006**.

- [12]. Clemens Schwarzingler, Manuela Leidl et Robert Putz: « Analysis of wood polymer composites by two-stage pyrolysis–GC/MS ». *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 83, 213–219, **2008**.
- [13]. Louis Berreur, Bertrand de Maillard et Stanislas Nösperger : « L’industrie française des matériaux composites ». Etude stratégique réalisée par Nodal Consultants pour le compte de la DiGITIP / SIM, ministère de l’économie des finances et de l’industrie, **2002**.
- [14]. Muthier Kneveler: « Mise en œuvre des matériaux composites ». Institut Catholique d’arts et Metiers, **2006**.
- [15]. El Hadji Babacar LY : « Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose ». Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble, **2008**.
- [16]. Dufressure A.: « Etude de l’interface/interphase des composites modeles DGEBA-DDA/bille de verre par fluage thermostimulé ». Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, **1991**.
- [17]. Cyril Flamin: « recherche d’informations sur les agromatériaux et les biopolymères ». chargé de mission VANAPA, **2006**.
- [18]. Abdoulaye SEYNI: « Propriétés physico-chimiques et d’usage de matériaux composites à charge dégradable produits par co-broyage ». Thèse de doctorat, Université de Toulouse, **2008**.
- [19]. Jean Marie Berthelot: « matériaux composites, comportement mécanique et analyse des structures ». 4^{ème} édition, thec et doc, Lavoisier, **2005**.
- [20]. Gina GOHORIANU: « interaction entre les défauts d’usinage et la tenue en matage d’assemblages boulonnes en carbone/epoxy ». Thèse de doctorat, Université de Toulouse III - PAUL SABATIER, **2008**.
- [21]. J.CMorain, guide de l’utilisation des profilés plastiques, syndicat national des profilés plastiques, Paris, **2000**.
- [22]. J.P.Bailon et J.M.Dorlot: « les matériaux ». 3^{ème} édition, presses internationales polytechniques, école de Montréal, **2005**.
- [23]. nathalie Schultz: « comparaison entre les polyéthylènes haute et basse densité ». cours de 2^{ème} année DUT chimie, **2000**.
- [24]. Marc Conega et al: « Matériaux polymères ». 2^{ème} édition, Dunod, Paris, **2007**.
- [25]. Jean Pierre Mercier et Ernest Marchal: « traité des matériaux, chimie des polymères, synthèse, réaction, dégradation », **1996**
- [26]. Daniel Ausseur : « Polychlorurede vinyle ». Techniques de l’ingénieur A 3325.

- [27]. Christophe Baley: « Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase ». *Composites: Part A*, 33 939–948, **2002**.
- [28]. A.Elouaer, Z.Aboura, R.Ayad, H.Sabhi et M.L Benzeggagh: « Monitoring of fatigue damage in composites based fiber plant ». *JNC 16*, Toulouse, **2009**.
- [29]. James Holbery et Dan Houston: « Natural-Fiber-Reinforced Polymer Composites in Automotive Applications ». *Overview, Low-Cost Composites in Vehicle Manufacture*, **2006**.
- [33]. Pantea Omrani: « Amélioration et nouvelle technologie de soudage linéaire et rotatif du bois ». Thèse de doctorat, Université de Henri Poincare, Nancy 1, **2009**.
- [31]. H. Krassig, S.J. churtz, R.G. Steadman, K. Schliefer, W. Albretch, m.Mohring et H. Schlosser: *Cellulose*, Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Wiley-VCH Verlag GmbH&Co, KGaA, **2004**.
- [32]. B. English, C.M. Clemons, N. Stark et J.P. Schneider: «Waste wood derived fillers for plastics-forest product laboratory, general technical report FPL-GTR-91, **1996**.
- [33]. R.M. Rowell, S. Kawai, M. Inone: « Dimentioally stabilized, very low density fiber board ». *Wood Fib. Sci*, 27(4), 428-436, **1995**.
- [34]. D-Y. Kim, Y. Nishiyama, S. Wada M, Kuga et T. Okano: « Thermal decomposition of cellulose crystallites in wood ». *Holz forching*, 55(5), 521-524, **2001**.
- [35]. Veronique Brudieux: « Extraction, modification enzymatique et caractérisation chimique de nouvelles structure pectiques. Application de la relation structure /activité à la dermocosmétique ». Thèse de doctorat, Université de Limoges, **2007**.
- [36]. A. Bessadok, S. Marais, S. Roudesli, M. Métayer: « Comportement à l'eau des fibres alfa et agave modifiées chimiquement ». *Composites Sciences and Technology*, 67, 685-697, **2007**.
- [37]. Y. Benyousef: « composites à base de fibre non tissée d'alfa et matrice biodégradable ». Mémoire de master, Ecole Nationale Supérieure des Arts et Industries Textiles, Roubaix, France, **2007**.
- [38]. Jordi Reguant et Marguerite Rinaudo: « Etude bibliographique sur les matériaux issus de la biomasse végétale ». France, **1999**.
- [39]. M.A. Rahmoune: « Effet de différents traitements chimiques de la fibre d'Alfa sur les propriétés physico-mécaniques de composites PVC/Alfa ». Mémoire magister, université de Bejaïa, 2009.
- [40]. E. Dark Ceretti: « Adhésion-Adhérence ».cycle de cours de L'ENSMP, Cemef, **2001**.
- [41]. J. Gasson, A.K. Bledzki, *Applied Composites Materials*, 7, 373-385, **2000**.

- [42]. Xue Li, Lope G. Tabil et Satyanarayan Panigrahi: « Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites ». *J. Polym. Environ*, 15, 25–33, **2007**.
- [43]. M. Jacob, S. Thomas, K.T. Varughese: « Mechanical properties of sisal/oil palm hybrid fiber reinforced natural rubber composites ». *Composite and Science Technology*, 64, 955–965, **2004**.
- [44]. A.K. Mohanty, M. Misra, L.T. Drzal , *Compos Interfaces*, 308-313, **2001**.
- [45]. Richa Agrawal, N.S. Saxena, K.B. Sharma, S. Thomas, M.S. Sreekala: « Activation energy and crystallization kinetics of untreated and treated oil palm fibre reinforced phenol formaldehyde composites». *Materials Science and Engineering A*, volume 277, issues1-2, 77-82, **2000**.
- [46]. S. Debnath, S. L. Wunder, JI. Mc Cool, G. R. Baran, *Dent Mater*, 19(5), 441, **2003**.
- [47]. C.K. Hong, I. Hwang , N. Kim, D.H. Park, B.S. Hwang, C. Nah: « Mechanical properties of silanized jute–polypropylene composites ». *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 14, 71–76, **2008**.
- [48]. Z. Ghallabi, H. Rekik, S. Boufi, M. Arous, A. Kallel: « Effect of the interface treatment on the dielectric behavior of composite materials of unsaturated polyester reinforced by Alfa fiber ». *Journal of Non-Crystalline Solids* 356, 684–687, **2010**.
- [49]. Philippe Tingaut: « modification de la structure chimique du bois par des alcoxy silanes diversement substitués ». Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, **2006**.
- [50]. Hocine Djidjelli, A. Boukerrou, R. Founas, A. Rabouhi, M. Kaci, J. Farenc, J. Martinez-Vega, Djafer Benachour: « Preparation and Characterization of Poly(vinyl chloride)/Virgin and Treated Sisal Fiber Composites ». *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 103, 3630–3636, **2007**.
- [51]. M. Kaci, H. Djidjelli, A. Boukerrou, L. Zaidi, « Effect of wood filler treatment and EBAGMA compatibilizer on morphology and mechanical properties of low density polyethylene/olive husk flour composites », *eXPRESS Polymer Letters* Vol. 1, No7, 467-473, **2007**.
- [52]. Yu-Tao Zheng, De-Rong Cao, Dong-Shan Wang, Jiu-Ji Chen: « Study on the interface modification of bagasse fibre and the mechanical properties of its composite with PVC ». *Composites: Part A*, 38, 20–25, **2007**.
- [53]. H. Djidjelli, D. Benachour, A. Boukerrou, O.Zefouni, J. Martinez-Vega, J. Farenc, M. Kaci. *Express Polymer Letters*, Vol 1, 846-852, **2007**.

- [54]. Nguyen Tri Phuong, Villontreix Grilbert, Bui Chuong: « preparation of recycled polypropylene/organophilic modified layered silicate nanocomposites ». *Journal of applied Polymer, Part II*, **2008**.
- [55]. H. Dalvåg, C. Klasson, H.E. Stromvåg: « the efficiency of cellulosic fillers in common thermoplastic ». *Inter. J. Polym. Mater.*, Vol 11, 9-38, **1985**.
- [56]. U.K. Dwivedi, Navin Chand: « Influence of MA-g-PP on abrasive wear behaviour of chopped sisal fibre reinforced polypropylene composites ». *Journal of Materials Processing Technology* 209, 5371–5375, **2009**.
- [57]. J.R. Araujo, W.R. Waldman, M.A. De Paoli: « Thermal properties of high density polyethylene composites with natural fibres: Coupling agent effect ». *Polymer Degradation and Stability* 93, 1770–1775, **2008**.
- [58]. Steven Spoljaric, Antonietta Genovese, Robert A. Shanks: « Polypropylene-microcrystalline cellulose composites with enhanced compatibility and properties ». *Composites: Part A* 40, 791–799, **2009**.
- [59]. M.U. de la Orden, C. González Sánchez, M. González Quesada, J. Martínez Urreaga: « Effect of different coupling agents on the browning of cellulose/polypropylene composites during melt processing ». *Polymer Degradation and Stability* 95, 201-206, **2010**.
- [60]. Olivier Oddes, Bruno Vergnes, Alain Burr: « Influence des conditions de mélange et de l'agent compatibilisant sur la dispersion et les propriétés ». *Ecole des Mines de Paris*, **2008**.
- [61]. A. Arbelaiz, B. Fernandez, A. Valea, I. Mondragon: « Mechanical properties of short flax fibre bundle/poly(3-caprolactone) composites: Influence of matrix modification and fibre content ». *Carbohydrate Polymers* 64, 224–232, **2006**.
- [62]. Smita Mohanty, Sanjay K. Nayak: « Dynamic and steady state viscoelastic behavior and morphology of MAPP treated PP/sisal composites ». *Materials Science and Engineering A* 443, 202–208, **2007**.
- [63]. T.J. Keener, R.K. Brown: « Maleated coupling agents for natural fibre composites ». *Composites: part A*, 35, 357-362, **2004**.
- [64]. C.K. Hong, M.-J. Kim, S.H. Oh, Y.-S. Lee, C. Nah: « Effects of polypropylene-g-(maleic anhydride/styrene) compatibilizer on mechanical and rheological properties ». *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 14, 236–242, **2008**.
- [65]. Thi-Thu-Loan Doan, Shang-Lin Gao, Edith Mader: « Jute/polypropylene composites I. effect of matrix modification ». *Composites Science and Technology* 66, 952–963, **2007**.

- [66]. Thi-Thu-Loan Doan, Shang-Lin Gao, Edith Mader, Hanna Brodowsky: « Jute/polypropylene composites II.Effect of matrix modification ». *Composites Science and Technology*, 67, 2707–2714, **2007**.
- [67]. John Z. Lu, Qinglin Wu, Ioan I. Negulescu: « surface and interfacial characterization of wood-PVC composites: thermal and dynamic mechanical properties1 ». *Wood and Fiber Science*, 36(4), pp. 500–510, **2004**.
- [68]. Sonia M.B. Nachtigall, Graziela S. Cerveira, Simone M.L. Rosa: « New polymeric-coupling agent for polypropylene/wood-flour composites ». *Polymer Testing* 26, 619–628, **2007**.
- [69]. Kamal B. Adhikary, Shusheng Pang, Mark P. Staiger: « Dimensional stability and mechanical behaviour of wood–plastic composites based on recycled and virgin high-density polyethylene (HDPE) ». *Composites: Part B* 39, 807–815, **2008**.
- [70]. P.V. Josepha, K. Joseph, S. Thomas, C.K.S. Pillai, V.S. Prasad, G. Groeninckx, Mariana Sarkissova: « The thermal and crystallisation studies of short sisal fibre reinforced polypropylene composites ». *Composites: Part A* 34, 253–266, **2003**.
- [71]. Andrzej K. Bledzki, Omar Faruk: « Injection moulded microcellular wood fibre–polypropylene composites ». *Composites: Part A*, 37, 1358–1367, **2006**.
- [72]. Andrzej K. Bledzki, Abdullah A. Mamun, Jürgen Volk: « Physical, chemical and surface properties of wheat husk, rye husk and soft wood and their polypropylene composites ». *Composites: Part A* 41, 480–488, **2010**.
- [73]. H. Ismail, A. Rusli, A. Rashid: « Maleated natural rubber as a coupling agent for paper sludge filled natural rubber composites ». *Polymer Testing* 24, 856–862, **2005**.
- [74]. M. Bengtsson, Marie bailiff, Kristina Okstan: « extrusion and mechanical properties of highly filled cellulose fiber- polypropylene ». *Composites*, **2007**.
- [75]. Alireza Ashori, Amir Nourbakhsh: « Reinforced polypropylene composites: Effects of chemical compositions and particle size ». *Bioresource Technology* 101, 2515–2519, **2010**.
- [76]. Alireza Ashori, Shabnam Sheshmani: « Hybrid composites made from recycled materials: Moisture absorption and thickness swelling behavior ». *Bioresource Technology* 101, 4717–4720, **2010**.
- [77]. S. Krim: « Etude et caractérisation des matériaux composites à base de polypropylène chargé avec la farine de grignon d’olive ». *Mémoire de Magister, Université Abderrahmane Mira Bejaïa*, **2009**.
- [78]. C. Nakason, A. Kaesaman, P. Supasanthitikul: « The grafting of maleic anhydride onto natural rubber ». *Polymer Testing* 23, 35–41, **2004**.

- [79]. Magda G. El-Meligy, Samar H. Mohamed, Ragab M. Mahani: « Study mechanical, swelling and dielectric properties of prehydrolysed banana fiber – Waste polyurethane foam composites ». *Carbohydrate Polymers* 80, 366–372, **2010**.
- [80]. K. Murali Mohan Rao, K. Mohana Rao, A.V. Ratna Prasad: « Fabrication and testing of natural fibre composites: Vakka, sisal, bamboo and banana ». *Materials and Design*, 31, 508–513, **2010**.
- [81]. Hee-Soo Kim, Byoung-Ho Lee, Seung-Woo Choi, Sumin Kim, Hyun-Joong Kim: « The effect of types of maleic anhydride-grafted polypropylene on the interfacial adhesion properties of bio-flour-filled polypropylene composites ». *Composites: Part A* 38, 1473–1482, **2007**.
- [82]. Weili Li, Mingyong Yuan, Mujie Yang: « Dual-phase polymer electrolyte with enhanced phase compatibility based on Poly (MMA-g-PVC)/PMMA ». *European Polymer Journal* 42, 1396–1402, **2006**.
- [83]. Tomohito Kameda, Yuuzou Fukuda, Guido Grause, Toshiaki Yoshioka: « Chemical Modification of Rigid Poly(vinyl chloride) by the Substitution with Nucleophiles ». *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 116, 36–44, **2010**.
- [84]. Wulin Qiu, Takashi Endo, Takahiro Hirotsu: « A novel technique for preparing of maleic anhydride grafted polyolefins ». *European Polymer Journal* 41, 1979–1984, **2005**.
- [85]. I. Baroulaki, O. Karakasi, G. Pappa, P.A. Tarantili, D. Economides, K. Magoulas: « Preparation and study of plastic compounds containing polyolefins and post used newspaper fibers ». *Composites: Part A* 37, 1613–1625, **2006**.
- [86]. Andrzej K. Bledzki, Omar Faruk: « Injection moulded microcellular wood fibre-polypropylene composites ». *Composites, Part A* 37, 1358–1367, **2006**.
- [87]. Aliréza Shakeri, Ali Ghasemiam: « water absorption and thickness swelling behavior of polypropylene reinforced with hybrid recycled newspaper and glass fiber ». *Appl. Compos. Mater*, **2009**
- [88]. Hui Wang, Rui Chang, Kui-chuan Sheng, Mehrdad Adl, Xiang-qun Qian: « Impact Response of Bamboo–Plastic Composites with the Properties of Bamboo and Polyvinylchloride (PVC) ». *Journal of Bionic Engineering Suppl.*, 28–33, **2008**.
- [89]. Md. Nazrul Islam, Md. Rezaur Rahman, Md. Mominul Haque, Md. Monimul Huque: « Physico-mechanical properties of chemically treated coir reinforced polypropylene composites ». *Composites: Part A*, 41, 192–198, **2010**.
- [90]. Md. Rezaur Rahman, Md. Monimul Huque, Md. Nazrul Islama., Mahbub Hasan:

« Mechanical properties of polypropylene composites reinforced with chemically treated abaca ». *Composites: Part A*, 40, 511–517, **2009**

[91]. S. Th. Georgopoulos P.A. Tarantili, E. Avgerinos, A.G. Andreopoulos, E.G. Koukios: « Thermoplastic polymers reinforced with fibrous agricultural residues ». *Polymer Degradation and Stability* 90, 303-312, **2005**.

[92]. B. Wang, S. panigrahi, L. Tabil. W. Crerar, T. Powell, M. Kolybaba et S. Sokhansanj, in 2003 CSAE/ASAE north-Central Intersectional Conference. North Dakota, USA, Octobre 3-4, **2003**.

[93]. Hassine Bouafif: « effets des caractéristiques intrinsèques des fibres de bois et des procédés de mise en forme sur la performance des matériaux composites bois/thermoplastique». These de doctorat, Agro Paris Tech, **2009**.

[94]. Fabiola Vilaseca, Alex Valadez-Gonzalez, Pedro J. Herrera-Franco, M. Àngels Pèlach ,Joan Pere López, Pere Mutjé : « Biocomposites from abaca strands and polypropylene. Part I: Evaluation of the tensile properties ». *Bioresource Technology* 101, 387–395, **2010**.

[95]. Livia Dányádi, János Móczó, Béla Pukánszky: « Effect of various surface modifications of wood flour on the properties of PP/wood composites ». *Composites: Part A* 41, 199–206, **2010**.

[96]. H. Liu, Q. Wu, G. Han, F. Yao, Y. Kojima, S. Suzuki: « Compatibilizing and toughening bamboo flour-filled HDPE composites: Mechanical properties and morphologies». *Composites: Part A*, 39, 1891–1900, **2008**.

[97]. S. M. Lai, F. C. Yeh, Y. Wang, H. C. Chan, H.F. Shen, *Journal of applied Polymer*, 87, 487-496, **2003**.

[98]. I.K. Bishay, S.L. Abd-El-Messieh, S.H. Mansour: « Electrical, Mechanical and Thermal Properties of Polyvinyl Chloride Composites Filled with Aluminum Powder ». *Materials and Design*, 32, 62-68, **2011**.

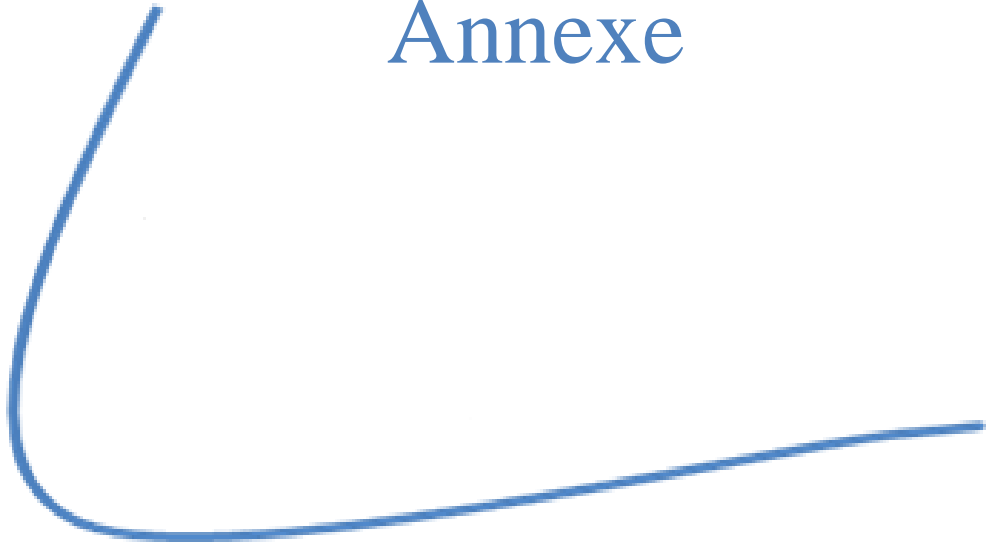
[99]. E.S. Zainudin, S.M. Sapuan, K. Abdan, M.T.M. Mohamad: « Thermal degradation of banana pseudo-stem filled unplasticized polyvinylchloride (UPVC) composites ». *Materials and Design* 30, 557–562, **2009**.


[100]. A. K. Bledzki, M. Letman, A. Viksne, L. Rence: « A comparison of compounding processes and wood type for wood fiber-PP composites », *Composites: Part A*, 36, 789-797, **2005**.

[101]. Alireza Ashori, Amir Nourbakhsh: « Performance properties of microcrystalline cellulose as a reinforcing agent in wood plastic composites », *Composites: Part B*, 41, 578–581, **2010**.

- [102]. S. Shekhar , V. Prasad, S.V. Subramanyam: « Transport properties of conducting amorphous carbon–poly(vinyl chloride) composite ». *Carbon* 44, 334–340, **2006**.
- [103]. S. Rajendran, Ravi shanker Babu, P. Sivakumar: « Investigations on PVC/PAN composite polymer electrolytes ». *Journal of Membrane Science* 315, 67–73, **2008**.
- [104]. Prosenjit Saha, Suvendu Manna, Sougata Roy Chowdhury, Ramkrishna Sen ,Debasis Roy, Basudam Adhikari: « Enhancement of tensile strength of lignocellulosic jute fibers by alkali-steam treatment ». *Bioresource Technology* 101, 3182–3187, **2010**.
- [105]. Z.M. Dong: « Dependence of dielectric behavior on the physical property of fillers in the polymer-matrix composites ». *Synthetic metals*, 146, 79-84, **2004**.
- [106]. S. Shinoj, R. Visvanathan, S. Panigrahi: « Towards industrial utilization of oil palm fibre: Physical and dielectric characterization of linear low density polyethylene composites and comparison with other fibre sources » *biosystems engineering*, 106, 378-388, **2010**.

Annexe



 Valeurs de la densité et de la dureté Shore D

Formulations	densité	dureté	Taux de cristallinité
F1	1.26	61	9.11
F2	1.11	56	10.6648
F3	1.21	60	14.4239
F4	1.21	64	14.9948
F5	1.14	63	2.6595
F6	1.21	56	3.9250
F7	1.23	63	6.7935
F8	1.19	64	5.9179
F9	1.22	63	7.1064
F10	1.20	65	8.3638
F11	1.25	66	7.6087
F12	1.19	63	8.9452
F13	1.23	67	11.4607
F14	1.13	67	8.8356
F15	1.20	65	10.2223
F16	1.21	65	12.7617

✚ Valeurs du taux d'absorption d'eau de la formulation F1

F1					
Temps	m ₁ (g)	m ₂ (g)	m ₃ (g)	Moyenne (g)	Δm (%)
0	1,1267	1,2103	1,1186	1,15186667	0,0000
24	1,2120	1,1220	1,1318	1,15526687	0,2952
48	1,2125	1,1218	1,1324	1,15556667	0,3212
72	1,2125	1,1218	1,1324	1,15556667	0,3212
98	1,2125	1,1218	1,1324	1,15556667	0,3212
170	1,2130	1,1323	1,1218	1,1557	0,3328
194	1,2123	1,1325	1,1227	1,15583333	0,3444
218	1,2131	1,1229	1,1321	1,15603333	0,3617
242	1,1328	1,1229	1,2134	1,15636667	0,3907
266	1,133	1,1228	1,2174	1,15773333	0,5093
290	1,1324	1,1231	1,2178	1,15776667	0,5122
314	1,1335	1,2188	1,123	1,15843333	0,5701
338	1,126	1,2238	1,1268	1,15886667	0,6077
362	1,1342	1,219	1,1238	1,159	0,6193
386	1,1342	1,2192	1,1239	1,1591	0,6280
410	1,1343	1,2193	1,1256	1,15973333	0,6829
482	1,1341	1,2203	1,126	1,16013333	0,7177
506	1,1346	1,2203	1,1277	1,16086667	0,7813
530	1,1349	1,2212	1,1273	1,16113333	0,8045
554	1,1353	1,2216	1,1266	1,16116667	0,8074
578	1,1352	1,2218	1,1267	1,1612	0,8095
650	1,1353	1,2227	1,1268	1,1616	0,8450
674	1,1354	1,2234	1,127	1,16193333	0,8739
698	1,1354	1,2235	1,1271	1,162	0,8797
722	1,1359	1,223	1,1274	1,1621	0,8884
746	1,136	1,223	1,1275	1,16213347	0,9000
818	1,136	1,223	1,1278	1,16226667	0,9029
890	1,1365	1,2234	1,1273	1,1624	0,9145
1058	1,1363	1,2234	1,1278	1,1625	0,9231
1082	1,1363	1,2234	1,1278	1,1625	0,9231

✚ Valeurs du taux d'absorption d'eau de la formulation F2

F2					
Temps	m ₁ (g)	m ₂ (g)	m ₃ (g)	Moyenne (g)	Δm (%)
0	1,3801	1,4513	1,4263	1,41923333	0
24	1,4007	1,4722	1,4537	1,4422	1,6182
48	1,4038	1,4755	1,4574	1,44556667	1,8555
72	1,4123	1,4782	1,4548	1,44843333	2,0574
98	1,4248	1,4842	1,471	1,46	2,8724
170	1,4308	1,4847	1,481	1,4655	3,2607
194	1,4249	1,5004	1,4844	1,4699	3,5700
218	1,4252	1,4993	1,4857	1,47006667	3,5817
242	1,4256	1,4991	1,4857	1,47013333	3,5864
266	1,4278	1,4991	1,4861	1,471	3,6475
290	1,4306	1,5005	1,487	1,4727	3,7673
314	1,4309	1,503	1,4867	1,47353333	3,8260
338	1,4302	1,506	1,4866	1,47426667	3,8777
362	1,435	1,5049	1,4893	1,4764	4,0280
386	1,436	1,5049	1,4894	1,4767	4,0481
410	1,437	1,5049	1,4895	1,47771	4,1182
482	1,4395	1,5108	1,4964	1,48223333	4,4390
506	1,4388	1,5151	1,4994	1,48443333	4,5940
530	1,4388	1,5152	1,4994	1,484441425	4,5946
554	1,4415	1,5127	1,4996	1,4846	4,6058
578	1,4415	1,5128	1,4996	1,4847	4,6132
650	1,442	1,5163	1,5005	1,48626667	4,7232
674	1,4408	1,5156	1,5043	1,4869	4,7678
698	1,4494	1,5158	1,5073	1,49083333	5,0450
722	1,4457	1,5316	1,506	1,49443333	5,2986
746	1,4458	1,5319	1,506	1,49447237	5,3191
818	1,4460	1,5318	1,508	1,49476209	5,3218
890	1,4512	1,5264	1,5111	1,49623333	5,4255
1058	1,4512	1,5264	1,5111	1,49623333	5,4255
1082	1,4512	1,5264	1,5111	1,49623333	5,4255

✚ Valeurs du taux d'absorption d'eau de la formulation F3

F3					
Temps	m₁ (g)	m₂ (g)	m₃ (g)	Moyenne (g)	Δm (%)
0	1,6538	1,4657	1,5861	1,56853333	0,0000
24	1,7163	1,5224	1,6373	1,62533333	3,6212
48	1,7496	1,555	1,6672	1,65726667	5,6571
72	1,7627	1,5647	1,6852	1,67086667	6,5241
98	1,7908	1,5912	1,6987	1,69356667	7,9714
170	1,8286	1,6231	1,7311	1,7276	10,1411
194	1,8368	1,6334	1,741	1,73706667	10,7446
218	1,8441	1,6387	1,7468	1,7432	11,1357
242	1,8567	1,6539	1,7601	1,7569	12,0091
266	1,8613	1,6589	1,7648	1,76166667	12,3130
290	1,87	1,6597	1,77	1,76656667	12,6254
314	1,8736	1,6665	1,7758	1,77196667	12,9697
338	1,8781	1,6695	1,7779	1,77516667	13,1737
362	1,8809	1,6761	1,7836	1,7802	13,4946
386	1,8833	1,6763	1,7875	1,78236667	13,6327
410	1,8835	1,6808	1,7901	1,7848	13,7878
482	1,8935	1,6808	1,7905	1,7882667	14,4512
506	1,9064	1,694	1,8051	1,80183333	14,8738
530	1,9084	1,6938	1,8083	1,8035	14,9800
554	1,909	1,6977	1,8093	1,80533333	15,0969
578	1,9126	1,7	1,8108	1,8078	15,2542
650	1,9129	1,6995	1,8153	1,80923333	15,3455
674	1,9165	1,7032	1,8192	1,81296667	15,5836
698	1,9229	1,7075	1,8211	1,81716667	15,8513
722	1,923	1,7075	1,8214	1,8175678	15,8769
746	1,9255	1,7101	1,8268	1,8208	16,0830
818	1,9278	1,7106	1,8286	1,82233333	16,1807
890	1,9296	1,7153	1,8333	1,82606667	16,4187
1058	1,9296	1,7153	1,8333	1,82606667	16,4187
1082	1,9296	1,7153	1,8333	1,82606667	16,4187

✚ Valeurs du taux d'absorption d'eau de la formulation F4

F4					
Temps	m ₁ (g)	m ₂ (g)	m ₃ (g)	Moyenne (g)	Δm (%)
0	1,4505	1,4495	1,3494	1,41646667	0,000
24	1,6019	1,5586	1,4432	1,53456667	8,3376
48	1,636	1,5922	1,4889	1,57236667	11,0063
72	1,666	1,606	1,4966	1,58953333	12,2182
98	1,6804	1,6382	1,5232	1,61393333	13,9408
170	1,7135	1,6707	1,5589	1,6477	16,3247
194	1,7171	1,6775	1,564	1,65286667	16,6894
218	1,727	1,6846	1,5694	1,66033333	17,2165
242	1,7299	1,6888	1,5729	1,66386667	17,4660
266	1,7351	1,6917	1,5744	1,66706667	17,6919
290	1,733	1,6924	1,5794	1,66826667	17,7766
314	1,7385	1,6956	1,5799	1,67133333	17,9931
338	1,7386	1,6957	1,5799	1,67139951	17,9978
362	1,7389	1,6977	1,5781	1,67156667	18,0096
386	1,7412	1,6969	1,5846	1,67423333	18,1979
410	1,7405	1,6984	1,5841	1,67433333	18,2049
482	1,7439	1,703	1,5888	1,67856667	18,5038
506	1,7489	1,7059	1,5875	1,68076667	18,6591
530	1,7489	1,706	1,5875	1,68080768	18,6620
554	1,7489	1,706	1,5875	1,68080768	18,6620
578	1,7489	1,706	1,5875	1,68080768	18,6620
650	1,7489	1,706	1,5875	1,68080768	18,6620
674	1,7489	1,706	1,5876	1,68080768	18,6732
698	1,7475	1,7094	1,5875	1,68146667	18,7085
722	1,7502	1,707	1,5933	1,6835	18,8521
746	1,7521	1,7089	1,5901	1,6837	18,8662
818	1,7521	1,7089	1,5901	1,6837	18,8662
890	1,7521	1,7089	1,5901	1,6837	18,8622
1058	1,7521	1,7089	1,5901	1,6837	18,8622
1082	1,7521	1,7089	1,5901	1,6837	18,8622

 Valeurs du taux d'absorption d'eau de la formulation F5

F5					
Temps	m ₁ (g)	m ₂ (g)	m ₃ (g)	Moyenne (g)	Δm (%)
0	1,8592	1,6595	1,4696	1,66276667	0,0000
24	1,907	1,6864	1,5085	1,70063333	2,2773
48	1,9254	1,7129	1,5279	1,72206667	3,5663
72	1,9366	1,7191	1,5239	1,72653333	3,8350
98	1,949	1,7292	1,5381	1,73876667	4,5707
170	1,9732	1,7491	1,5561	1,75946667	5,8156
194	1,9865	1,7581	1,5603	1,7683	6,3469
218	1,9877	1,7573	1,57	1,77166667	6,5493
242	1,9977	1,7593	1,574	1,77522956	6,7636
266	1,997	1,7647	1,5704	1,77736667	6,8921
290	1,9963	1,7681	1,5744	1,7796	7,0264
314	1,9968	1,7689	1,5778	1,78116667	7,1207
338	1,9998	1,772	1,5823	1,78439639	7,3149
362	1,9999	1,786	1,5830	1,78610405	7,4176
386	1,1004	1,806	1,5860	1,78793642	7,5278
410	2,0049	1,7743	1,59	1,78973333	7,6359
482	2,0132	1,7832	1,5945	1,79696667	8,0709
506	2,0147	1,7833	1,5978	1,7986	8,1691
530	2,0247	1,7853	1,598	1,80266354	8,4135
554	2,0276	1,7882	1,6009	1,80558835	8,5894
578	2,0295	1,7901	1,6028	1,80750386	8,7046
650	2,0395	1,7931	1,603	1,81192515	8,9705
674	2,0425	1,7971	1,6037	1,81449247	9,1249
698	2,0341	1,8036	1,6099	1,81586667	9,2075
722	2,0351	1,8046	1,6129	1,81666238	9,2554
746	2,0367	1,803	1,6157	1,81846667	9,3639
818	2,0372	1,8036	1,6162	1,81902184	9,3973
890	2,0415	1,8061	1,6134	1,82033333	9,4762
1058	2,0415	1,8061	1,6134	1,82033333	9,4762
1082	2,0415	1,8061	1,6134	1,82033333	9,4762

✚ Valeurs du taux d'absorption d'eau de la formulation F6

F6					
Temps	m₁ (g)	m₂ (g)	m₃ (g)	Moyenne (g)	Δm (%)
0	1,88	1,6973	1,413	1,66343333	0,0000
24	1,9641	1,7714	1,4782	1,7379	4,4767
48	2,0077	1,8107	1,5065	1,77496667	6,7050
72	2,0136	1,8318	1,521	1,7888	7,5366
98	2,0543	1,8545	1,5382	1,81566667	9,1518
170	2,0972	1,8957	1,5675	1,85346667	11,4242
194	2,1125	1,9064	1,5755	1,8648	12,1055
218	2,1218	1,9166	1,5824	1,8736	12,6345
242	2,1366	1,9311	1,5893	1,88566667	13,3599
266	2,1456	1,9373	1,5948	1,89256667	13,7747
290	2,1516	1,9433	1,6008	1,89853302	14,1334
314	2,1566	1,9440	1,6108	1,90376618	14,4480
338	2,162	1,9518	1,6045	1,9061	14,5883
362	2,1647	1,9554	1,6099	1,91	14,8228
386	2,1677	1,9557	1,6129	1,91209332	14,9486
410	2,176	1,9614	1,6119	1,91643333	15,2095
482	2,1826	1,9724	1,6228	1,92593333	15,7806
506	2,1912	1,9777	1,6242	1,93103333	16,0872
530	2,1877	1,9804	1,6291	1,9324	16,1694
554	2,1883	1,9810	1,6298	1,93323224	16,2194
578	2,1948	1,9806	1,6308	1,9354	16,3497
650	2,1969	1,9836	1,6338	1,93812938	16,5138
674	2,2014	1,9883	1,6324	1,9407	16,6683
698	2,20214	1,9893	1,6335	1,941767	16,7325
722	2,2008	1,9914	1,639	1,94373333	16,8507
746	2,2039	1,992	1,6355	1,9438	16,8547
818	2,2071	1,994	1,6386	1,94656667	17,0210
890	2,2077	1,9985	1,6386	1,94826667	17,1232
1058	2,2077	1,9985	1,6386	1,94826667	17,1232
1082	2,2077	1,9985	1,6386	1,94826667	17,1232

✚ Valeurs du taux d'absorption d'eau de la formulation F7

F7					
Temps	m₁ (g)	m₂ (g)	m₃ (g)	Moyenne (g)	Δm (%)
0	1,4064	1,3603	1,4425	1,40306667	0,0000
24	1,4931	1,4561	1,5299	1,49303333	6,4121
48	1,5284	1,4868	1,5632	1,52613333	8,7713
72	1,5537	1,5046	1,5885	1,54893333	10,3963
98	1,5761	1,529	1,6045	1,56986667	11,8882
170	1,6227	1,5645	1,6412	1,60946667	14,7106
194	1,6252	1,5755	1,645	1,61523333	15,1216
218	1,6336	1,5749	1,6522	1,62023333	15,4780
242	1,6383	1,5732	1,6552	1,62233333	15,6205
266	1,6383	1,5732	1,6552	1,62233333	15,6205
290	1,6397	1,5804	1,6588	1,6263	15,9104
314	1,6432	1,576	1,6611	1,62676667	15,9436
338	1,6421	1,5789	1,6613	1,62743333	15,9912
362	1,6434	1,5808	1,6628	1,629	16,1028
386	1,6447	1,5848	1,6599	1,6298	16,1598
410	1,6481	1,5824	1,6677	1,63273333	16,3689
482	1,6545	1,5789	1,6752	1,6362	16,6160
506	1,6505	1,5839	1,676	1,6368	16,6587
530	1,6554	1,583	1,674	1,63746667	16,7063
554	1,6545	1,5831	1,6761	1,6379	16,73714
578	1,6515	1,5901	1,6744	1,63866667	16,7918
650	1,6555	1,5863	1,6757	1,63916667	16,8274
674	1,6538	1,5891	1,6748	1,63923333	16,8322
698	1,6536	1,5891	1,6754	1,63936667	16,8417
722	1,656	1,5863	1,6769	1,63973333	16,8678
746	1,6582	1,5848	1,6763	1,63976667	16,8702
818	1,6586	1,5834	1,678	1,64	16,8868
890	1,656	1,5944	1,6763	1,64223333	17,0460
1058	1,656	1,5944	1,6763	1,64223333	17,0460
1082	1,656	1,5944	1,6763	1,64223333	17,0460

✚ Valeurs du taux d'absorption d'eau de la formulation F8

F8					
Temps	m ₁ (g)	m ₂ (g)	m ₃ (g)	Moyenne (g)	Δm (%)
0	1,5365	1,4521	1,6272	1,5386	0,0000
24	1,5488	1,4646	1,6378	1,5504	0,7669
48	1,5521	1,4648	1,644	1,55363333	0,9771
72	1,5504	1,4684	1,6457	1,55483333	1,0551
98	1,5574	1,4714	1,6486	1,55913333	1,3345
170	1,5623	1,4765	1,6545	1,56443333	1,6790
194	1,5671	1,4785	1,6568	1,56746667	1,8762
218	1,5713	1,484	1,6598	1,5717	2,1513
242	1,5713	1,484	1,6598	1,5717	2,1513
266	1,5713	1,484	1,6598	1,5717	2,1513
290	1,5712	1,4838	1,6602	1,57173333	2,1535
314	1,5711	1,4834	1,6623	1,57226667	2,1881
338	1,5713	1,4843	1,6623	1,57263333	2,2120
362	1,5704	1,4866	1,6643	1,57376667	2,2856
386	1,573	1,4858	1,6644	1,5744	2,3268
410	1,5739	1,4879	1,6654	1,57573333	2,4134
482	1,5764	1,491	1,668	1,57846667	2,5911
506	1,5785	1,4905	1,6701	1,5797	2,6713
530	1,5785	1,4896	1,6698	1,5793	2,6453
554	1,5785	1,4906	1,6707	1,57993333	2,6864
578	1,5796	1,4925	1,6716	1,58123333	2,7709
650	1,5814	1,4939	1,6717	1,58233333	2,8424
674	1,582	1,4939	1,6713	1,5824	2,8467
698	1,5824	1,4958	1,6755	1,58456667	2,9876
722	1,5825	1,4958	1,6756	1,58464414	2,9926
746	1,5843	1,497	1,6758	1,5857	3,0612
818	1,5857	1,498	1,6767	1,5868	3,1327
890	1,5876	1,499	1,6795	1,5887	3,2562
1058	1,5876	1,499	1,6795	1,5887	3,2562
1082	1,5876	1,499	1,6795	1,5887	3,2562

✚ Valeurs du taux d'absorption d'eau de la formulation F9

F9					
Temps	m₁ (g)	m₂ (g)	m₃ (g)	Moyenne (g)	Δm (%)
0	1,6213	1,5749	1,2876	1,4946	0,0000
24	1,6727	1,6401	1,3441	1,5523	3,8606
48	1,7115	1,6773	1,3751	1,58796667	6,2469
72	1,7158	1,6872	1,3875	1,59683333	6,8402
98	1,744	1,7013	1,4055	1,61693333	8,1850
170	1,7709	1,7355	1,434	1,6468	10,1833
194	1,7821	1,7466	1,4442	1,65763333	10,9082
218	1,7872	1,7542	1,4462	1,66253333	11,2360
242	1,797	1,7667	1,4587	1,67413333	12,0121
266	1,8027	1,7727	1,4629	1,67943333	12,3667
290	1,8071	1,7798	1,4651	1,684	12,6723
314	1,8113	1,783	1,4666	1,68696667	12,8708
338	1,8126	1,7861	1,4678	1,68883333	12,9957
362	1,8222	1,7914	1,4711	1,6949	13,4016
386	1,8242	1,7925	1,4731	1,6966	13,5153
410	1,8277	1,796	1,4766	1,7001	13,7517
482	1,8377	1,826	1,4866	1,7058	14,4510
506	1,8396	1,8269	1,4875	1,71154	14,5148
530	1,8414	1,8287	1,4893	1,71338	14,6382
554	1,8457	1,8157	1,4839	1,7151	14,7531
578	1,8486	1,8179	1,4817	1,71606667	14,8178
650	1,8579	1,8191	1,4885	1,72183333	15,2036
674	1,8601	1,8251	1,4877	1,7243	15,3687
698	1,8645	1,8243	1,49	1,72626667	15,5002
722	1,8637	1,8279	1,4912	1,7276	15,5895
746	1,8666	1,8272	1,4923	1,7287	15,6631
818	1,869	1,8294	1,4904	1,7296	15,7233
890	1,8718	1,8317	1,4929	1,73213333	15,8928
1058	1,8718	1,8317	1,4929	1,73213333	15,8928
1082	1,8718	1,8317	1,4929	1,73213333	15,8928

✚ Valeurs du taux d'absorption d'eau de la formulation F10

F10					
Temps	m ₁ (g)	m ₂ (g)	m ₃ (g)	Moyenne (g)	Δm (%)
0	1,3301	1,1484	1,2625	1,247	0,0000
24	1,4255	1,2251	1,3687	1,33976667	7,4392
48	1,4566	1,2642	1,388	1,3696	9,8316
72	1,4797	1,2805	1,402	1,3874	11,2590
98	1,4999	1,2929	1,4401	1,41096667	13,1489
170	1,5172	1,3249	1,4548	1,4323	14,8597
194	1,5207	1,3219	1,4723	1,4383	15,3408
218	1,5226	1,326	1,4687	1,4391	15,4050
242	1,5236	1,3314	1,4655	1,44016667	15,4905
266	1,3394	1,4662	1,5174	1,441	15,5573
290	1,5269	1,3313	1,4676	1,44193333	15,6322
314	1,528	1,3372	1,4633	1,44283333	15,7044
338	1,523	1,34	1,4679	1,44363333	15,7685
362	1,5234	1,3404	1,4683	1,44417938	15,8123
386	1,523	1,3377	1,4752	1,4453	15,9022
410	1,5278	1,3353	1,4736	1,44556667	15,9235
482	1,5251	1,3391	1,4726	1,4456	15,9262
506	1,5256	1,337	1,4799	1,4475	16,0786
530	1,5335	1,3411	1,4716	1,44873333	16,1775
554	1,4728	1,3438	1,53	1,44886667	16,1882
578	1,53	1,3412	1,4761	1,4491	16,2069
650	1,5297	1,3423	1,4772	1,44973333	16,2577
674	1,5323	1,3425	1,4755	1,4501	16,2871
698	1,5313	1,342	1,4775	1,45026667	16,3005
722	1,528	1,3433	1,4804	1,45056667	16,3245
746	1,5283	1,3437	1,4808	1,45093333	16,3539
818	1,5316	1,3454	1,4801	1,45236667	16,4689
890	1,5432	1,3445	1,4834	1,45703333	16,8431
1058	1,5432	1,3445	1,4834	1,45703333	16,8431
1082	1,5432	1,3445	1,4834	1,45703333	16,8431

✚ Valeurs du taux d'absorption d'eau de la formulation F11

F11					
Temps	m ₁ (g)	m ₂ (g)	m ₃ (g)	Moyenne (g)	Δm (%)
0	1,5045	1,5441	1,3855	1,47803333	0,0000
24	1,5106	1,549	1,3945	1,4847	0,4510
48	1,5107	1,5555	1,3957	1,4873	0,6270
72	1,5117	1,5575	1,3973	1,48883333	0,7307
98	1,5127	1,5593	1,4016	1,4912	0,8908
170	1,5207	1,5647	1,4052	1,49686667	1,2742
194	1,5224	1,5681	1,4065	1,499	1,4186
218	1,5228	1,5686	1,4069	1,49942934	1,4476
242	1,5232	1,5678	1,4083	1,49976667	1,4704
266	1,5242	1,5688	1,4093	1,50077731	1,5388
290	1,5245	1,5687	1,4101	1,5011	1,5606
314	1,5266	1,5684	1,4099	1,50163333	1,5967
338	1,5249	1,5693	1,4111	1,50176667	1,6057
362	1,5256	1,5706	1,4108	1,50233333	1,6441
386	1,5267	1,5717	1,4119	1,50345107	1,7197
410	1,5263	1,5724	1,4126	1,50376667	1,7411
482	1,5303	1,5765	1,4129	1,50656667	1,9305
506	1,5308	1,5761	1,4156	1,5075	1,9936
530	1,5319	1,5752	1,4168	1,50796667	2,0252
554	1,5309	1,5771	1,4161	1,50803333	2,0297
578	1,5326	1,5777	1,4176	1,5093	2,1154
650	1,532	1,581	1,4173	1,5101	2,1695
674	1,5329	1,5778	1,4181	1,5096	2,1357
698	1,5354	1,5792	1,4183	1,51096667	2,2282
722	1,5354	1,5792	1,4183	1,51096667	2,2282
746	1,5356	1,58	1,4209	1,51216667	2,3094
818	1,5371	1,581	1,4206	1,5129	2,3590
890	1,5383	1,582	1,4214	1,5139	2,4266
1058	1,5383	1,582	1,4214	1,5139	2,4266
1082	1,5383	1,582	1,4214	1,5139	2,4266

✚ Valeurs du taux d'absorption d'eau de la formulation F12

F12					
Temps	m ₁ (g)	m ₂ (g)	m ₃ (g)	Moyenne (g)	Δm (%)
0	1,288	1,5098	1,0591	1,28563333	0,0000
24	1,3446	1,5803	1,1055	1,34346667	4,4984
48	1,3712	1,6127	1,1321	1,372	6,7178
72	1,3774	1,6365	1,1499	1,38793333	7,9572
98	1,4029	1,6539	1,1616	1,40613333	9,3728
170	1,4322	1,6927	1,1879	1,4376	11,8204
194	1,4385	1,7048	1,1909	1,44473333	12,3752
218	1,4449	1,7161	1,1986	1,4532	13,0338
242	1,4552	1,7196	1,204	1,4596	13,5316
266	1,461	1,7338	1,2055	1,46676667	14,0890
290	1,462	1,734	1,2087	1,46823333	14,2031
314	1,4653	1,7378	1,2104	1,47116667	14,4313
338	1,4634	1,7407	1,2098	1,4713	14,4417
362	1,471	1,746	1,2134	1,4768	14,8695
386	1,4736	1,75	1,216	1,47986667	15,1080
410	1,4757	1,7501	1,2168	1,48086667	15,1858
482	1,4801	1,7545	1,2212	1,48532818	15,5328
506	1,4805	1,7549	1,2216	1,4857383	15,5647
530	1,4809	1,7552	1,2219	1,48601985	15,5866
554	1,484	1,7604	1,2193	1,4879	15,7377
578	1,485	1,763	1,2204	1,48946667	15,8514
650	1,4892	1,7685	1,2243	1,494	16,2073
674	1,4896	1,2268	1,7684	1,49493333	16,2799
698	1,4915	1,7715	1,2246	1,49586667	16,3525
722	1,4959	1,772	1,2278	1,49856667	16,5625
746	1,4913	1,7787	1,2266	1,49886667	16,5859
818	1,4968	1,581	1,4206	1,49946667	16,6325
890	1,7771	1,4961	1,2272	1,50013333	16,6844
1058	1,7771	1,4961	1,2272	1,50013333	16,6844
1082	1,7771	1,4961	1,2272	1,50013333	16,6844

✚ Valeurs du taux d'absorption d'eau de la formulation F13

F13					
Temps	m₁ (g)	m₂ (g)	m₃ (g)	Moyenne (g)	Δm (%)
0	1,6073	1,3169	1,4487	1,45763333	0,0000
24	1,7137	1,407	1,5462	1,55563333	6,7232
48	1,7574	1,4429	1,581	1,59376667	9,3393
72	1,755	1,4575	1,5994	1,60396667	10,0391
98	1,7961	1,4806	1,6132	1,62996667	11,8228
170	1,8323	1,5079	1,6484	1,66286667	14,0799
194	1,842	1,5154	1,6561	1,67116667	14,6493
218	1,8458	1,5225	1,6605	1,67626667	14,9992
242	1,8557	1,5277	1,6675	1,68363333	15,5046
266	1,8572	1,5288	1,6702	1,6854	15,6258
290	1,8632	1,5322	1,67	1,68846667	15,8362
314	1,8607	1,5286	1,6784	1,68923333	15,8888
338	1,8637	1,5335	1,6749	1,6907	15,9894
362	1,8635	1,5365	1,6737	1,69123333	16,0260
386	1,8662	1,5341	1,6752	1,69183333	16,0671
410	1,8664	1,5366	1,6747	1,69256667	16,1175
482	1,8713	1,5364	1,6745	1,69406667	16,2204
506	1,8745	1,5397	1,672	1,6954	16,3118
530	1,8693	1,5405	1,6767	1,6955	16,3187
554	1,8732	1,538	1,6777	1,6963	16,3736
578	1,8732	1,538	1,6777	1,6963	16,3736
650	1,875	1,5394	1,6778	1,6974	16,4490
674	1,87	1,5409	1,682	1,69763333	16,4650
698	1,8735	1,5385	1,681	1,69766667	16,4673
722	1,8747	1,538	1,6829	1,69853333	16,5268
746	1,8763	1,5419	1,6779	1,6987	16,5382
818	1,8778	1,5416	1,6831	1,70083333	16,6846
890	1,8792	1,5437	1,6856	1,70283333	16,8218
1058	1,8792	1,5437	1,6856	1,70283333	16,8218
1082	1,8792	1,5437	1,6856	1,70283333	16,8218

✚ Valeurs du taux d'absorption d'eau de la formulation F14

F14					
Temps	m₁ (g)	m₂ (g)	m₃ (g)	Moyenne (g)	Δm (%)
0	1,4749	1,5027	1,5582	1,51193333	0,0000
24	1,4895	1,5167	1,5753	1,52716667	1,0075
48	1,4936	1,5152	1,58	1,5296	1,1685
72	1,4925	1,5211	1,5798	1,53113333	1,2699
98	1,4996	1,5165	1,5852	1,53376667	1,4441
170	1,5057	1,5316	1,592	1,5431	2,0614
194	1,5103	1,5334	1,5939	1,54586667	2,2444
218	1,5106	1,5355	1,5972	1,54776667	2,3700
242	1,5094	1,5355	1,59957	1,54815667	2,3958
266	1,5106	1,5394	1,597	1,549	2,4516
290	1,5115	1,5401	1,5976	1,54973333	2,5001
314	1,5130	1,5416	1,5991	1,55131163	2,6045
338	1,5136	1,5409	1,6023	1,55226667	2,6677
362	1,5166	1,5439	1,6053	1,5532454	2,7324
386	1,5162	1,5436	1,6038	1,55453333	2,8176
410	1,5182	1,5456	1,6058	1,5551459	2,8581
482	1,5201	1,5468	1,6084	1,55843333	3,0755
506	1,5204	1,5471	1,6087	1,55880478	3,1001
530	1,5198	1,5474	1,6101	1,5591	3,1196
554	1,5225	1,5495	1,6097	1,56056667	3,2166
578	1,5248	1,5502	1,6126	1,56253333	3,3467
650	1,5272	1,5496	1,6113	1,5627	3,3577
674	1,5518	1,5264	1,6148	1,56433333	3,4658
698	1,5282	1,5512	1,6149	1,56476667	3,4944
722	1,5272	1,5525	1,615	1,5649	3,5032
746	1,5272	1,5525	1,615	1,56565535	3,5532
818	1,5305	1,5585	1,6192	1,56873333	3,7568
890	1,5326	1,5578	1,6178	1,5694	3,8009
1058	1,5326	1,5578	1,6178	1,5694	3,8009
1082		1,5578	1,6178	1,5694	3,8009

 Valeurs du taux d'absorption d'eau de la formulation F15

F15					
Temps	m₁ (g)	m₂ (g)	m₃ (g)	Moyenne (g)	Δm (%)
0	1,4754	1,2932	1,2682	1,3456	0,0000
24	1,5198	1,332	1,3076	1,38646667	3,0371
48	1,5459	1,3469	1,3222	1,405	4,4144
72	1,5572	1,353	1,3233	1,41116667	4,8727
98	1,5662	1,3664	1,3435	1,42536667	5,9280
170	1,5949	1,3829	1,3637	1,44716667	7,5481
194	1,6018	1,3893	1,3726	1,45456667	8,0980
218	1,6072	1,3947	1,3780	1,45599907	8,5011
242	1,6152	1,4013	1,3836	1,4667	8,9997
266	1,6193	1,4036	1,3869	1,46993333	9,2400
290	1,6248	1,4087	1,391	1,47483333	9,6041
314	1,6278	1,4125	1,3943	1,4782	9,8543
338	1,6252	1,4117	1,3977	1,4782	9,8543
362	1,6325	1,4171	1,4029	1,48416667	10,2978
386	1,6418	1,4195	1,4068	1,48936667	10,6842
410	1,6426	1,4236	1,4077	1,4913	10,8279
482	1,6506	1,4336	1,4164	1,5002	11,4893
506	1,6598	1,436	1,4199	1,50523333	11,8634
530	1,6583	1,4379	1,4265	1,50756667	12,0368
554	1,6639	1,4357	1,4261	1,50856667	12,1111
578	1,6656	1,4388	1,4246	1,50966667	12,1928
650	1,6691	1,4436	1,4342	1,51563333	12,6362
674	1,6719	1,4464	1,437	1,51845847	12,8462
698	1,6742	1,4487	1,4493	1,52083345	13,0227
722	1,4395	1,4501	1,6748	1,52146667	13,0698
746	1,6763	1,4538	1,4398	1,5233	13,2060
818	1,6822	1,4554	1,4427	1,52676667	13,4636
890	1,6842	1,4553	1,4454	1,5283	13,5776
1058	1,6842	1,4553	1,4454	1,5283	13,5776
1082	1,6842	1,4553	1,4454	1,5283	13,5776

 Valeurs du taux d'absorption d'eau de la formulation F16

F16					
Temps	m₁ (g)	m₂ (g)	m₃ (g)	Moyenne (g)	Δm (%)
0	1,087	1,1248	1,2733	1,1617	0,0000
24	1,1655	1,2018	1,3622	1,24316667	7,0127
48	1,1943	1,2313	1,3996	1,27506667	9,7587
72	1,2095	1,2365	1,4268	1,29093333	11,1245
98	1,2293	1,2711	1,437	1,31246667	12,9781
170	1,2721	1,3056	1,4342	1,3373	15,1158
194	1,2544	1,2948	1,4671	1,33876667	15,2420
218	1,2585	1,3016	1,4703	1,34346667	15,6466
242	1,2605	1,3032	1,4691	1,34426667	15,7155
266	1,2637	1,3026	1,4685	1,34493333	15,7729
290	1,267	1,2985	1,474	1,3465	15,9077
314	1,265	1,3059	1,4761	1,349	16,1229
338	1,2653	1,3053	1,4779	1,3495	16,1660
362	1,2653	1,3053	1,4779	1,3495	16,1660
386	1,2642	1,3061	1,4797	1,35	16,2090
410	1,2642	1,3061	1,4797	1,35	16,2090
482	1,2664	1,3075	1,4766	1,35016667	16,2234
506	1,2657	1,3051	1,4801	1,3503	16,2348
530	1,2665	1,3066	1,478	1,35036667	16,2406
554	1,3082	1,2573	1,4866	1,3507	16,2693
578	1,2658	1,3072	1,4793	1,35076667	16,2750
650	1,2665	1,308	1,4784	1,35096667	16,2922
674	1,268	1,3071	1,4783	1,35113333	16,3066
698	1,3074	1,4766	1,2704	1,35146667	16,3353
722	1,2671	1,3056	1,484	1,35223333	16,4013
746	1,2698	1,3052	1,4824	1,35246667	16,4213
818	1,2724	1,3116	1,4852	1,3564	16,7599
890	1,2737	1,313	1,4829	1,35653333	16,7714
1058	1,2737	1,313	1,4829	1,35653333	16,7714
1082		1,313	1,4829	1,35653333	16,7714

 Valeurs de traction

Formulation	N ^{bre} d'essai	Résistance à la rupture (MPa)	Allongement à la rupture (%)	Module de Young (MPa)
F1	1	26.43	195.17	310.19
	2	26.14	185,82	311.51
	3	26.00	187,67	331.19
	Moyenne	26,1900 ± 0,2193	189,55 ± 4,95	317.63 ± 11.75
F2	1	12.76	47.66	318.78
	2	12.95	48.81	330.08
	3	12.21	50.67	213.4
	Moyenne	12.64 ± 0.3843	49.05 ± 1.51	322.28 ± 64.35
F3	1	11.82	22.97	353.59
	2	11.34	31.	515.84
	3	11.19	22.76	449.17
	Moyenne	11.45±0.3290	25.57 ± 4.69	439.53 ± 81.55
F4	1	9.37	12.43	582
	2	9.68	17.05	515
	3	8.66	18.53	447.04
	Moyenne	9.24 ± 0.5229	16.00 ± 3.18	515.68 ± 67.48
F5	1	12.78	51.53	244.28
	2	13.46	57.14	311.46
	3	12.27	59.11	244.46
	Moyenne	12.84 ± 0.597	55.93 ± 3.93	266.73 ± 38.73
F6	1	12.21	31.29	403.47
	2	11.72	24.56	417.03
	3	12.15	26.77	303.33
	Moyenne	12.03± 0.2672	27.54 ± 3.43	374.61 ± 62.10
F7	1	11.27	12.33	618.25
	2	9.69	14.27	504.96
	3	10.03	14.75	389.28
	Moyenne	10.33 ± 0.8316	13.78 ± 1.28	504.16 ± 114.48
F8	1	15.21	52.82	387.96
	2	14.89	59.35	362.21
	3	15.93	62.66	460.51
	Moyenne	15.34 ± 0.5326	58.27 ± 5.00	403.56 ± 50.97
F9	1	12.74	26.47	387.77
	2	12.46	30.34	440.98
	3	12.33	25.46	466.25
	Moyenne	12.51 ± 0.2095	27.42 ± 2.57	431.66 ± 40.06
F10	1	10.36	13.53	464.51
	2	9.81	14.14	399.14
	3	10.54	10.58	571.39
	Moyenne	10.24±0.3803	12.75 ± 1.90	478.34 ± 86.95

F11	1	15.53	67.57	399.8
	2	17	77.95	399.17
	3	14.81	79.76	387.12
	Moyenne	15.78 ± 1.1161	75.09 ± 6.57	395.39 ± 7.17
F12	1	12.11	19.59	389.32
	2	12.01	20.47	502.33
	3	12.05	21.94	376.29
	Moyenne	12.06 ± 0.0503	20.67 ± 1.18	422.65 ± 69.31
F13	1	1034	14.03	535.87
	2	10.31	13.59	443.58
	3	10.33	14.17	249.81
	Moyenne	10.32 ± 0.0152	13.93 ± 0.30	409.75 ± 145.99
F14	1	13.4	53.32	2.9957
	2	13.24	64.79	364.09
	3	12.61	51.42	306.12
	Moyenne	13.09 ± 0.4119	56.51 ± 7.23	323.26 ± 35.51
F15	1	11.6	21.84	269.91
	2	12.05	18.02	341.85
	3	11.64	19.43	348.39
	Moyenne	11.76 ± 0.24	19.76 ± 1.93	320.05 ± 43.45
F16	1	8.33	5.1	405.02
	2	9.65	6.73	396.66
	3	9.52	6.78	455.01
	Moyenne	9.17 ± 0.72	6.20 ± 0.95	418.90 ± 31.55

✚ Résultats d'analyse thermique ATG-DTG du PVC et PVC-g-MA

PVC			PVC-g-MA		
T (°)	TG (%)	DTG (%/min)	T (°)	TG (%)	DTG (%/min)
5,1	98,497		1,9	98,497	
5,1	98,261	0,0071	1,9	98,261	-0,2832
5,1	98,026	-0,0159	1,9	98,026	-0,2767
5,3	97,827	0,0353	2,1	97,827	-0,2588
5,5	97,591	0,1431	2,1	97,591	-0,2357
6,1	97,392	0,2319	2,1	97,392	-0,1249
7,6	97,356	0,3135	2,4	97,356	0,142
10,5	97,61	0,3834	4,6	97,61	0,3637
15,2	98,008	0,4043	10,5	98,008	0,3933
21,7	98,334	0,3831	20	98,334	0,3053
30,4	98,515	0,3393	32,4	98,515	0,1666
40,9	98,624	0,2732	46,3	98,624	-0,0646
52,1	98,443	0,2107	59,7	98,443	-0,4846
64,0	97,827	0,1593	72,6	97,827	-0,9859
76,1	96,758	0,1063	84,6	96,758	-1,344
87,6	95,545	0,0781	95,2	95,545	-1,4561
98,7	94,314	0,0806	105,2	94,314	-1,3452
109,5	93,227	0,0844	114,5	93,227	-1,1091
119,7	92,43	0,0857	123,4	92,43	-0,8361
129,4	91,887	0,0882	132,1	91,887	-0,5621
138,8	91,525	0,0933	140,9	91,525	0,3232
148,0	91,344	0,0957	150,1	91,344	-0,1561
156,9	91,289	0,0964	158,8	91,289	-0,0663
165,8	91,199	0,0958	168	91,199	-0,0236
174,8	91,235	0,0805	177,1	91,235	-0,0226
183,8	91,199	0,0519	186,1	91,199	-0,0538
192,6	91,163	0,0131	195	91,163	-0,1207
201,5	91,018	-0,0728	204	91,018	-0,2442
210,2	90,764	-0,2313	212,8	90,764	-0,4458
218,7	90,293	-0,5056	221,4	90,293	-0,7731
227,2	89,533	-1,0761	230,1	89,533	-1,3285
235,6	88,156	-2,3115	238,7	88,156	-2,2981
243,7	85,838	-4,8384	247,1	85,838	-4,088
251,8	81,637	-8,8339	255,5	81,637	-7,2643
259,8	73,814	-11,8067	263,6	73,814	-10,6179
268,2	63,347	-10,6949	272,1	63,347	-11,3282
276,9	54,419	-7,5777	280,9	54,419	-9,466
285,1	47,555	-5,9784	289,6	47,555	-7,1153
293,1	42,629	-5,5356	298,2	42,629	-5,1713
301,2	39,044	-4,97	306,6	39,044	-3,625
309,3	36,599	-3,9762	314,9	36,599	-2,2387

317,7	35,313	-2,6603	323,3	35,313	-1,0592
326,1	34,933	-1,4115	331,6	34,933	-0,3742
334,5	34,77	-0,6306	339,9	34,77	-0,1689
342,7	34,679	-0,3485	348,2	34,679	-0,1513
350,9	34,553	-0,3456	356,6	34,553	-0,1715
359,0	34,39	-0,4682	356	34,39	-0,2061
367,2	34,191	-0,6916	373,4	34,191	-0,2475
375,5	33,973	-1,0242	381,8	33,973	-0,3283
383,5	33,72	-1,4472	389,9	33,72	-1,0088
391,4	32,398	-1,8882	397,4	32,398	-2,2883
399,4	29,953	-2,2564	405,3	29,953	-2,904
407,2	27,345	-2,6049	413	27,345	-2,7006
414,9	25,317	-2,8993	420,9	25,317	-2,2326
422,4	23,669	-2,947	429	23,669	-1,8059
429,9	22,347	-2,7719	437,1	22,347	-1,5284
437,5	21,152	-2,4255	445,3	21,152	-1,3156
445,3	20,138	-1,9627	453,4	20,138	-1,1217
453,4	19,286	-1,4931	461,6	19,286	-0,9352
461,5	18,58	-1,0677	469,5	18,58	-0,7317
469,4	18,055	-0,7153	477,3	18,055	-0,5131
477,4	17,747	-0,4685	485,1	17,747	-0,3383
485,3	17,512	-0,31	492,8	17,512	-0,2536
493,3	17,313	-0,2147	500,7	17,313	-0,2357
501,2	17,131	-0,1712	508,8	17,131	-0,2463
509,1	16,914	-0,1515	516,8	16,914	-0,2696
516,9	16,661	-0,1349	524,6	16,661	-0,2916
524,6	16,443	-0,1285	532,5	16,443	-0,3168
532,3	16,135	-0,1278	540,4	16,135	
539,8	18,072	-0,131			
547,1	17,976	-0,1345			
554,4	17,88	-0,1388			
561,8	17,783	-0,1331			
569,8	17,639	-0,119			
578,2	17,542	-0,1077			
586,8	17,446	-0,1031			
595,3	17,349	-0,1006			
603,4	17,301	-0,0957			
611,0	17,205	-0,095			
618,0	17,108	-0,0904			
625,3	17,06	-0,0766			
633,0	16,964	-0,0692			
640,7	16,916	-0,0688			
648,1	16,867	-0,0671			
655,6	16,771	-0,0621			
663,1	16,771	-0,0561			
670,9	16,675	-0,0568			

679.0	16,627	-0,0604			
687,3	16,578	-0,0583			
695,5	16,578	-0,0572			
703,4	16,482	-0,0579			
711.0	16,434	-0,0558			
718,5	16,434				

✚ Résultats d'analyse thermique (ATG-DTG) des composites

F1			F2		
T (°)	TG (%)	DTG (%/mn)	T (°)	TG (%)	DTG (%/mn)
15,2	99,945		11,8	100,23	
14,8	99,926	0,0629	11,8	100,177	-0,2252
14,5	99,926	0,0542	11,6	100,159	-0,113
14,2	99,963	-0,1076	11,4	100,141	0,0319
13,8	99,834	0,1342	11,3	100,159	0,3147
14,5	100,221	0,6328	12,9	100,671	0,7151
20,6	100,957	0,791	21,6	101,43	0,7639
34,8	101,583	0,6294	39,5	102,013	0,4726
55,4	102,007	0,3847	62,7	102,225	0,1449
79,8	102,246	0,1945	88,5	102,189	-0,0811
104,2	102,32	0,0869	113,6	102,048	-0,1748
127,5	102,356	0,0469	136,4	101,907	-0,1394
149,3	102,393	0,018	157,2	101,836	-0,0844
169,1	102,393	-0,0345	176,4	101,766	-0,1331
188,1	102,32	-1,42E-01	194,6	101,642	-0,3854
206,7	102,172	-0,4094	212,9	101,201	-1,3072
225,2	101,73	-1,7516	231,1	99,876	-4,2585
243,7	100,442	-8,2722	249,3	94,174	-9,6725
260,8	88,513	-19,5566	267,1	84,428	-16,9312
278,3	66,716	-38,7918	284,5	65,431	-20,2565
297	45,932	-16,5695	303	48,641	-14,5282
315,9	38,365	-6,2907	321,4	40,996	-6,5075
333,8	36,8	-1,4326	339,3	38,63	-2,2085
350,8	36,598	-0,336	356,5	37,853	-1,0408
367,7	36,377	-0,4133	373,5	37,094	-1,2717
384,4	35,972	-0,9681	390,5	35,84	-2,208
401	34,904	-2,296	407,2	33,492	-3,7192
417,6	32,29	-4,2743	423,6	29,661	-4,6848
433,8	27,743	-5,1381	440	25,159	-3,5771
450,8	23,122	-3,4461	456,2	23,552	-1,7822
467,3	21,797	-1,3755	472,4	22,546	-0,9255
483,6	21,208	-0,5631	488,6	21,999	-0,5432
499,9	20,913	-0,2934	504,7	21,681	-0,3503
516	20,729	-0,1767	520,8	21,434	-0,2777
532	20,619	-0,1336	536,8	21,239	-0,2529
548	20,545	-0,1239	552,7	21,01	-0,239
563	20,416	-0,1238	568,5	20,833	-0,2265
579,8	20,324	-0,1242	584,1	20,657	-0,2067
595,4	20,214	-0,1241	599,6	20,48	-0,166
611,3	20,103		615,5	20,374	
627,3	19,993		631	20,268	

F3			F4		
T (°)	TG (%)	DTG	T (°)	TG (%)	DTG(%/mm)
10,1	10,1		10,1	10,1	
10,1	99,506	-0,1456	10,1	10,1	-0,1244
10,1	99,506	-0,0697	10	10,0	-0,0762
10	99,506	0,0772	10	10,0	0,1314
10	99,506	0,5617	10	10,0	0,8559
11,8	100,309	1,156	12,1	12,1	1,6721
19,9	101,574	1,2085	20,3	20,3	1,7237
35,9	102,469	0,7503	36,4	36,4	1,3330
57,2	102,84	0,2066	57,9	57,9	0,4465
81,7	102,778	-0,1384	82,8	79,5	0,0005
105,7	102,593	-0,206	107,7	103,7	-0,1297
128,6	102,407	-0,1141	131,1	125,1	-0,0653
150,1	102,407	-0,0265	152,9	151,9	-0,0078
169,8	102,407	-0,0563	172,6	170,6	-0,1363
188,9	102,346	-0,3394	191	189,9	-0,7383
207,7	101,914	-1,5503	209,1	210,1	-3,2676
226,3	100,401	-5,2782	227,1	230,6	-8,7968
244,7	93,086	-10,7576	245,2	259,2	-13,9635
262,9	82,778	-16,5159	263,3	279,3	-16,2014
280,7	64,877	-18,0638	281,5	290,5	-13,7050
299	50,957	-12,0476	299,8	299,8	-7,9251
316,8	45	-5,5357	317,8	317,8	-3,7675
334,4	42,377	-2,3763	335,4	335,4	-1,7864
351,5	41,358	-1,1947	352,5	352,5	-1,0479
368,5	40,556	-1,1587	369,4	369,4	-1,1297
385,4	39,506	-1,8356	386,2	386,2	-1,8459
402	37,747	-3,0998	402,7	402,7	-3,0791
418,4	34,383	-4,1914	419,1	419,1	-3,9777
434,6	30,401	-4,0207	435,5	435,5	-3,4752
450,6	27,469	-2,7735	451,7	451,7	-2,1125
466,3	25,617	-1,3548	467,9	467,9	-1,0530
482,1	25,247	-0,5052	484,1	484,1	-0,5186
498,1	25,031	-0,2486	500,1	500,1	-0,3025
514,5	24,877	-0,1544	516,1	516,1	-0,2156
530,8	24,753	-0,1185	532	532,	-0,1654
547	24,691	-0,113	547,8	547,8	-0,1453
563,1	24,599	-0,1315	563,8	563,8	-0,1657
579,3	24,506	-0,1438	579,9	579,9	-0,1759
595,4	24,352	-0,1505	595,8	595,8	-0,1705
611,7	24,259		611,8	611,8	
627,7	24,105		627,9	627,9	

F5			F8		
T (°)	TG (%)	DTG (%/mn)	T (°)	TG (%)	DTG (%/mn)
13,1	99,899		7,5	99,549	
12,9	99,848	-0,0897	7,6	100,155	0,1929
12,7	99,747	-0,0693	7,6	99,938	-0,1336
12,6	99,747	0,0306	8	100,031	0,055
12,3	99,722	0,4002	10,1	100,341	0,4137
13,7	100,354	0,8971	16	100,744	0,4768
21,1	101,366	0,9767	26,7	101,162	0,43
36,2	102,074	0,6292	43,1	101,488	0,3063
57,2	102,403	0,18	63,1	101,674	0,1535
81,5	102,327	-0,1373	86,2	101,736	0,0189
105,8	102,124	-0,2162	109,6	101,705	-0,1036
129	101,973	-0,1649	132,2	101,55	-0,1855
150,6	101,846	-0,1244	154	101,395	-0,1786
170,6	101,77	-0,153	174,3	101,24	-0,2159
189,6	101,619	-0,3345	193,7	101,038	-0,4482
208,4	101,265	-0,976	212,7	100,589	-1,3575
227	100,177	-3,2165	231,2	99,241	-4,4986
230,5	96,358	-7,7911	249,4	93,211	-10,1569
263,6	87,911	-14,5061	267,1	82,812	-16,9519
281,2	71,978	-19,478	284,6	64,445	-19,8576
299,2	53,566	-16,1153	303,2	47,83	-14,4903
317,3	44,158	-8,3426	321,8	39,926	-6,4812
334,9	40,44	-3,253	340,1	37,864	-2,005
352,1	39,251	-1,3093	357,7	37,229	-0,892
369	38,543	-1,1031	374,7	36,547	-1,0916
385,8	37,582	-1,8369	391,5	35,493	-1,9411
402,4	35,635	-3,2276	408	33,586	-3,3195
418,7	32,17	-4,4618	424,3	29,789	-3,8277
435	27,921	-4,4905	440,7	26,813	-3,0288
451,5	24,431	-3,2109	457,1	24,737	-2,0258
467,8	22,559	-1,6399	473,6	23,45	-1,2596
484,1	21,801	-0,6454	490	22,722	-0,834
500,2	21,573	-0,2434	506	22,102	-0,6353
516,2	21,447	-0,116	521,5	21,606	-48,438
532,1	21,396	-0,0645	537,1	21,42	-0,2544
548,1	21,345	-0,0489	552,9	21,203	-0,217
563,9	21,345	-0,0594	568,7	21,017	-0,2589
579,7	21,244	-0,0692	584,3	20,8	-0,2658
595,6	21,194	-0,0672	600,2	20,598	-0,2435
611,7	21,143		616,1	20,428	
627,8	21,093		631,7	20,211	

F11			F14		
T (°)	TG (%)	DTG (%/mn)	T (°)	TG (%)	DTG (%/mn)
7,6	99,946		10,8	99,222	
7,6	99,891	-0,0045	11	99,192	-0,0734
7,7	99,891	-0,0127	11	99,177	0,0828
7,7	99,891	0,1167	11	100,6585	0,1687
7,8	100	0,5916	11	99,431	0,143
10,3	100,869	1,0742	12,9	99,82	0,3669
19,6	101,9	1,0541	21,8	100,224	0,516
37	102,66	0,6553	39,1	100,688	0,3737
59,4	103,013	0,244	61,7	100,853	0,0962
84,3	103,04	-0,0313	86,8	100,808	-0,0896
108,6	102,932	-0,1417	111,3	100,688	-0,163
131,3	102,823	-0,145	133,9	100,539	-0,1495
152,4	102,687	-0,104	154,9	100,434	-0,1178
172,1	102,66	-0,1365	174,3	100,359	-0,165
191,1	102,497	-0,3904	192,8	100,18	-0,38
209,8	102,063	-1,2119	211,2	99,761	-1,0805
228,4	100,787	-3,9972	229,4	98,654	-3,6238
247,1	95,657	-9,3276	247,9	93,896	-8,5204
265,1	85,912	-16,1316	265,6	85,039	-14,9474
282,9	68,132	-19,4871	283,1	68,971	-19,2458
301,1	51,52	-14,4432	301,1	51,182	-15,7391
319	43,702	-6,5595	319,4	41,801	-7,9968
336,6	41,422	-2,1949	337,5	38,6	-2,8252
354	40,662	-1,0469	355	37,762	-1,0926
371,4	39,848	-1,1905	372,2	37,074	-1,2039
389,1	38,708	-2,022	389,1	34,877	-2,2482
407,3	36,726	-3,7174	405,8	33,423	-3,7902
424,3	32,41	-4,7016	422,1	29,533	-4,9861
439,9	28,583	-3,6538	438,4	24,806	-4,7601
454,9	26,276	-2,3299	454,7	21,335	-3,0203
470	24,701	-1,5796	471,1	19,838	-1,3332
485,6	23,67	-1,1598	487,5	19,24	-0,5307
501,5	22,828	-0,9561	503,7	19,016	-0,2303
517,6	22,096	-0,6711	519,9	18,881	-0,12
533,3	21,688	-0,2788	536,1	18,821	-0,0812
548,8	21,607	-0,0875	552,1	18,761	-0,0729
564,6	21,553	-0,1161	568,1	18,686	-0,0799
580,5	21,444	-0,1641	583,9	18,642	-0,0851
596,3	21,308	-0,1871	599,8	18,537	-0,0953
621,2	21,173		616	18,462	
628,1	20,983		632	18,372	

Résultats des tests diélectriques

Formulations	facteur de dissipation	pertes diélectriques	Capacité (pf)	Permittivité	Tension de claquage (KV)	Rigidité diélectrique KV/mm
F1	0,0705	6,24E-13	270590	7,683565709	34,5	16,3507109
F2	0,053	4,69E-13	467440	6,139946297	28,3	11,9915254
F3	0,054	4,78E-13	376740	6,958297305	18,4	8,21428571
F4	0,0489	4,33E-13	374230	6,989870425	16,7	7,55656109
F5	0,0477	4,22E-13	579290	5,559113713	24,1	8,66906475
F6	0,0468	4,14E-13	506650	6,278083412	20,7	8,1496063
F7	0,0482	4,27E-13	391230	6,816109876	15,4	7
F8	0,051	4,51E-13	476510	5,287977191	40,7	14,9084249
F9	0,0462	4,09E-13	451140	6,236554777	16	6,20155039
F10	0,042	3,72E-13	359720	6,282350177	16,8	8,70466321
F11	0,0478	4,23E-13	453800	6,199998506	41,1	15,6870229
F12	0,0475	4,20E-13	428080	6,440530151	16,8	7,63636364
F13	0,0438	3,88E-13	389970	6,780182569	19,8	7,98387097
F14	0,0445	3,94E-13	507300	5,746607998	35,2	14,9152542
F15	0,0464	4,11E-13	424120	6,367454899	22,7	9,95614035
F16	0,0352	3,12E-13	390100	6,372406322	14,5	6,47321429