

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université 8 mai 1945 Guelma

Faculté des sciences et de la technologie

Département de Génie des Procédés

**Mémoire de projet de Fin d'Etudes**

**2<sup>ème</sup> Année Master**

---

**Elaboration et caractérisation d'un Bio – composite  
à base de PEHD et de la Fibre de washingtonia**

---

**Filière : Génie des Procédés**

**Spécialité : Génie des Matériaux**

**Présenté par :**

**BARCHAOUI Rahma- KLAI Yousra**

**Sous la direction de**

**Dr. HSSAINIA ABDELGHANI** Encadreur /Université de Guelma

**Pr. BELAADI AHMED** Co-encadreur /Université de Guelma

**2023/2024**

## Remerciements

Avant tout, nous remercions Allah tout puissant de nous avoir donné la santé, la volonté et le courage de mener à bien ce travail.

Nous exprimons nos profonds remerciements à notre Encadreur Dr. HASSAINIA ABED EL GHANI, pour la confiance qu'il a placé en nous et pour l'aide qu'il nous a apporté, et pour ses conseils judicieux qui ont contribué à alimenter notre réflexion.

On remercie également Dr. BELHOUASSE Abderrahmane de l'Université de Skikda pour son gentillesse, son conseils, son aide durant les essais expérimentaux au laboratoire 04 Université de SKIKDA et leur soutien moral.

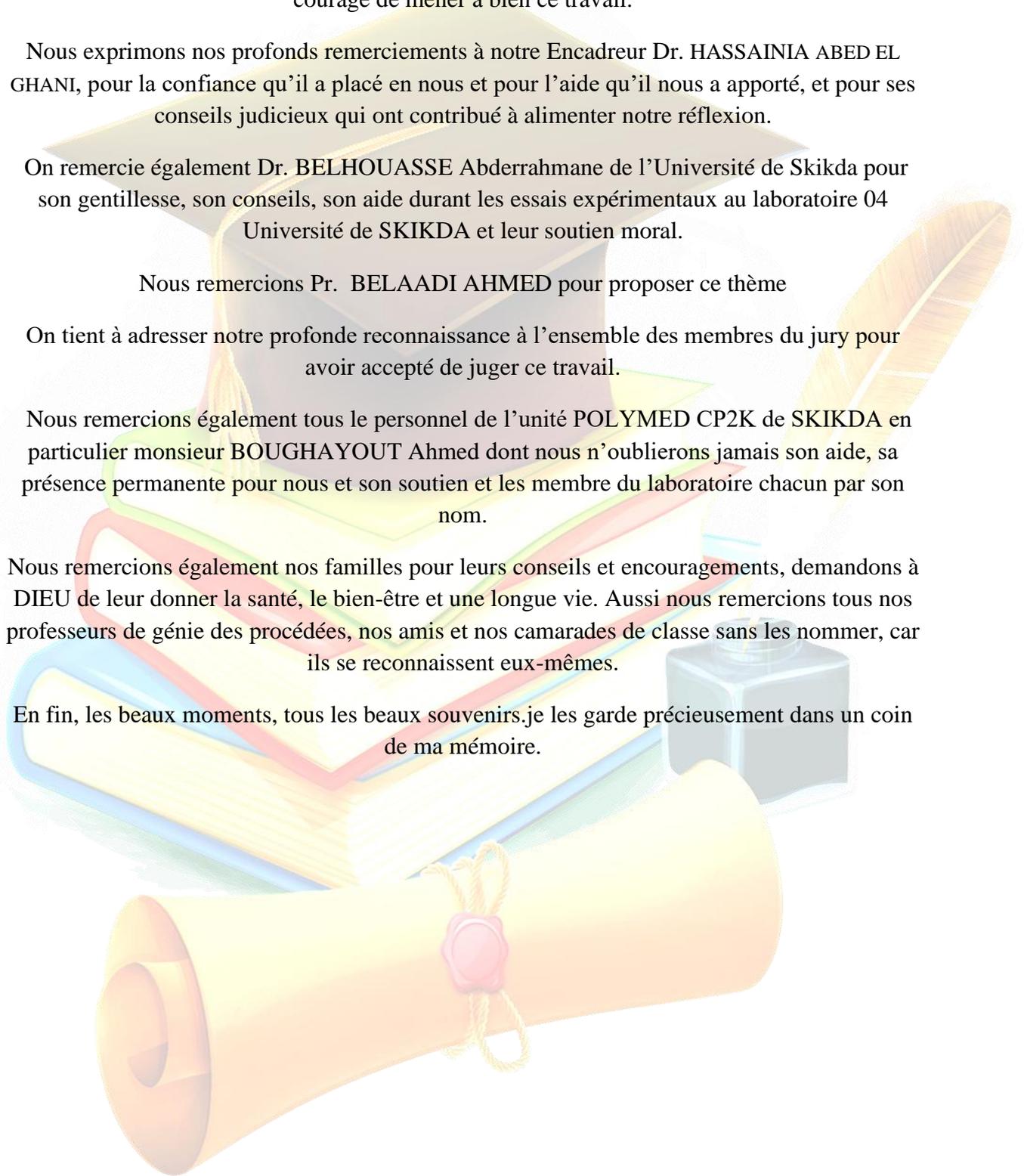
Nous remercions Pr. BELAADI AHMED pour proposer ce thème

On tient à adresser notre profonde reconnaissance à l'ensemble des membres du jury pour avoir accepté de juger ce travail.

Nous remercions également tous le personnel de l'unité POLYMED CP2K de SKIKDA en particulier monsieur BOUGHAYOUT Ahmed dont nous n'oublierons jamais son aide, sa présence permanente pour nous et son soutien et les membre du laboratoire chacun par son nom.

Nous remercions également nos familles pour leurs conseils et encouragements, demandons à DIEU de leur donner la santé, le bien-être et une longue vie. Aussi nous remercions tous nos professeurs de génie des procédés, nos amis et nos camarades de classe sans les nommer, car ils se reconnaissent eux-mêmes.

En fin, les beaux moments, tous les beaux souvenirs. je les garde précieusement dans un coin de ma mémoire.



## Dédicace

En signe d'amour, de gratitude et de respect, je dédie cet humble travail

A mes très chers parents **ESSAID** et **MAHDJOUBE KHADIDJA**, vous qui m'avez donné la vie et m'avez guidé sur le chemin de la réussite, je vous dédie ce travail. Votre amour inconditionnel, votre soutien indéfectible et vos précieux conseils ont été ma plus grande force tout au long de ce parcours. Merci d'avoir cru en moi et de m'avoir toujours encouragé à repousser mes limites. Je vous aime du fond du cœur.

A mes chères sœurs **DJOUHAINA** et **BOUCHRA**,.

Mes frères **FARES BOULEM** et **MARWEN**.

Ma belle-sœur **SAWSEN** et ses enfants **SIEF EL DIN**, **MAYAR** et **MIRAL**.

La mère qui m'a élevé **HALIMA**.

Votre présence à mes côtés a été un véritable réconfort.

A ma chère binôme **KLAY YOUSRA** mon amie sans elle rien n'aurait été pareil.

A ma meilleur amie **HANA**, Ma sœur de cœur, ma confidente, mon pilier. Ton amitié sincère et ton soutien inconditionnel ont été un véritable cadeau du ciel.

Ainsi que tous les enseignants qui ont participé à ma formation.

Je tiens à dédier ce travail à tous ceux qui m'ont aidé à le terminer.

Que Dieu accepte notre travail.

A mes amis sans exception.

**BARCHAOUI RAHMA**

## Dédicace

Je me fais plaisir de dédier affectueusement ce travail :

À mes chers parents **REDA** et **TOUBANE SIHEM**, Vous qui m'avez donné la vie et m'avez guidé sur le chemin de la réussite, je vous dédie ce travail. Votre amour inconditionnel, votre soutien indéfectible et vos précieux conseils ont été ma plus grande force tout au long de ce parcours. Merci d'avoir cru en moi et de m'avoir toujours encouragé à repousser mes limites. Ce mémoire est le fruit de vos efforts et de votre dévouement. Je vous aime du fond du cœur.

À mes sœurs **BOUCHRA** et **IKRAM** et mon frère **ZAKARIA** Mes complices de toujours, mes confidents, mes meilleurs amis. Votre présence à mes côtés a été un véritable réconfort. Merci d'avoir égayé mon quotidien et d'avoir partagé avec moi tant de moments inoubliables. Votre complicité et votre affection ont été un carburant essentiel pour mener à bien ce projet.

Je vous dédie ce travail en espérant que vous en soyez fiers

À la source de mon bonheur à mon fiancé **HOUAMRIA HAMDENE** qui m'a soutenu et m'a aidé dans les moments difficiles, ton soutien inconditionnel ont été un véritable cadeau du ciel, merci beaucoup pour tout.

A ma meilleur amie **GOUASMIA IMENE** Ma sœur de cœur.

A toute ma famille.

A mes amis sans exception.

Et bien sûr je n'oublie pas mon binôme dans ce travail **RAHMA**. À tous qui m'ont aidé de loin ou de près à réaliser ce travail.

**Klai yousra**

## Sommaire

Remerciements

Dédicace

Sommaire

Listes des figures

Listes des tableaux

Listes abréviation

Résumé

Introduction générale.....	1
<b>I.1: Généralités sur le polyéthylène à haute densité PEHD:</b> .....	6
<b>I.1.1 Histoire de polyéthylène:</b> .....	6
<b>I.1.2Le polyéthylène:</b> .....	6
<b>I.1.3 Polyéthylène à haute densité (PEHD):</b> .....	9
<b>I.1.4 Méthode de synthèse du polyéthylène à haute densité :</b> .....	10
<b>I.1.5 Caractéristiques du PEHD :</b> .....	10
<b>I.1.6 Structure chimique de PEHD :</b> .....	11
<b>I.1.7 Propriétés de polyéthylène à haute densité :</b> .....	12
<b>I.1.8 Les avantages et les inconvénients du polyéthylène à haute densité:</b> .....	13
<b>I.1.9 Les applications du Polyéthylène à haute Densité :</b> .....	13
<b>I.2Les fibres végétales :</b> .....	14
<b>I.2.1 Généralités sur les fibres végétales :</b> .....	14
<b>I.2.1.1 la fibre végétale :</b> .....	14
<b>I.2.2 Morphologie de la fibre végétale :</b> .....	14
<b>I.2.3 Classification des fibres végétales :</b> .....	15
<b>I.2.4 Caractéristiques physico-mécanique des fibres végétales :</b> .....	21
<b>I.2.5 La plante Washingtonia Filifera :</b> .....	21
<b>I.2.6 Les composants chimiques de Washingtonia Filifera :</b> .....	23
<b>I.2.7 Les propriétés de washingtonia :</b> .....	24
<b>I.2.8 Les avantages et les inconvénients de washingtonia :</b> .....	24
<b>I.2.9 Les applications de washingtonia :</b> .....	25
<b>I.3: Généralités sur les matériaux composites:</b> .....	27
<b>I.3.1. Historique :</b> .....	27

# Sommaire

---

I.3.2. Définition d'un matériau composite :	27
I.3.3. Les constituants des matériaux composites :	28
I.3.4 Classification des matériaux composites :	33
I.3.5 Structure des matériaux composites :	34
I.3.6 Les paramètres influencent sur les matériaux composites :	34
I.3.7 Les domaines d'applications des matériaux composites :	36
I.3.8 Avantages et inconvénients des matériaux composites :	36
I.1 Introduction :	45
II.2 Historique :	45
II.3 Présentation de l'unité CP2K :	45
II.3.1 Implantation de CP2K :	45
II.3.2 Description de l'usine :	46
II.3.3 Découpage du complexe :	46
II.3.4 Installations principales de l'usine :	48
II.3.5 Organigramme de POLYMED(CP2K) :	49
II.4 Fonctionnement du Procédé PHILIPS :	50
II.4.1. Les matières premières utilisées :	50
II.4.2 Les conditions opératoires de la réaction de polymérisation :	50
II.4.3 Les étapes du procédé PHILIPS :	51
II.5 Les grades du PEHD (caractéristiques et applications) :	52
II.6 Production du CP2K :	52
III.1 Introduction:	56
III.2 Matériaux et Méthodes utilisés:	57
III.2.1 La Matrice:	57
III.2.2 Charge utilisée:	58
III.2.3 Matériau Bio-composite:	59
III.3 Malaxage:	61
III.3.1 Définition d'un malaxeur:	61
III.3.2 Mode opératoire:	61
III.4 Découpage, broyage et séchage:	63
III.4.1 Découpage:	63
III.4.2 Le broyage:	64
III.4.3 Séchage:	65
III.5 La thermo- compression :	65
III.6 Techniques de caractérisations des matériaux élaborés:	67

# Sommaire

---

III.6.1 Analyses physiques: .....	67
III.6.2Analyse mécanique: .....	70
III.6.3 Analyse thermique:.....	77
III.6.4 Analyse morphologique :.....	79
IV.1. Caractérisations physiques : .....	83
IV.1.1. Teste de la densité :.....	83
IV.1.2 Test d'absorption d'eau : .....	84
IV.2 Caractérisations mécaniques : .....	86
IV.2.1. L'essai de traction :.....	86
IV.2.2 Résistance au choc IZOD : .....	91
IV.2.3 La dureté shore D : .....	92
IV.3. Propriétés Rhéologiques .....	93
IV.3.1. L'indice de fluidité :.....	93
III.4 Analyse morphologique : .....	95
IV.4.1. Analyse de la morphologie par microscopie optique :.....	95
Conclusion.....	101

## Listes des figures

### Chapitre 01 :

**Figure I.1:** Schéma semi-développé illustrant la structure macromoléculaire de polyéthylène

**Figure I.2:** Schéma représentatif du motif du polyéthylène

**Figure I.3 :** Polymérisation du polyéthylène

**Figure I.4:** Echelle de variation de la cristallinité et de la densité du PE

**Figure I.5:** Représente le PEHD granulés

**Figure I.6:** Représente le PEHD poudres

**Figure I.7:** Représente la structure chimique du PEHD

**Figure I.8:** Représente la machine d'extrusion

**Figure I.9:** Représente la machine d'injection

**Figure I.10:** Représente le principe du soufflage

**Figure I.11:** Représente la machine de la thermocompression

**Figure I.12:** Représente la machine de soudage

**Figure I.13 :** Structures schématique d'une fibre végétale

**Figure I.14:** Classification des fibres végétales selon l'origine

**Figure I.15:** Structure chimique de la cellulose

**Figure I.16:** Représentation schématique de la hiérarchie de structure dans une fibre cellulosique

**Figure I.17:** Structure chimique de l'hémicellulose

**Figure I. 18:** Motifs élémentaires de lignine

**Figure I.19:** Structure de la lignine

**Figure I.20:** Structure d'une chaîne d'acide polygalacturonique et formation d'un coude par la présence de rhamnose

**Figure I.21:** Washingtonia Filifera

**Figure I. 22:** Schéma simplifié d'un matériau composite

**Figure I.23:** Composants des matériaux composites

**Figure I.24:** Constituants de base d'un matériau composite

**Figure I.25:** Représente les différentes familles de matrice

**Figure I.26:** Types des résines thermoplastiques

**Figure I.27:** Les différents types de renfort de base

## Liste des figures

---

### Chapitre 02 :

**Figure II.1:** Position géographique du complexe CP2K

**Figure II.2:** Photo représente les principales installations de l'unité CP2K

**Figure II.3:** Macro structure du complexe CP2K

**Figure II.4:** Schéma Représente les étapes du procédés Philips

**Figure II.5:** Représente-le procédés Philips

### Chapitre 03 :

**Figure III.1:** Les différentes étapes d'élaboration et caractérisations de matériaux Bio composite PEHD/WF

**Figure III.2 :** Polyéthylène haute densité (5502) sous forme de poudre

**Figure III.3:** Washingtonia

**Figure III.4:** Présente Les étapes de préparation des fibres de washingtonia

**Figure III.5:** Les quatre mélanges (PEHD +fibres de washingtonia)

**Figure III.6:** Les Opérations de malaxage par un mélangeur à deux cylindres

**Figure III.7:** Le découpage des plaques avec une découpeuse manuelle

**Figure III.8:** Les rectangles de Biocomposite

**Figure III. 9:** Le découpage des rectangles

**Figure III.10:** Le robot utilisé pour le broyage

**Figure III.11:** Les quatre mélanges après broyage

**Figure III.12:** L'étuve

**Figure III.13:** La presse hydraulique.

**Figure III.14 :** Quelques étapes de l'utilisation de la presse

**Figure III.15:** Les échantillons après la thermo- compression

**Figure III.16 :** Dispositif utilisé pour déterminer la densité.

**Figure III.17:** Les échantillons avant l'émersion dans l'eau.

**Figure III.18:** Les échantillons dans une étuve à 80 °c

**Figure III. 19:** Les échantillons immergés dans l'eau distillée

**Figure III.20:** Courbes typiques d'essais de traction pour différents matériaux

**Figure III.21 :** Machine de traction type Test Kallibrierlabor modèle 918239 et leur logiciel

**Figure III.22:** Représente les mâchoires utilisées au cours de l'essai de traction

**Figure III.23:** Les éprouvettes avant et après le test de traction

**Figure III.24:** Appareillage pour le calcul de la résilience selon l'essai IZOD

## Liste des figures

---

**Figure III.25:** Eprouvette avant et après le test

**Figure III.26:** Eprouvettes d'essai avant et après IZOD

**Figure III.27:** Entailleuse de marque CEAST type 6951

**Figure III.28:** Appareillage de mesure de la dureté Shore D

**Figure III. 29:** Appareillage de mesure du Melt Flow Index.

**Figure III. 30:** L'appareillage de microscope optique

**Figure III.31:** Quelques étapes pour l'utilisation de microscope optique

### **Chapitre 04 :**

**Figure IV.1:** Evolution de la densité de PEHD neutre, PEHD/Washingtonia

**Figure IV. 2:** Evolution du taux d'absorption d'eau de différentes formulations PEHD ; PEHD/FW (10% ,15%,20%,30%) en fonction du temps

**Figure IV.3 :** Variation de la contrainte en fonction de déformation du PEHD et de Biocomposite PEHD/WF à différents pourcentages.

**Figure IV.4 :** L'histogramme de la contrainte à la rupture pour PEHD vierge et Biocomposite PEHD/WF à différents pourcentages.

**Figure IV.5 :** L'histogramme de la déformation à la rupture pour le PEHD et bio-composites à PEHD/WF à différents pourcentages.

**Figure IV.6 :** L'histogramme de Module d'élasticité pour (MPa) du PEHD vierge et de Biocomposite PEHD/WF avec les différents pourcentages.

**Figure IV.7:** La Variation de la résilience de différents pourcentages PEHD/FW et PEHD Vierge

**Figure IV.8:** La variation de la dureté de différents composites élaborés PEHD vierge, PEHD/WF à différent pourcentage

**Figure IV.9:** La variation du Melt Flow Index (MFI) en fonction du taux de fibre de Washingtonia filifera (WF) pour PEHD neutre et PEHD/WF

**Figure IV.10:** Micrographie en microscopie optique de la surface PEHD Vierge

**Figure IV.11:** Micrographies en microscopie optique des surfaces des différents pourcentages des composites PEHD/WF(10%,15%,20%,30%)

# Liste des tableaux

---

## Listes des tableaux



### Chapitre I :

**Tableau I.1:** Principales propriétés des différents types de PE

**Tableau I.2 :** Les propriétés physiques, mécaniques, thermiques et chimiques du PEHD

**Tableau I.3:** Les principaux avantages et inconvénients

**Tableau I.4:** Composition chimique des fibres végétale.

**Tableau I.5:** Représente la classification des matériaux composites. Quelques-unes des classifications les plus courantes



### Chapitre II :

**Tableau II.1:** Les différents grades du PEHD au niveau de CP2K et ses utilisations

**Tableau II.2:** Production du CP2K 2016-2019.



### Chapitre III :

**Tableau III .1:** Les caractéristiques de polyéthylène haute densité (5502).

**Tableau III. 2:** Les différentes formulations du Bio composite (PEHD/WF).



### Chapitre IV :

**Tableau IV.1:** Résultats du la densité pour le mélange PEHD-WF.

**Tableau IV. 2 :** L'évolution du taux d'absorption d'eau des composites PEHD/WF

**Tableau IV. 3 :** Résultats du la Résistance au choc izod pour le mélange PEHD-WF.

**Tableau IV.4:** Résultats du la dureté shore pour le mélange PEHD-WF.

**Tableau IV.5:** Résultats du MFI pour le mélange PEHD-WF.

## Liste des abréviations

---

### Liste des abréviations :

- PE :** Polyéthylène.
- C<sub>2</sub>H<sub>4</sub> :** La formule brute du polyéthylène.
- PE-BD :** Polyéthylène à basse densité.
- PE-BDL :** Polyéthylène à basse densité linéaire.
- PE-HD :** Polyéthylène haute densité.
- PE-UHPM :** Polyéthylène à masse molaire élevée.
- PE-R :** Polyéthylène réticulé.
- PE-RHD :** Polyéthylène réticulé à haute densité.
- PE-MD :** Polyéthylène à moyenne densité.
- PE-TBD :** Polyéthylène à très basse densité.
- WF :** Washingtonia Filifera.
- GD :** Composites de grande diffusion.
- HP :** Composites à hautes performances.
- CMO :** Les composites à matrice organique.
- PVC :** Le polychlorure de vinyle.
- PP :** Le polypropylène.
- PS :** Le polystyrène.
- PC :** Le polycarbonate.
- CMM :** Les composites à matrice métallique.
- CMC :** Les composites à matrices céramiques.
- CP2K :** Complexe Pétrochimique 2 de SKIKDA.
- CPIK :** Complexe Pétrochimique 1 de SKIKDA.
- FIR :** Force d'intervention et de réserve.
- MI:** Melt Index.
- ADM:** Administration.
- IF:** Indices de fluidité.
- ASTM:** American Society for Testing and Materials.
- ISO :** Organisation Internationale de Normalisation.
- O-H:** Groupe hydroxyle.
- M0 :** Mélange de PEHD vierge.
- M1 :** Mélange PEHD 90% et WF 10%.
- M2 :** Mélange PEHD 85% et WF 15%.

## Liste des abréviations

---

**M3 :** Mélange PEHD 80% et WF 20%.

**M4 :** Mélange PEHD 70% et WF 30%.

**T<sub>f</sub>(C°) :** Température de fusion.

**T<sub>g</sub> (°C) :** température de transition vitreuse.

**(TH) :** Taux d'humidité.

**W\mk :** Watt par mètre-kelvin

**J :** Joule.

**H :** Henry.

**g :** Gramme.

**°C :** Degré Celsius.

**m :** Mètre.

**min :** Minute.

**h :** Heure.

**G/10MIN:**Gramme/10minutes.

**MPA** Méga pascalle.

**tr\min**Tour par minute.

**E :** Module d'élasticité en Traction.

**R:** Resilience

## Résumé

---

### **Résumé :**

La production des matériaux Bio-composites connaît une croissance rapide à l'échelle mondiale, une attention considérable des chercheurs est portée sur l'utilisation des fibres naturelles comme renfort pour obtenir des matériaux résistants, légers, non abrasifs, structurés et à faible coût.

Notre travail est axé sur l'élaboration et la caractérisation de matériaux Bio-composites. Dans ce contexte, l'incorporation de polyéthylène à haute densité avec de la fibre de Washingtonia Filifera à différents pourcentages (10 %, 15 %, 20 % et 30 %) est malaxée dans un malaxeur à deux cylindres après on a préparé les éprouvettes normalisées dans la thermocompression à 190°C.

Les biocomposites obtenus ont été caractérisés par diverses techniques : physique, mécanique, rhéologique et morphologique.

Les résultats de tous les tests ont été effectués au sein du laboratoire du complexe CP2K, l'université de Skikda et l'université Guelma.

**Les mots clés :** matériaux Bio-composite, polyéthylène à haute densité, Washingtonia Filifera, incorporation.

## Abstract

---

The production of bio-composite materials is experiencing rapid growth globally, with significant attention from researchers focused on using natural fibers as reinforcement to obtain materials that are resistant, lightweight, non-abrasive, structured, and low-cost.

Our work is centered on the development and characterization of bio-composite materials. In this context, the incorporation of high-density polyethylene with different percentages (10%, 15%, 20%, and 30%) of *Washingtonia Filifera* fibers is mixed in a two-cylinder mixer after which the specimens are prepared in a thermocompression process at 190°C.

The bio-composites obtained were characterized using various techniques: physical, mechanical, rheological, and morphological.

The results of all tests were performed within the laboratory of the CP2K complex, University of Skikda, and University of Guelma.

**Key words:** bio-composite materials, high-density polyethylene, *Washingtonia Filifera*, incorporation.

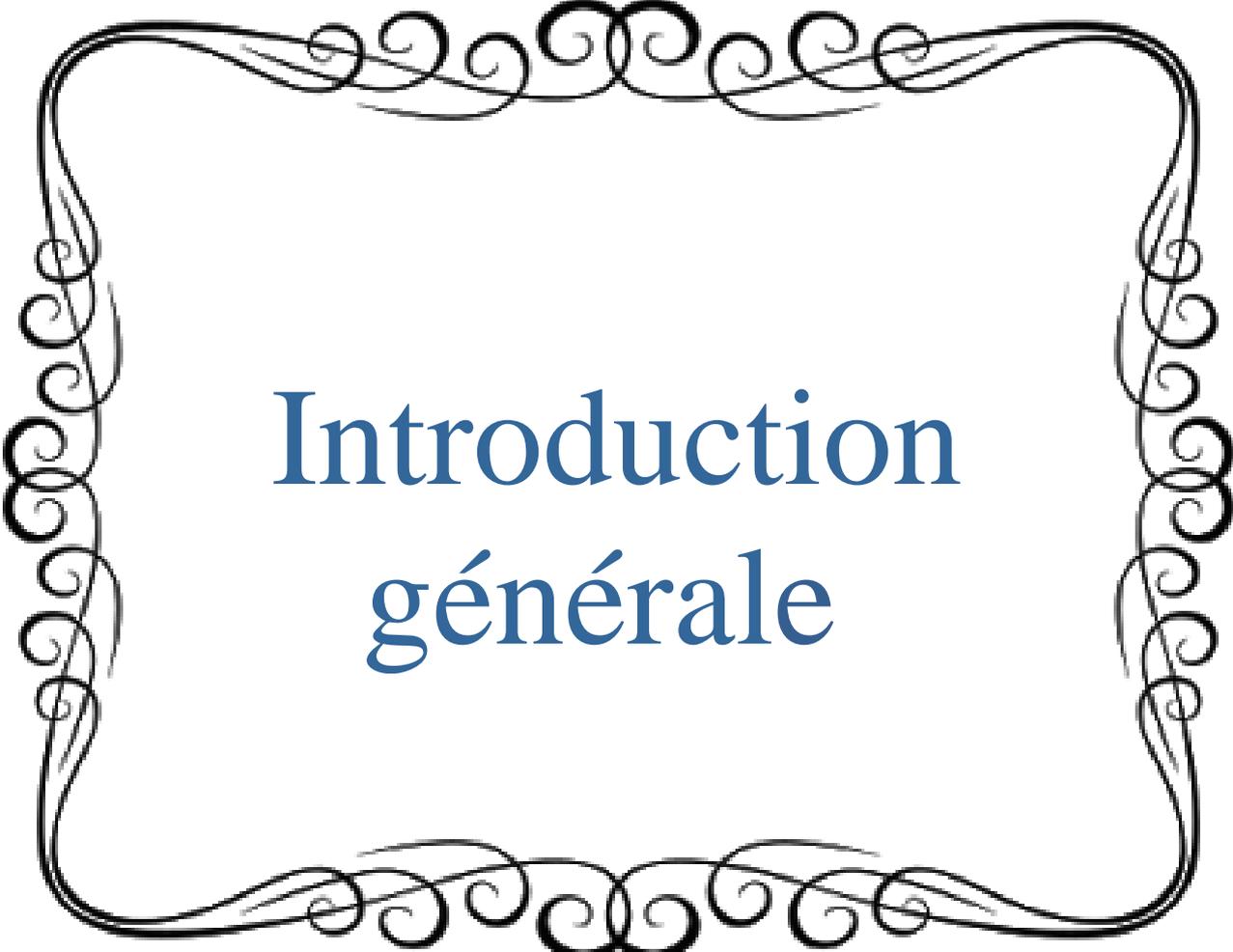
إنتاج المواد الحيوية المركبة يشهد نموًا سريعًا على المستوى العالمي، ويتمحور اهتمام الباحثين بشكل كبير حول استخدام الألياف الطبيعية كتعزيز للحصول على مواد مقاومة، خفيفة الوزن، غير كاشطة، هيكلية ومنخفضة التكلفة.

يتركز عملنا على تطوير وتوصيف مواد حيوية مركبة. في هذا السياق، تم إدماج البولي إيثيلين عالي الكثافة مع ألياف الواشنجتونيا فيليفرا بنسب مختلفة (10%، 15%، 20% و30%). تم خلطها في خلاط ذي أسطوانتين، ثم تم إعداد عينات معيارية باستخدام عملية الضغط الحراري عند درجة حرارة 190 درجة مئوية.

تم توصيف المواد الحيوية المركبة الناتجة باستخدام تقنيات مختلفة: فيزيائية، ميكانيكية، ريولوجية ومورفولوجية.

تم إجراء جميع الاختبارات في مختبر مجمع CP2K، جامعة سكيكدة وجامعة قالمة.

الكلمات المفتاحية: المواد الحيوية المركبة، البولي إيثيلين عالي الكثافة، الواشنجتونيا فيليفرا، الإدماج.

A decorative border consisting of black scrollwork and flourishes, forming a rectangular frame around the text.

# Introduction générale

# Introduction générale

---

Depuis l'Antiquité, l'homme a élaboré des matériaux plus performants par combinaison de deux ou trois matières de natures différentes dans le but d'obtenir de nouveaux matériaux aux propriétés spécifiques attrayantes. Les produits élaborés de cette manière sont appelés « composites », ils représentent actuellement un domaine privilégié de la recherche scientifique.

Les travaux de recherches antérieures sur ces matériaux se sont concentrés sur le développement des composites à renforts, synthétiques [1], organiques [2] ou minéraux [3]. Récemment les recherches se sont orientées vers l'élaboration des matériaux à renforts naturels [4].

Les composites à fibres végétales sont très demandés actuellement dans plusieurs domaines, notamment l'industrie de l'automobile les loisirs et l'habitat. En raison de leur biodégradabilité et leur faible coût ces fibres constituent une meilleure alternative à la fibre de verre [5]. De plus, ils contribuent à réduire les émissions de gaz à effet de serre car leur inflammabilité est plus neutre en termes de gaz nocifs.

L'utilisation de matériaux composites, préférentiellement aux matériaux traditionnels (polymères, céramiques, métaux, et alliages métalliques) se justifie par des meilleures propriétés spécifiques [6].

L'incorporation de matériaux cellulosiques (fibre de washingtonia) dans la matrice thermoplastique polyéthylène haute densité affecte un grand nombre de propriétés. Cependant, il s'est avéré que la qualité de l'adhésion seule, ne prédomine pas les propriétés des composites mais d'autres facteurs rentrent également en jeu. Ces derniers sont aussi bien affectés par la fraction, la nature ou la taille de la charge incorporée [7].

L'objectif de ce travail est d'élaborer et de caractériser un nouveau matériau Bio-composite à base de polyéthylène à haute densité (PEHD) renforcé par une fibre végétale de washingtonia Filifera. Tout en évaluant les propriétés et les performances résultantes. Pour ce faire, différentes méthodes de préparation et de caractérisations ont été utilisées, notamment l'analyse physique, mécanique, rhéologique et morphologique du matériau composite obtenu.

Ce mémoire est constitué de quatre chapitres suivants :

Le premier est une étude bibliographique destinée à décrire les matériaux composites et leurs constituants (matrice, renforts...), des informations sur le PEHD et la fibre de washingtonia filifera.

## Introduction générale

---

- Le deuxième chapitre décrira le lieu du stage (unité de CP2K)
- Le Troisième chapitre présentera les matériaux utilisés, les processus de mise en œuvre pour l'élaboration des composites à base de polyéthylène /washingtonia. En plus des différentes techniques utilisées pour la caractérisation de ces matériaux.
- Le dernier chapitre sera consacré résultats et discussions.

## Introduction générale

---

### Références bibliographiques :

- [1] C. Saujanya, S. Radhakrishnan, Structure development and properties of PETbrelle PP composites", India Polymer, vol. 42, 2001, pp. 4537-4548.
- [2] M. A. L. Manchado, M. Arroyo, Thermal and dynamic mechanical properties of polypropylene and short organic fiber composites", Polymer vol.41, 2000, 7761-7767.
- [3] M. Guessoum, S. Nekkaa, F. Rimlinger, N. Haddaoui, Effects of Kaolin Surface Treatments on the Thermomechanical Properties and on the Degradation of Polypropylene, International Journal of Polymer Science, no 549154, 2012, 9 p.
- [4] D. G. Dikobe, A. S. Luyt, Comparative study of the morphology and properties of PP/LLDPE/wood powder and MAPP/LLDPE/wood powder polymer blend composites, EXPRESS Polymer Letters, Vol.4, no11, 2010, pp. 729-741.
- [5] Hyun Kim, Jagannath Biswas, Soonja Choe, Effects of stearic acid coating on zeolite in LDPE, LLDPE, and HDPE composites, South Korea Polymer, vol. 47, 2006, pp. 3981-3992.
- [6] I. Slama, «Caractéristiques physico-mécaniques des composites bois-plastiques provenant de la valorisation des résidus des panneaux MDF- étude des possibilités de recyclage», Thèse doctorat, Université Québec (2009).
- [7] D. N. Saheb, J. P. Jog, « Natural fiber polymer composites: a review », Adv. Polym. Tech, 18, 351–363 (1999).

A decorative border composed of black scrollwork and flourishes, framing the central text. The border is rectangular with rounded corners and features intricate, symmetrical patterns of loops and swirls.

# Chapitre I : Etat de l'art

# Chapitre I : Etat de l'art

---

## I.1: Généralités sur le polyéthylène à haute densité PEHD:

### I.1.1 Histoire de polyéthylène:

L'histoire et le développement du polyéthylène (PE) sont assez récents. A partir des expériences développées au début des années 30 par la "IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES" (Angleterre), a été obtenue une substance blanche et pâle résultant de l'essai de faire réagir de l'éthylène à haute pression. Cette substance fut identifiée comme de l'éthylène polymérisé. Ce polyéthylène est couramment appelé polyéthylène à basse densité et il est produit à haute pression (1000 à 3000 kg/cm<sup>2</sup>). La commercialisation de la production du polyéthylène commença en Angleterre en 1938. Les essais réalisés sur le polyéthylène révélèrent d'excellentes propriétés diélectriques et de haute résistance. Concrètement, sa résistance à l'eau en fait un parfait isolant pour les câbles sous-marins. Pendant la deuxième guerre mondiale, la majeure partie du polyéthylène fut utilisée pour isoler les câbles dans les installations radar. La conséquence en fut une faible demande du marché extérieur. L'essor des produits emballés dans des bouteilles a fait du polyéthylène un ingrédient habituel de la vie courante. Le polyéthylène à basse densité, est utilisé sous forme de films et plaques, revêtements de papier, revêtements pour câbles et produits moulés par injection. La majeure partie est utilisée sous forme de films, ce qui représente 30 % des ventes. Pendant les années 50, de nouvelles techniques ont été développées pour la production de polyéthylène avec différents catalyseurs et conditions d'opération, particulièrement à basse pression au lieu de haute pression. Les systèmes développés furent :

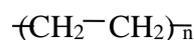
- a) Le procédé de PHILLIPS qui utilise un catalyseur d'oxyde de chrome sur alumine de silice.
- b) Le procédé ZIEGLER qui emploie un catalyseur de métal alkyl aluminium [1].

### I.1.2 Le polyéthylène:

Le polyéthylène présente une importance majeure puisque sa production mondiale annuelle dépasse 10 millions de tonnes.

Le polyéthylène est un matériau thermoplastique de la famille de polyoléfines, sa molécule se présente sous forme de chaînes contenant 1000 à 2000 monomères [2].

La formule chimique du polyéthylène est :



Le polyéthylène contient deux phases :

- Une zone amorphe dans laquelle les chaînes sont disposées de manière désordonnée.
- Une zone cristalline dans laquelle les chaînes sont disposées de manière ordonnée [3].

#### I.1.2.1 Structure de polyéthylène:

# Chapitre I : Etat de l'art

Le polyéthylène (PE en abrégé) est une résine thermoplastique obtenue par polymérisation d'éthylène. Il comprend également des copolymères d'éthylène avec une petite quantité d' $\alpha$ -oléfine ( $C_2H_4$ ) menant à des macromolécules composées par la répétition du motif  $-(CH_2)_2-$ .

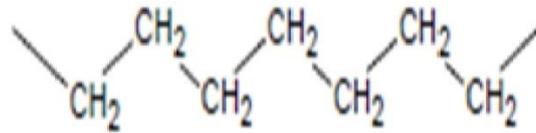


Figure I.1: Schéma semi-développé illustrant la structure macromoléculaire de polyéthylène [4].

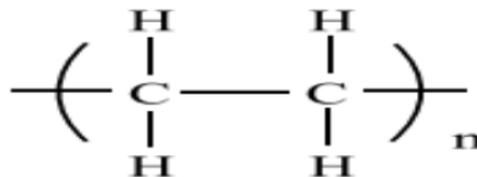
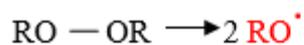


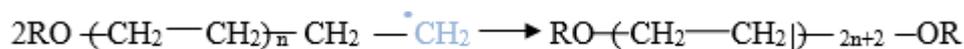
Figure I.2: Schéma représentatif du motif du polyéthylène [4].

## I.1.2.2 Polymérisation de polyéthylène:

✓ Etape d'amorçage:



✓ Etape de propagation:



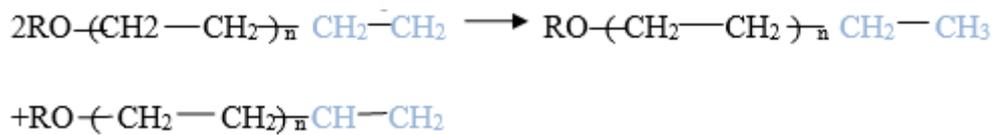
✓ Etape de termination:

▪ Recombination:



▪ Dismutation:

## Chapitre I : Etat de l'art



**Figure I.3 :** Polymérisation du polyéthylène [5].

### I.1.2.3 Les types de polyéthylènes :

Les polyéthylènes sont classés en fonction de leur densité qui dépend du nombre et de la longueur des ramifications présentes sur les chaînes moléculaires.

- PE-BD : polyéthylène basse densité.
- PE-BDL : polyéthylène à basse densité linéaire.
- PE-HD : polyéthylène à haute densité.
- PE-UHPM : polyéthylène à masse molaire élevée.
- PE-R : polyéthylène réticulé.
- PE-RHD : polyéthylène réticulé à haute densité.
- PE-MD : polyéthylène à moyenne densité.
- PE-TBD : polyéthylène à très basse densité [6].

**Tableau I.1:** Principales propriétés des différents types de PE [7].

Propriétés	PEBD	PEMD	PEHD
Masse volumique (g.cm <sup>3</sup> )	0,915 à 0,935	0,93 à 0,945	0,945 à 0,970
Cristallinité (%)	< 40	40 à 60	60 à 80
Température de Fusion (°C)	105-115	-	118 à 146
Température de transition Vitreuse (°C)	-133-103	-	-120
Contrainte à la Rupture (MPa)	8 à 15	18 à 28	26 à 40
Allongement à Rupture (%)	150-100	200 à 1200	20 à 1000



**Figure I.4:** Echelle de variation de la cristallinité et de la densité du PE [8].

### I.1.2.4 Caractéristiques générales du polyéthylène :

La température de fusion des zones cristallines les mieux formées se situe à 135 °C. Les séquences non cristallisées subissent le phénomène de transition vitreuse à ~ -110 °C. Cette transition (dite « $\gamma$ »») correspond au mouvement de courtes séquences (3 à 4 groupe méthylène) et est observée dans tous les types de PE. On admet que le PE présente une seconde transition à ~ -20 °C (transition « $\beta$ »») qui est liée au mouvement de segments plus longs et qui n'est pratiquement pas décelable dans les polymères des cristallinités élevée.

Le taux de cristallinité du polyéthylène est étroitement dépendant de leur structure ; il peut varier de 30 % à 70 % selon que la proportion des ramifications (ou celle du Co monomère) est élevée ou faible.

En raison de sa structure paraffinique le PE présente un caractère hydrophobe marqué et une inertie chimique. Sa résistance à la dégradation thermo-oxydante est en étroite relation avec son taux de ramification car les hydrogènes tertiaires sont plus sensibles que les secondaires à l'attaque de l'oxygène moléculaire [9].

### I.1.3 Polyéthylène à haute densité (PEHD):

#### I.1.3.1 Définition :

Le Polyéthylène à haute densité est un polymère thermoplastique de grande diffusion il se présente généralement sous forme de granulés cylindriques. A l'état pur ces granulés sont incolores. Sa structure chimique est :  $-(CH_2 - CH_2)_n-$ .

Il appartient à la famille des polyoléfines, ces derniers sont uniquement composés de carbone et d'hydrogène ; leur formule chimique est du type  $(CH_2)_n$ . La valeur de la masse volumique peut définir le type de polyéthylène :

- PEHD (HDPE en anglais) :  $0,94 \text{ g/cm}^3 < \rho < 0,97 \text{ g/cm}^3$  [10].



**Figure I.5:** Représente le PEHD granulés. **Figure I.6:** Représente le PEHD poudres.

### **I.1.4 Méthode de synthèse du polyéthylène à haute densité :**

Le PEHD est produit par polymérisation du monomère d'éthylène à haute pression et à haute température en présence d'un catalyseur. Voici les principales étapes de la synthèse du PEHD:

**I. Préparation des matières premières :** L'éthylène est produit à partir de matières premières telles que le pétrole brut ou le gaz naturel. Il est ensuite purifié pour éliminer les impuretés.

**II. Polymérisation :** L'éthylène est introduit dans un réacteur à haute pression avec un catalyseur, généralement du zirconium, du titane ou du nickel, qui permet de déclencher la réaction de polymérisation. La réaction a lieu à une température d'environ 200 à 300°C et à une pression d'environ 1000 à 3000 bars. Le catalyseur active les liaisons entre les molécules d'éthylène, ce qui conduit à la formation de longues chaînes de polymères.

**III. Extrusion et moulage :** Le polymère fondu est extrudé à travers une filière, qui lui donne sa forme finale, telle que des granules ou des tubes. Le produit peut ensuite être moulé à l'aide de techniques telles que le moulage par injection, le moulage par soufflage, ou le moulage par compression.

**IV. Traitement :** Le PEHD peut subir divers traitements, tels que le traitement thermique, le traitement chimique, le traitement de surface, ou le traitement de renforcement, pour améliorer ses propriétés mécaniques et physiques [4].

### **I.1.5 Caractéristiques du PEHD :**

- Le polyéthylène PEHD est un matériau blanc ou coloré, conforme aux normes sanitaires FDA (naturel) et avec une bonne résistance aux produits chimiques.
- Il se caractérise par sa rigidité, sa soudabilité et ses propriétés thermoformables.
- Cette formulation de polyéthylène est reconnue pour sa stabilité [11].

## Chapitre I : Etat de l'art

---

### I.1.6 Structure chimique de PEHD :

Le PEHD est un polymère linéaire constitué de monomères d'éthylène. Sa structure chimique (Figure I.7) se compose de longues chaînes moléculaires linéaires, où les atomes de carbone sont reliés par des liaisons simples. Les atomes de carbone sont également liés à des atomes d'hydrogène, d'où le nom de polyéthylène. La formule brute du polyéthylène est  $(C_2H_4)_n$ , où "n" représente le nombre de monomères d'éthylène qui sont polymérisés ensemble pour former la chaîne moléculaire. Les molécules de PEHD peuvent contenir plusieurs milliers d'unités de répétition. Ce dernier a une structure régulière et cristalline, ce qui lui confère une bonne résistance à la traction et à la rupture. Les chaînes moléculaires sont maintenues ensemble par des forces de Van der Waals, qui sont plus faibles que les liaisons covalentes, ce qui le rend souple et malléable. Sa densité plus élevée par rapport au polyéthylène de basse densité (PEBD) est due à une structure plus compacte avec une plus grande quantité de matière dans un volume donné [4].



**Figure I.7 :** Représente la structure chimique du PEHD [4].

## Chapitre I : Etat de l'art

---

### I.1.7 Propriétés de polyéthylène à haute densité :

**Tableau I.2** : Les propriétés physiques, mécaniques, thermiques et chimiques du PEHD [12].

Propriétés	
Propriétés Physiques	-Masse volumique modérée. -Brillance. - Etirabilité à l'état fondu.
Propriétés Mécaniques	- Rigidité. -Dureté. -Résistance en traction à la limite élastique. -Résistance au choc.
Propriétés Thermiques	-Température de fusion combien - Point de ramollissement Vicat élevée
Propriétés Chimiques	- Résistance aux produits chimiques. -Perméabilité aux gaz. - Résistance à la fissuration sous contrainte.

# Chapitre I : Etat de l'art

## I.1.8 Les avantages et les inconvénients du polyéthylène à haute densité:

Tableau I.3: Les principaux avantages et inconvénients [13,14].

Les avantages	Les inconvénients
<ul style="list-style-type: none"><li>- Mise en œuvre aisée.</li><li>- Excellentes propriétés d'isolation électrique</li><li>- Résistance aux chocs</li><li>- Grande inertie chimique.</li><li>- Qualité alimentaire.</li><li>- Perte du caractère perméable des PE que ce soit à l'eau, et aussi à l'air et aux hydrocarbures.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>- Sensibilité aux UV en présence d'oxygène.</li><li>- Sensibilité à la fissure sous Contrainte.</li><li>- Mauvaise tenue à la chaleur.</li><li>- Collage important.</li></ul>

## I.1.9 Les applications du Polyéthylène à haute Densité :

➤ **Films** : La sacherie

L'industrie : les emballages, films pour la construction

L'hygiène : couches-bébés

L'agriculture : serres, tunnels...

➤ **Objets moulés** : Dans le domaine des objets moulés, le polyéthylène haute densité s'est développé dans le secteur industriel : manutention, eaux, bouchonnage, et dans les applications techniques telles que le mobilier urbain.

➤ **Extrusion-soufflage** : Le domaine de l'extrusion-soufflage est réservé Principalement au polyéthylène haute densité pour fabriquer des : bouteilles, flacons, bidon de lait, récipients pour lessive, détergents...

➤ **Tuyaux** : Dans l'application des tuyaux, le polyéthylène haut densité est employé pour la réalisation de tuyauteries de gaz, et pour les tuyaux sous pression, eau chaude, chauffage par le sol [15].

# Chapitre I : Etat de l'art

## I.2 Les fibres végétales :

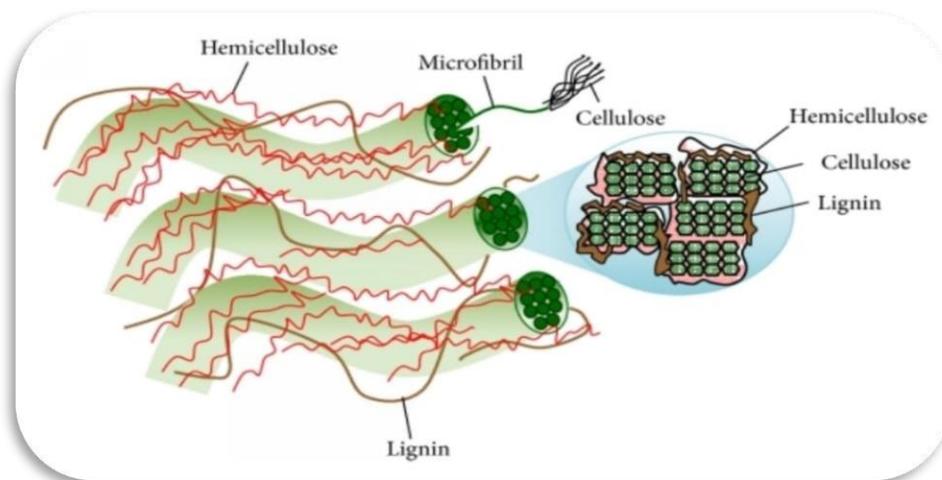
### I.2.1 Généralités sur les fibres végétales :

Une fibre est un objet allongé ayant un rapport longueur/diamètre (L/D) supérieur à un. Le terme "fibre" est utilisé de différentes manières, mais on peut considérer les fibres naturelles comme des matériaux fibreux qui sont extraits de l'environnement [4].

Les fibres naturelles sont utilisées depuis 3000 ans dans les composites, par exemple dans l'ancienne Égypte, où la paille et d'argile étaient mélangés pour construire des murs. Au cours de la dernière décennie, les composites renforcés de fibres naturelles ont reçu une attention croissante, tant auprès du monde universitaire que de diverses industries. Il existe une grande variété de fibres naturelles qui peuvent être utilisées pour le renforcement ou comme charges [16].

#### I.2.1.1 la fibre végétale :

Une fibre végétale est une cellule morte de la plante, de forme allongée et de structure biologique fibrillaire contenant principalement de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine. Il existe aussi, en faible proportion des constituants extractibles comme les protéines ou encore des composés inorganiques. La proportion d'Holo cellulose (comprenant la cellulose et l'hémicellulose) et de lignine varie selon les fibres naturelles et l'âge de ces fibres. La composition dépend de la condition de croissance, de l'âge du végétal, des conditions climatiques et bien sûr de la nature des fibres [17,18].



**Figure I.13:** Structure schématique d'une fibre végétale [19].

### I.2.2 Morphologie de la fibre végétale :

Sur le plan morphologique, la fibre végétale présente une variabilité très importante en fonction de leur origine. En effet, les dimensions des fibres végétales dépendent de l'espèce et

## Chapitre I : Etat de l'art

---

au sein de la même espèce, de l'organe de provenance, de l'état de maturité et aussi des conditions environnementales de croissance de la plante.

La fibre végétale se caractérise aussi par la variabilité de l'épaisseur de sa paroi cellulaire qui découle de celle de la porosité des fibrilles.

La porosité des fibrilles (rapport du diamètre du lumen par le diamètre total de la fibre) déterminant du caractère hygrophile de la fibre végétale peut diverger dans de larges proportions. Par exemple le lin a une porosité de  $6,8 \% \pm 3,5 \%$ , et la fibre de palmier, une porosité de 10 % alors que celle du coton peut être supérieure à 90 % [20].

### I.2.3 Classification des fibres végétales :

Les fibres sont divisées en fonction de leur emplacement ou de leur extraction de la plante :

- **1- Les fibres du phloème ou fibres molles :** Ce sont des fibres que l'on trouve sur le marché des plantes en faisceaux dans la zone du poinçon de phloème. Le nombre de faisceaux fibreux varie selon le type de plante (15 - 35 faisceaux) et à chaque nombre de fibroblastes (10 - 40) et la longue cellule fusiforme ciblant les deux extrémités, sa longueur est inférieure à 30 mm et sa largeur est inférieure à 30 microns. Les plantes les plus importantes de ce groupe sont : le jute, le lin, le chanvre, la ramie et le kénaf.
- **2- Les fibres de papier ou les fibres solides :** les fibres se retrouvent comme un type de fibre des faisceaux vasculaires de papier qui sont parallèles dans les feuilles qui prennent la forme longitudinale des rayures, comme les feuilles de palmier, les bananes ou les cactus.
- **3- Fibres de graines :** Les fibres sont produites sous forme de saillies externes à la surface de la graine, comme le coton et le kapok.
- **4- Fibres de fructification :** Les fibres sont formées à l'extérieur du fruit sous forme de fibres de noix de coco.
- **5- Fibres des tiges et des trônes :** Ce sont des fibres moins importantes et sont généralement extraites des tiges et des trônes comme paille de blé, Paille de riz, Paille d'orge.
- **6- Fibres ou tiges de bois :** Les fibres extraites des tiges de palmiers et de certains arbres pour la fabrication de chapeaux et de sacs.

Les fibres sont également classées en fonction de leur teneur en humus cellulose (cellulose et hémicellulose) et en on peut distinguer les fibres de bois (dures et dures de matériaux ligneux tels que le bois tendre et flexible de plantes non ligneuses. Les annuelles sont souvent relativement moins riches en lignines telles que : varech, chanvre, sisal, jute, jute et lin [35].

# Chapitre I : Etat de l'art

➤ Les fibres végétales peuvent être divisées selon :

## A. L'origine

Le schéma ci-dessous représente la classification des fibres végétales selon l'origine

## B. La longueur

- **Les fibres courtes** : également appelées fibres de remplissage, sont courtes et fines et sont présentes dans les tissus végétaux comme le parenchyme. Elles ont des propriétés absorbantes et peuvent être utilisées pour produire des matériaux de remplissage tels que le papier, le carton et les produits isolants.
- **Les fibres longues** : également appelées fibres de renforcement, sont plus longues et plus épaisses que les fibres courtes. Elles sont présentes dans des parties spécifiques de la plante, telles que les tiges et les feuilles, et fournissent une résistance mécanique accrue. Les fibres longues sont souvent utilisées dans la production de matériaux composites, tels que les panneaux de fibres de bois les renforts en plastique et les matériaux de construction.

Certaines plantes sont particulièrement riches en fibres, comme le coton, le lin, le chanvre et le sisal. Ces plantes sont cultivées spécifiquement pour leurs fibres et sont utilisées dans la production de vêtements, de tissus d'ameublement et d'autres produits textiles. Les fibres végétales sont également utilisées dans l'alimentation humaine et animale, en particulier sous forme de cellulose, qui est une source de fibres alimentaires importantes [4].

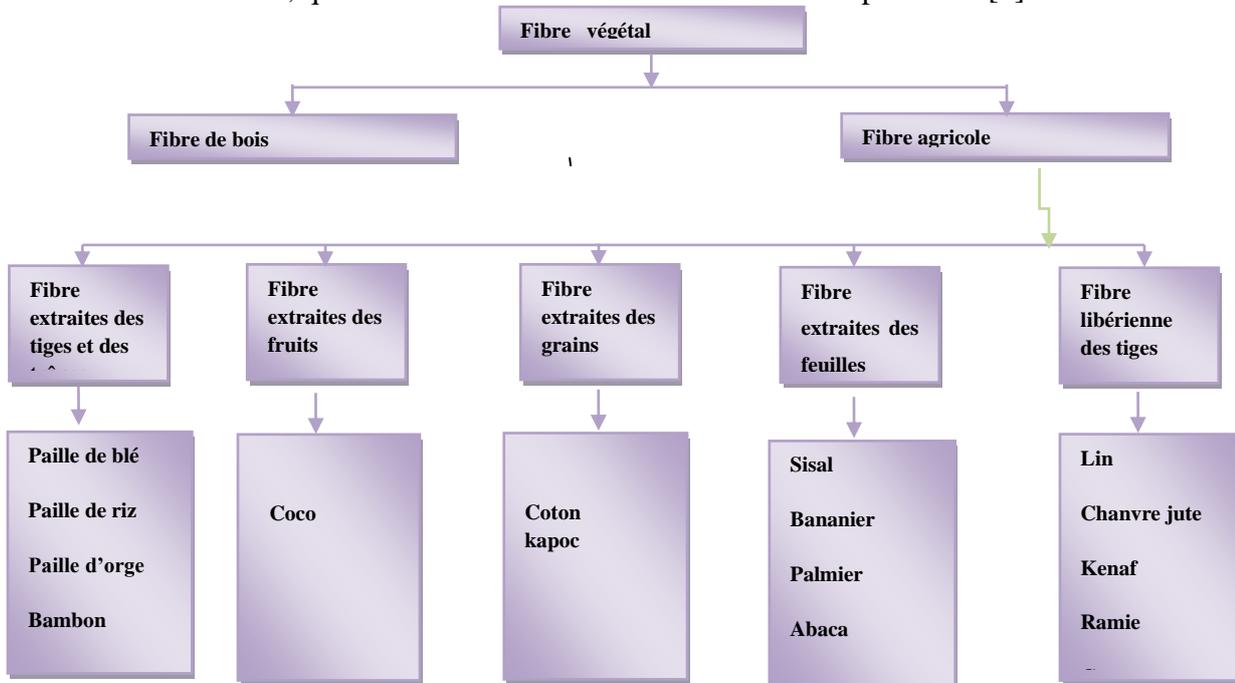


Figure I.14: Classification des fibres végétales selon l'origine [4].

## Chapitre I : Etat de l'art

### C) Composition chimique des fibres végétales :

Les fibres végétales ont une formule chimique unique qui affecte grandement leur ténacité, en particulier dans les milieux basiques, cette composition chimique se compose principalement de trois composants : la cellulose, l'hémicellulose et la lignine, et leurs proportions varient d'une espèce à l'autre au sein de chaque fibre, les propriétés de chaque composant contribuent à la propriété globale de la fibre, l'hémicellulose est responsable de la décomposition biologique, de l'absorption d'humidité et de la dégradation thermique des fibres, la lignine agit comme une matrice qui encapsule la cellulose et constitue une structure très résistante.

En outre, il contient de petites quantités de protéines, d'extraits et de certains composés inorganiques [22].

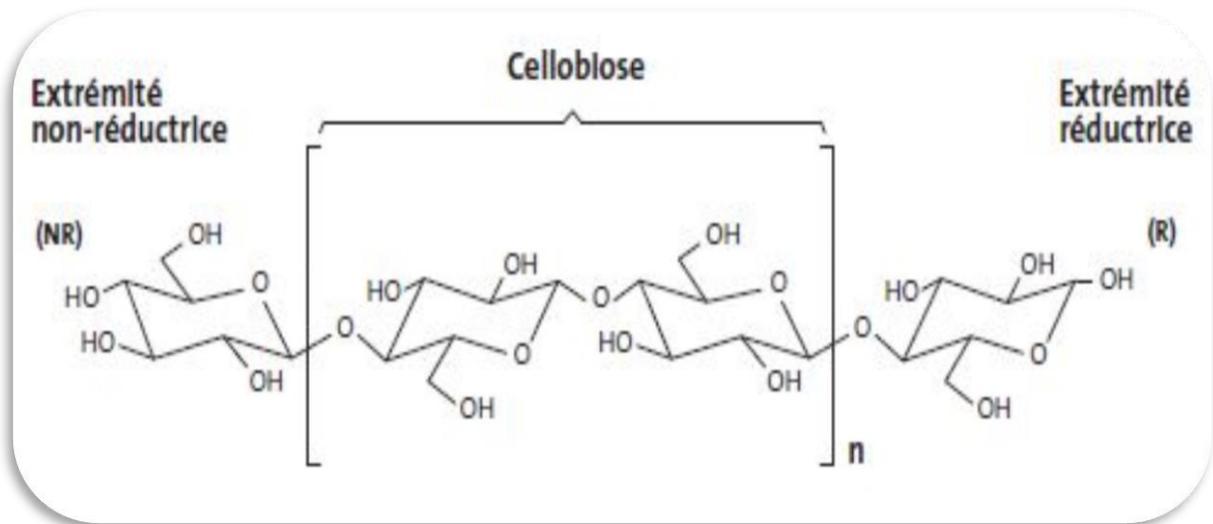
**Tableau I.4:** Composition chimique des fibres végétales.

<b>Fibre</b>	<b>Cellulose (%)</b>	<b>Hémicellulose (%)</b>	<b>Lignine (%)</b>	<b>Pectine (%)</b>	<b>Références</b>
<b>Coton</b>	85-90	5,7	0,5-1,6	5,7	[23,24,25]
<b>Lin</b>	64,1-81	16,7-20,6	2-3	0,9-1,8	[23 ,24,25]
<b>Washingtonia</b>	32-35,8	24,4-28,1	21,7 – 28,7	-	[26,27]

#### 1. Cellulose :

La cellulose est le constituant principal des parois cellulaires des plantes. Elle est la substance naturelle la plus importante de la biosphère [28]. Et se trouve dans la paroi de la fibre, où elle joue un rôle protecteur. La cellulose est une grande partie qui consiste en une très longue chaîne organisée stéréoscopique composée de liaisons le glucose est sa formule chimique de forme  $[(C_6 H_{10} O_5)]_n$  [29].

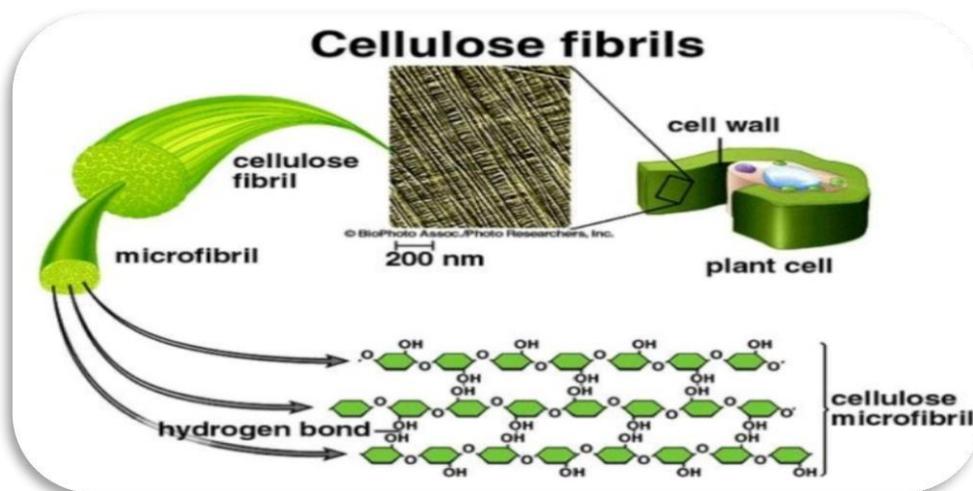
Sous la forme d'un bio polymère linéaire avec un degré de polymérisation très élevé supérieur à 1500. Il est constitué d'unités glucopyranoseanhydrointerconnectées par des liaisons glucosidic. La forme répétitive est la dimère-cellulose.



**Figure I.15:** Structure chimique de la cellulose [31].

Le nombre d'unités répétitives ou le degré de polymérisation varie en fonction de l'origine de la cellulose [30].

Il forme des microfibrilles à partir de cellulose et de nombreuses microfibrilles sont assemblées en fibrilles. Plusieurs microfibrilles liées entre elles par des liaisons hydrogène forment une fibrille d'un diamètre de 3 à 5 nm et d'une longueur de 7  $\mu$ m [32].



**Figure I.16:** Représentation schématique de la hiérarchie de structure dans une fibre cellulosique [33].

## 2. Hémicellulose :

L'hémicellulose, également connue sous le nom de polyose, est un polysaccharide qui forme une matrice de support pour la cellulose hydrophile présente dans la paroi des cellules végétales et qui peut être extraite par des solutions acides. Il se compose d'un groupe de

## Chapitre I : Etat de l'art

sucre dont la chaîne linéaire principale est constituée de : (xylose, mannose, arabinose, galactose, glucose) contrairement à la cellulose qui ne contient que des unités de 1,4- $\beta$ D-glucopyranose possède entre 50 et 300 degrés de polymérisation alors que le degré de cellulose d'origine est 10 à 100 fois plus élevé.

La structure chimique de l'hémicellulose varie en fonction de l'origine de la plante, de l'emplacement dans la paroi, du type de cellule ou même de l'âge du tissu [34].

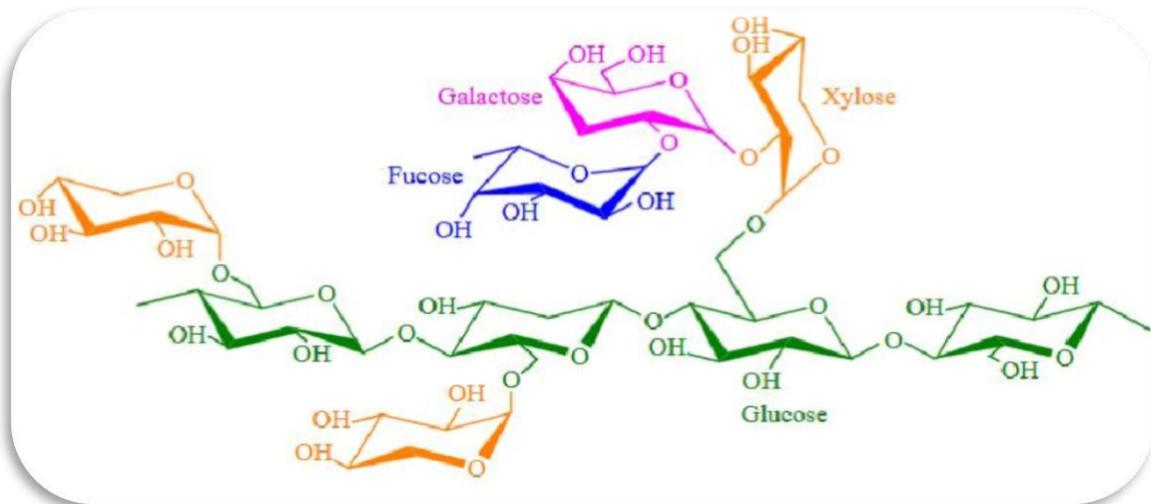


Figure I.17: Structure chimique de l'hémicellulose [35].

### 3. Lignine :

La lignine est un polymère tridimensionnel, aromatique, structuré à partir de 3 unités parahydroxyphényle, guaiacyle et syringyle (Figure I.16). C'est la fraction non saccharidique la plus abondante et la plus importante après la cellulose. Elle accroît les propriétés de résistance mécanique du bois. La lignine a originellement dans le bois une couleur blanche. Une fois extraite, sa couleur devient jaune pâle allant jusqu'au brun foncé. Elle constitue entre 26 à 32% de la masse sèche des bois résineux et entre 20 à 25% de la masse sèche des bois feuillus[36].

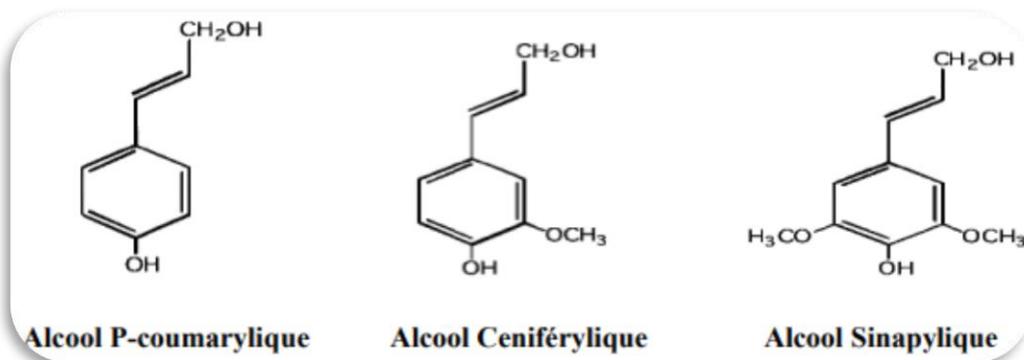
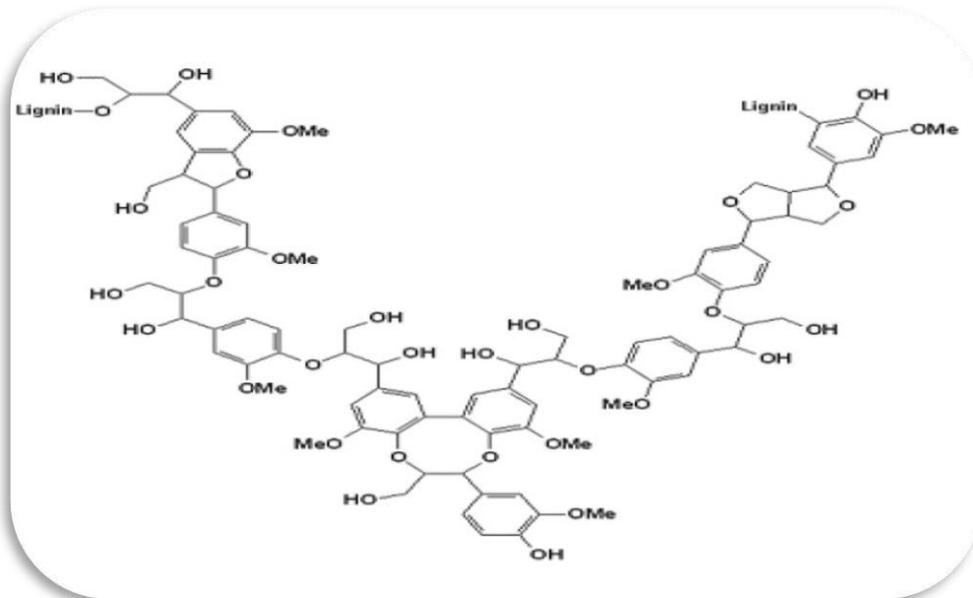


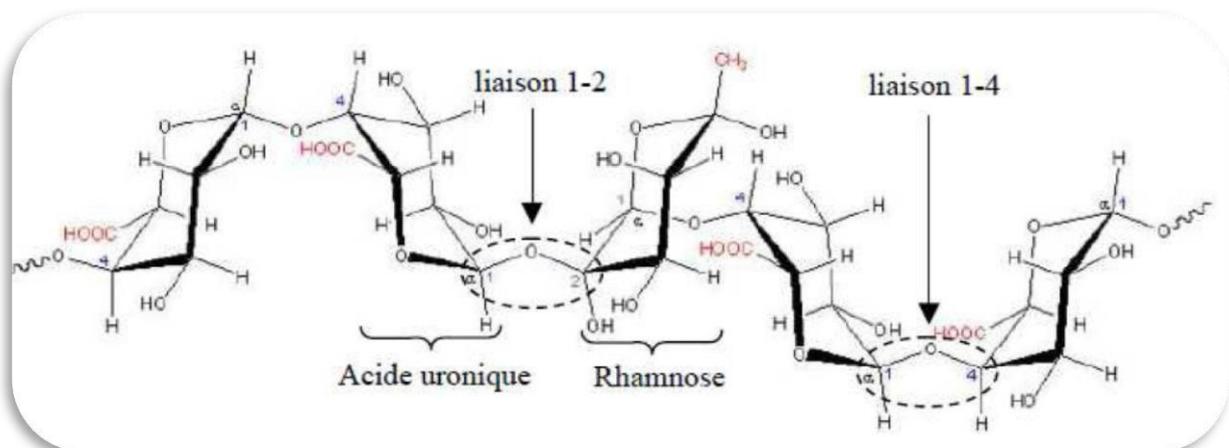
Figure I.18: Motifs élémentaires de lignine [37].



**FigureI.19 :** Structure de la lignine [38].

### 4. Pectine :

Ce sont des polysaccharides cristallins hétérozygotes qui se forment dans la paroi cellulaire, constitués de paniers homogènes de chaînes linéaires de motifs anhydro-acide  $\alpha$ -D-galacturonique, en conformation chaise, liés par liaison osidique en 1 $\rightarrow$ 4. Ces chaînes sont plus ou moins substituées par des groupements arabinanes ou arabinogalactanes fixés sur les motifs L-rhamnose qui s'intercalent entre les chaînes homogalacturoniques. Et comme il contient un pourcentage important d'acide D-galacturonique lié à un  $\alpha$  (1 $\rightarrow$ 4), ces fonctions acides lui confèrent une propriété poly-nucléique, très hydrophile [39].



**FigureI.20:** Structure d'une chaîne d'acide polygalacturonique et formation d'un coude par la présence de rhamnose [40].

### 5. Cires :

Les cires appelées épicuticulaires sont des graisses présentes dans une fine couche qui recouvre la couche externe des surfaces aériennes de toutes les plantes. La couche de cire a de nombreuses fonctions telles que la protection des plantes contre les conditions environnementales et les attaques d'insectes, en plus de la cire plus chaude, la cire joue un rôle vital dans les réactions chimiques entre plantes et insectes, les graisses à la surface des plantes varient et diffèrent, et ils combinent les composés aliphatiques-cycliques sous la forme d'une longue chaîne. Parmi les groupes lipidiques connus, il existe des hydrocarbures, des esters de cire, des acides gras et des cétones, et il existe également un pourcentage plus faible de graisses diffuses telles que les cations hydroxy, les acides gras éthyliques, l'acide benzoïque et les esters méthyliques et d'autres véhicules [41].

#### I.2.4 Caractéristiques physico-mécanique des fibres végétales :

La présence de variations dans les proportions des composants chimiques des fibres végétales entraîne une diversité des propriétés physico-mécaniques de ces fibres. Plusieurs études ont démontré que les fibres végétales présentent une variabilité mécanique, même au sein d'une même espèce. Les conditions de croissance, telles que l'habitat, le climat et l'âge de la plante, influencent les propriétés mécaniques et la structure des fibres végétales. Les caractéristiques physiques d'une fibre végétale comprennent généralement son diamètre, sa porosité, sa densité, sa teneur en eau et son taux d'absorption d'eau. Sur le plan mécanique, elle est caractérisée par sa résistance à la traction, sa résistance à la rupture et son module d'élasticité [42].

Lorsqu'on effectue un essai de traction sur une fibre végétale, plusieurs paramètres influencent la courbe de contrainte/déformation : La nature de la fibre, La largeur de la fibre sollicitée, Le pourcentage d'eau absorbée par la fibre et Le diamètre de la fibre [43].

#### I.2.5 La plante *Washingtonia Filifera* :

La *Washingtonia* est un genre de plantes de la famille des *Arecaceae* (palmiers), comprenant deux espèces : *Washingtonia Filifera* et *Washingtonia robusta*. Originaires du sud-ouest des États-Unis et du nord du Mexique, ces palmiers sont aujourd'hui largement cultivés dans le monde entier en raison de leur adaptabilité et de leur apparence attrayante.

Historiquement, les *Washingtonia* étaient utilisés par les peuples autochtones d'Amérique du Nord pour leurs feuilles, qui servaient à la fabrication de nattes, de paniers et de toitures. Aujourd'hui, ces palmiers sont souvent plantés dans les jardins publics, les parcs et les rues des villes pour leur valeur ornementale.

## Chapitre I : Etat de l'art

---

Sur le marché, les *Washingtonia* sont appréciées pour leur croissance rapide, leur résistance à la sécheresse et leur capacité à tolérer une grande variété de sols et de conditions climatiques. Cependant, ils nécessitent un entretien régulier, en particulier pour éliminer les feuilles mortes et prévenir l'accumulation de débris autour de la base de la plante. Malgré cela, leur popularité en tant que plantes ornementales persiste en raison de leur apparence élégante et de leur facilité relative de culture [44].

### I.2.5.1 Historique et Généralités sur les *Washingtonia Filifera* :

Le nom *Washingtonia* a été donné en 1879 par le botaniste allemand Hermann Wendland en l'honneur du premier président des États-Unis, George Washington (1732-1799). *Filifera* vient du latin *filium* (fil) et *fero* (porter) en raison de leur tendance à former des filaments entre certaines parties des feuilles, même si cela n'est pas toujours apparent. *Robusta* vient du latin *Robustus* qui signifie « robuste » pour signifier que son port est plus compact, du moins l'état juvénile, *Washingtonia Filifera*, est l'espèce de palmier indigène de l'ouest des États-Unis et, pour cette raison, sa répartition originale intéresse les naturalistes. (Cornett, 1985) [45]. *Washingtonia Filifera* est de loin la plus grande espèce de palmier naturellement présente sur le continent nord-américain. On le reconnaît facilement à une particularité morphologique frappante : les feuilles mortes, recourbées vers le bas, en forme d'éventail, restent sur l'arbre pendant de nombreuses années et recouvrent presque entièrement le tronc (« palmier jupon»). La population naturelle actuelle de l'espèce est estimée à près de 25 000 arbres. Ceux-ci sont répartis dans plusieurs bosquets naturels situés dans les zones semi-arides de Californie et d'Arizona, où ils poussent presque exclusivement à proximité de petits ruisseaux ou de sources. Les fruits et les graines de WF étaient consommés directement par les Indiens ou moulus en farine. Aujourd'hui, il n'y a pas d'utilisation directe, mais l'espèce est souvent cultivée comme arbre de rue et de parc [46].

L'espèce WF est largement cultivée hors de son habitat naturel, notamment dans les pays tempérés, pour sa bonne résistance au froid qui se situe autour de -10°/-12°C. Elle est réputée plus résistante aux basses températures que le *Washingtonia Robusta*. Il pousse également très rapidement et est souvent planté dans les villes et les jardins pour sa valeur ornementale. Ce type de palmier à jupon mesure jusqu'à 23 m de hauteur, le stipe est épais et peut atteindre plus de 20 mètres de hauteur. Les feuilles sont larges et palmées, avec un pétiole de près de 2 m de long, prolongé par un palmier arrondi composé de nombreuses folioles presque 2 m de longueur.



**Figure I.21:** *Washingtonia Filifera*.

### **I.2.6 Les composants chimiques de *Washingtonia Filifera* :**

*Washingtonia* est un genre de palmiers, comprenant *Washingtonia Filifera* et *Washingtonia robusta* [46]. Leur composition chimique inclut de la cellulose, de la hémicellulose, de la lignine et des pectines [47]. Ces composants contribuent à la force et à la flexibilité des feuilles et des troncs de palmier.

La composition chimique des fibres de *Washingtonia filifera* est principalement composée de cellulose, d'hémicellulose et de lignine.

Ces composants sont les éléments de base de la structure cellulaire des plantes, et leur proportion peut varier en fonction de la partie du palmier d'où elles sont extraites.

La cellulose est le composant le plus abondant dans les fibres de *Washingtonia filifera*, représentant environ 89,32% en pourcentage atomique et 85,37% en poids.

Elle est un polymère de glucose qui forme la paroi cellulaire des plantes et joue un rôle important dans leur résistance mécanique.

L'hémicellulose est un autre composant important, représentant environ 0,15% en pourcentage atomique et 12,48% en poids.

Elle est une mixture de polysaccharides, principalement composée de xylose, arabinose et galactose. Elle joue un rôle dans la structure cellulaire et dans la résistance mécanique des

## Chapitre I : Etat de l'art

---

plantes. La lignine est un composant plus abondant dans les fibres de *Washingtonia filifera* que dans celles des autres plantes, représentant environ 0,09% en pourcentage atomique et 0,28% en poids. Elle est un polymère complexe formé de phénol et de carbone, qui joue un rôle important dans la résistance mécanique et dans la structure cellulaire des plantes [48].

Ces proportions peuvent varier en fonction de la partie du palmier d'où les fibres sont extraites. Par exemple, les fibres issues des feuilles de palmier contiennent généralement plus de cellulose que celles issues des tiges [49].

### I.2.7 Les propriétés de *washingtonia* :

Voici quelques-unes des propriétés de cette fibre :

- **Résistance et durabilité** : La fibre de *Washingtonia* est connue pour sa robustesse et sa durabilité, ce qui la rend adaptée à diverses applications artisanales et industrielles.
- **Flexibilité** : Cette fibre est relativement souple, ce qui la rend facile à tresser ou à manipuler pour différentes utilisations.
- **Légèreté** : Malgré sa robustesse, la fibre de *Washingtonia* est légère, ce qui la rend agréable à manipuler et à porter.
- **Résistance aux intempéries** : Grâce à ses propriétés naturelles, la fibre de *Washingtonia* peut résister aux conditions climatiques difficiles, ce qui en fait un matériau idéal pour les applications extérieures.
- **Isolation** : Elle peut également avoir des propriétés isolantes, ce qui en fait un matériau potentiellement utile dans la construction ou la fabrication de produits isolants.
- **Aspect esthétique** : La fibre de *Washingtonia* a souvent une belle apparence naturelle, avec des nuances de couleur allant du beige au brun, ce qui peut ajouter une touche esthétique à divers produits artisanaux.
- **Ecologie** : Comme elle est issue de matériaux naturels et renouvelables, la fibre de *Washingtonia* peut être considérée comme écologique dans de nombreux contextes, surtout si elle est récoltée de manière durable [50].

### I.2.8 Les avantages et les inconvénients de *washingtonia* :

#### Les avantages :

- \* Faible coût et biodégradabilité.
- \* Neutre pour l'émission de CO<sub>2</sub>.
- \* Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres.

## Chapitre I : Etat de l'art

---

- \* Pas de résidus après incinération.
- \* Ressource renouvelable.
- \* Demande peu d'énergie pour être produite.
- \* Propriétés mécanique spécifique importantes (résistance et rigidité).
- \* Bonne isolation thermique et acoustique.
- \* Non abrasif pour les outillages [51].

### **Les inconvénients :**

- \* Renfort discontinu et absorption d'eau et faible stabilité dimensionnelle.
- \* Mauvaise tenue en vieillissement.
- \* Faible tenue thermique (200 à 230 °C max).
- \*Fibres anisotropes.
- \* Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, de la météo... [51].

### **I.2.9 Les applications de washingtonia :**

Les applications des fibres de washingtonia :

1. Bio composites: Les fibres de Washingtonia peuvent être utilisées pour produire des bio composites, qui sont des matériaux composites composés de matières premières renouvelables et de polymères. Ces bio composites peuvent être utilisés pour des applications telles que l'insolation thermique dans les bâtiments, les véhicules, et les équipements électriques [52].
2. Caractérisation de la cellulose microcristalline : Les fibres de Washingtonia peuvent être traitées pour extraire la cellulose microcristalline, qui est un polymère naturel renouvelable. Cette cellulose peut être utilisée pour produire des matériaux composites, des filtres, et des produits de papier [53].
3. Insulation thermique: Les fibres de Washingtonia peuvent être utilisées pour produire des matériaux d'insulation thermique, qui sont essentiels pour réduire la consommation d'énergie et réduire les émissions de gaz à effet de serre. Ces matériaux peuvent être utilisés dans les bâtiments, les véhicules, et les équipements électriques.
4. Production de bioplastiques : Les fibres de Washingtonia peuvent être utilisées pour produire des bioplastiques, qui sont des matériaux composites composés de matières premières renouvelables et de polymères. Ces bioplastiques peuvent être utilisés pour des applications telles que les emballages, les produits de consommation, et les équipements [52].
5. Production de papier et de carton : Les fibres de Washingtonia peuvent être utilisées pour produire du papier et du carton, qui sont des matériaux couramment utilisés dans la production de produits de consommation, tels que les journaux, les livres, et les emballages [54].

## Chapitre I : Etat de l'art

---

6. Production de filtres : Les fibres de *Washingtonia* peuvent être utilisées pour produire des filtres, qui sont des matériaux utilisés pour capturer les particules et les molécules dans les fluides. Ces filtres peuvent être utilisés dans les industries chimiques, les industries alimentaires, et les industries de l'environnement [53].

7. Production de produits de soins personnels : Les fibres de *Washingtonia* peuvent être utilisées pour produire des produits de soins personnels, tels que les cosmétiques, les soins de la peau, et les produits de toilette.

8. Production de produits de textile : Les fibres de *Washingtonia* peuvent être utilisées pour produire des produits de textile, tels que les vêtements, les tissus, et les accessoires.

Ces applications montrent que les fibres de *Washingtonia* ont un large éventail d'utilisations dans différents domaines, allant de la production de bio composites et de cellulose microcristalline à l'insulation thermique et la production de produits de consommation [54].

# Chapitre I : Etat de l'art

---

## I.3: Généralités sur les matériaux composites:

### I.3.1. Historique :

Les matériaux composites sont vieux comme le monde. Il y a plus de 4000 ans, les artisans de l'ancienne l'Egypte savaient améliorer les performances mécaniques des briques en ajoutant un certain taux de la paille courte à l'argile fraîchement préparée.

Plusieurs matériaux naturels comme les os (mélange complexe de collagène et de phosphate de calcium), le bois (fibre de cellulose dans une matrice de lignine) le corps humain (le squelette dans une matrice : les muscles) peuvent être considérés comme des matériaux composites [55].

Les premiers composites se sont développés pendant le 19<sup>ème</sup> siècle grâce à la création des résines et des fibres synthétiques. Ils ont fait leur apparition au cours de la seconde guerre mondiale. Leur histoire ne remonte pas à plus de cinquante ans et ils ont déjà accumulé plus d'une douzaine de procédés de mise en œuvre[56]. Ces matériaux sont particulièrement adaptés aux structures qui requièrent à la fois haute résistance et excellente rigidité, avec en même temps une grande légèreté. En effet, ces composites présentent un certain nombre d'avantages par rapport aux matériaux métalliques : résistance à la fatigue mécanique, insensibilité à la corrosion, facilité et possibilité de mise en œuvre ainsi qu'un faible coût [57].

### I.3.2. Définition d'un matériau composite :

Les matériaux composites sont généralement des matériaux solides, constitués à l'échelle microscopique par l'association de deux ou plusieurs matériaux aux caractéristiques complémentaires. Cette association leur confère, à l'échelle macroscopique, un ensemble de propriétés physiques, que chacun des constituants pris isolément ne possède pas. Ces propriétés sont liées aux propriétés des matériaux qui les constituent, à leur distribution géométrique et à leurs interactions mutuelles [58].

Un matériau composite consiste, dans le cas le plus général, d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. Dans le cas de plusieurs phases discontinues de natures différents, le composite est dit hybride. La phase discontinue est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue. La phase continue est appelée la matrice. La phase discontinue est appelée le renfort ou matériau renforçant [59].

Les matériaux composites ne sont pas une nouveauté ; ils ont été utilisés dès l'antiquité par l'homme comme le bois et le biton sont alors des matériaux de la vie quotidienne [60].

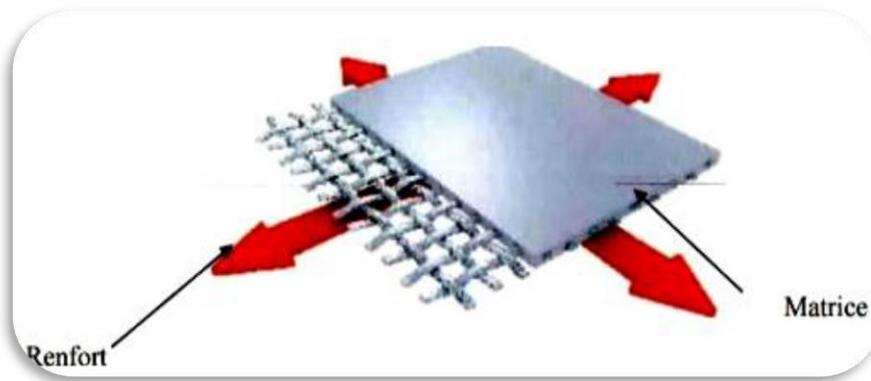


Figure I.22 : Schéma simplifié d'un matériau composite [59].

On distingue deux classes de matériaux composites :

- **Composites de grande diffusion (GD)** : le taux volumique de la matrice est de l'ordre de 50 à 70%, peu onéreux, qui occupent une large part du marché.
- **Composites à hautes performances (HP)** : le taux volumique varie de 40 à 50%, généralement renforcés de fibres continues de carbone ou d'aramide, sont réservés à des secteurs de forte valeur ajoutée : aéronautique, médical, sports et loisirs [61].

### I.3.3. Les constituants des matériaux composites :

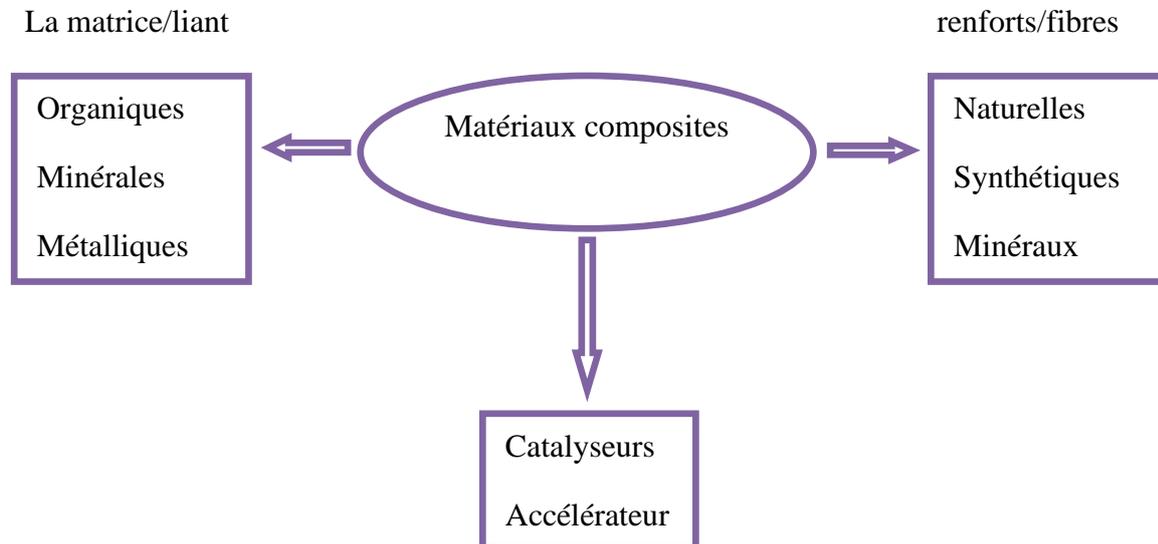


Figure I.23: Composants des matériaux composites [62].

Un matériau composite pris au sens adopté dans notre travail est constitué :

- D'une matrice à laquelle sont ajoutés dans certains composites des charges.
- Des renforts, constitués de fibres.

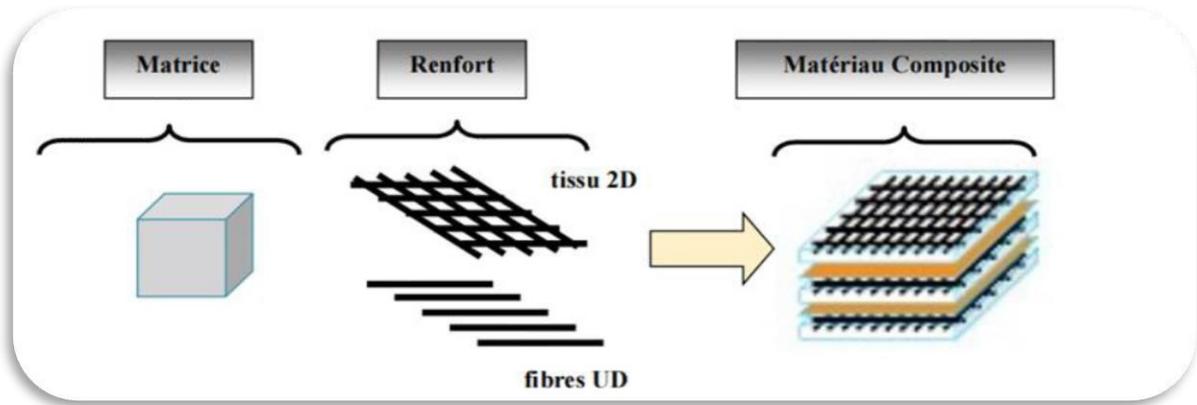


Figure I.24: Constituants de base d'un matériau composite [63].

### I.3.3.1 Matrice :

La matrice est un composant essentiel du matériau composite, elle est légère, quelque peu déformable et présente une certaine compatibilité avec le renfort, son rôle est de lier les fibres de renfort, de transférer les contraintes auxquelles le matériau est exposé sur les fibres pour le protéger des agressions extérieures (choc, thermomécanique), de donner la forme voulue au matériau composite et de lui apporter une résistance chimique [64].

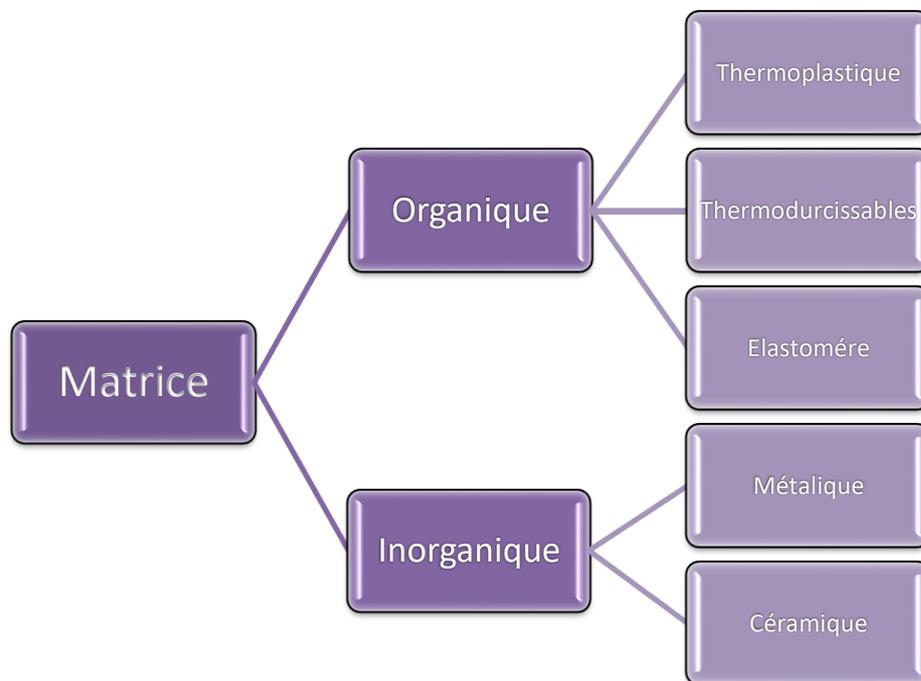


Figure I.25: Représente les différentes familles de matrice [65].

Il existe différentes familles de matrices utilisées dans les matériaux composites

# Chapitre I : Etat de l'art

---

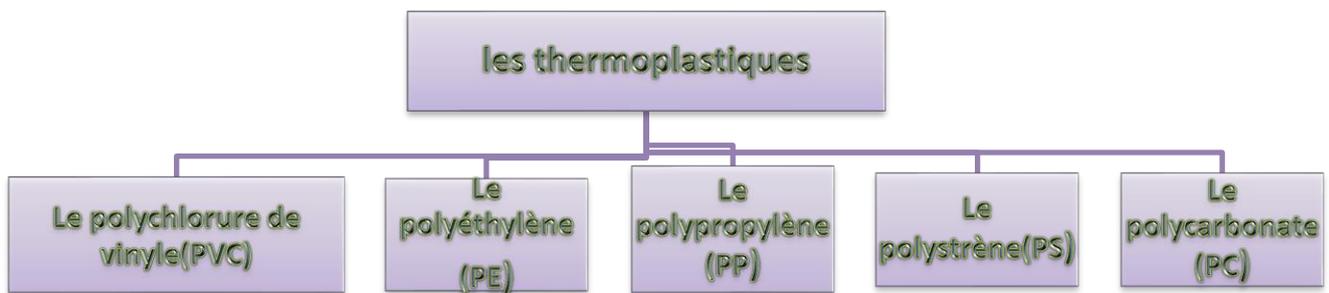
## A. Matrice organique

La matrice organique (CMO) est la famille la plus courante des matériaux composites [66].

On peut citer trois types de matrices utilisés :

### A.1 Les thermoplastiques :

Les résines thermoplastiques, dont la fabrication atteint de loin le plus gros tonnage du fait d'un faible coût, sont les polymères qui fondent en chauffant et retrouvent leur forme solide en refroidissant de façon réversible, cela les rend recyclables, solubles, et renouvelables un grand nombre de fois, Aussi bien non biodégradables et ont des propriétés mécaniques faibles. On peut citer quelques exemples de ces résines.



**Figure I.26:** Types des résines thermoplastiques [67].

Les thermoplastiques ne conviennent généralement pas au renforcement des fibres en raison de leur viscosité élevée à l'état liquide, qui liée à l'état moléculaire. Cela les empêche de mouiller les fibres adéquatement (imprégnation), ainsi un bon composite ne peut pas être formé. En outre, la production de matériaux composites utilisant des thermoplastiques nécessite une pression et une température élevées [68].

### A.2 Les thermodurcissables :

Ce sont les résines qui sont à l'état de base sous forme liquide de très faible viscosité contenant des monomères (molécules simples) qui se transforment en polymères (molécules complexes réticulées) lorsque la résine est durcie. Cette transformation est une réaction chimique unique, traitée à la température ambiante et conduit à un produit fini solide, rigide, infusible et ne fond pas en chauffant, mais finalement se désintègre. Ainsi les résines thermodurcissables possèdent des propriétés mécaniques et surtout thermomécaniques plus élevées que les résines thermoplastiques [69].

# Chapitre I : Etat de l'art

---

## A.3 Les élastomères

Les élastomères présentent des structures et des propriétés similaires à celles des matières thermoplastiques, ce qui leur permet d'être classés dans la famille des thermoplastiques. Ils sont plus communément connus sous le nom de "caoutchouc". Les élastomères sont des polymères hautement élastiques, ce qui les rend assez particuliers : ils peuvent être étirés plusieurs fois leur longueur et retrouvent toujours leur forme initiale sans subir de déformation permanente. Parmi les élastomères, on trouve le poly isoprène (caoutchouc naturel), le polybutadiène, et d'autres encore [70].

## B. Matrice minérale :

La matrice minérale se compose d'une matrice métallique et matrice céramique.

### B.1 Matrices métalliques :

Les composites à matrice métallique (CMM) possèdent une bonne tenue en température ainsi que de bonnes propriétés thermique et électrique. Par rapport aux métaux, ils ont une meilleure stabilité dimensionnelle, ainsi qu'une meilleure résistance à l'usure [66].

### B.2 Matrice céramique :

Une matrice céramique (CMC) est un matériau composite qui combine une matrice en céramique avec des renforts, généralement en céramique également. La matrice céramique peut être constituée de divers types de céramiques, telles que l'oxyde d'aluminium, le carbure de silicium ou le nitrure de silicium, Ils sont utilisés pour la fabrication des pièces qui subissent des contraintes d'origine thermique et leur coût est très élevé, tandis que les renforts peuvent être des fibres céramiques, des particules ou des plaquettes [4].

## C. Les additifs :

Les additifs sont des substances ajoutées aux polymères pour modifier leurs propriétés ou leurs caractéristiques. Il existe une vaste gamme d'additifs offrant de nombreuses fonctions différentes. Ils peuvent améliorer les propriétés des thermoplastiques, faciliter leur transformation, modifier leur apparence ou augmenter leur résistance à l'environnement extérieur. Ces additifs agissent de diverses manières pour influencer les caractéristiques et les propriétés des emballages en thermoplastique. Ils peuvent offrir une protection contre les rayons ultraviolets et l'oxygène afin de prolonger la durée de vie du produit. De plus, ils peuvent faciliter le processus de fabrication des polymères et améliorer l'esthétique de l'emballage, ce qui contribue à l'attrait du produit. Les additifs peuvent être regroupés en deux catégories principales : les stabilisants et les adjuvants technologiques [71].

Les fabricants ajoutent diverses substances qui modifient et renforcent leurs propriétés :

## Chapitre I : Etat de l'art

1. Anti-oxydants : Ils permettent au polymère de ne pas réagir en présence d'oxygène dans l'air. Certaines molécules anti-oxydants sont ancrées en un point de la chaîne, tandis que d'autres circulent dans la phase amorphe.
2. Agents de réticulation : Après une réaction chimique, ils peuvent se combiner avec des chaînes polymères pour former des ponts intermoléculaires. Ces réactifs permettent la formation de réseaux macromoléculaires, d'où une meilleure stabilité mécanique et thermique du matériau (Les peroxydes, Le soufre).
3. Autres additifs : Ils peuvent également être ajoutés, tels que des plastifiants, des colorants, des charges, des retardateurs de flamme, etc., selon les propriétés recherchées [72].

### I.3.3.2 Renforts :

C'est le principal porteur constitutif dans le composite (forme, volume). Il confère aux composites leurs caractéristiques mécaniques : rigidité, résistance à la rupture, dureté. Ces renforts permettent également d'améliorer certaines des propriétés physiques : comportement thermique, tenue en température, tenue au feu, résistance à l'abrasion, propriétés électriques, etc. Les caractéristiques recherchées pour les renforts sont des propriétés mécaniques élevées, une masse volumique faible, une bonne compatibilité avec les résines, une facilité de mise en oeuvre, un faible coût [66].

En fonction de leur utilisation, les renforts peuvent être d'origines diverses comme il est indiqué sur la figure I.5.

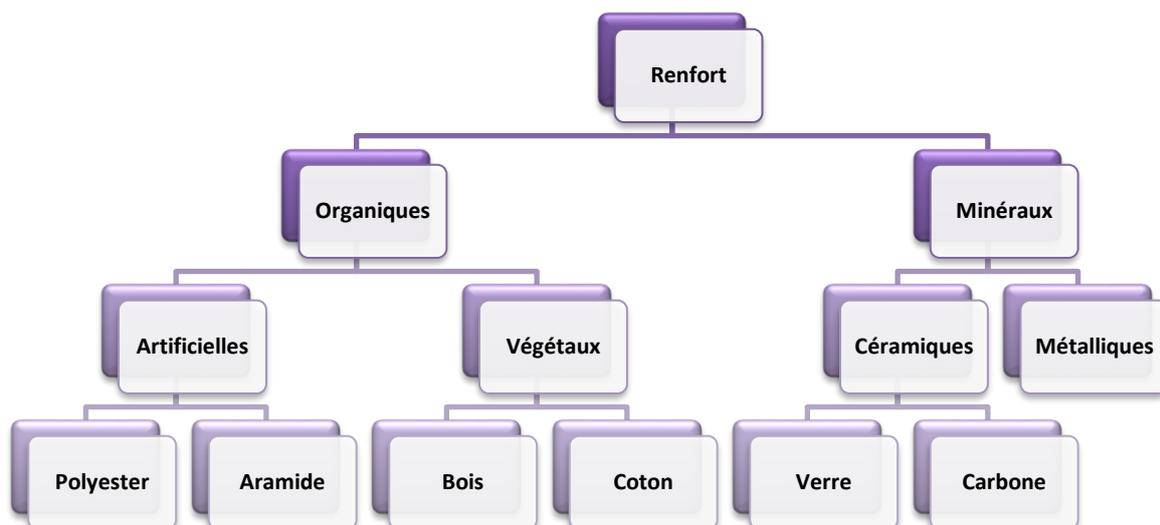


Figure I.27: Les différents types de renfort de base [73].

## Chapitre I : Etat de l'art

### I.3.4 Classification des matériaux composites :

Les matériaux composites peuvent être classés selon différents critères (Tableau I.5).

**Tableau I.5:** Représente la classification des matériaux composites. Quelques-unes des classifications les plus courantes [4].

<b>Classification selon la nature de la matrice</b>	
<b>Matrice polymère</b>	L'époxy, le polyester, le nylon
<b>Matrice métallique</b>	L'aluminium, le titane
<b>Matrice céramique</b>	L'oxyde d'aluminium, le carbure de silicium
<b>Classification selon le renfort</b>	
<b>Renfort de fibres continues</b>	Fibres longues tels que les fibres de carbone, les fibres de verre, les fibres d'aramide, etc. pour renforcer la matrice.
<b>Renfort de particules</b>	Des particules solides, telles que les particules de céramique, de métal ou de polymère
<b>Classification selon la direction des fibres</b>	
<b>Composites unidirectionnels</b>	Les fibres de renfort sont orientées principalement dans une direction
<b>Composites bidirectionnels</b>	Les fibres de renfort sont orientées dans deux directions principales, généralement perpendiculaires l'une à l'autre
<b>Composites multidirectionnels</b>	Les fibres de renfort sont orientées dans plusieurs directions, offrant ainsi une résistance dans différentes directions
<b>Classification selon les propriétés spécifiques</b>	
<b>Composites à faible conductivité thermique</b>	Utilisés pour l'isolation thermique.
<b>Composites à haute conductivité électrique</b>	Utilisés pour la dissipation de chaleur dans les applications électroniques.
<b>Composites à haute résistance</b>	Utilisés dans des applications nécessitant une résistance mécanique élevée

## Chapitre I : Etat de l'art

---

### I.3.5 Structure des matériaux composites :

La structure des matériaux composites est constituée de deux composants principaux : la matrice et les renforts.

- ❖ **La matrice :** C'est le matériau qui maintient les renforts en place et assure leur cohésion. Elle peut être constituée de polymères, de céramiques, de métaux ou d'un mélange de ces matériaux. La matrice est souvent choisie en fonction des propriétés souhaitées pour le matériau composite, telles que la résistance à la corrosion, la résistance aux températures élevées ou la conductivité thermique.
- ❖ **Les renforts :** Les renforts peuvent être sous forme de fibres, de particules ou de plaques, et ils sont intégrés à la matrice pour fournir les propriétés mécaniques souhaitées. Ils sont des matériaux qui ajoutent des propriétés mécaniques au matériau composite. Ils peuvent être sous forme de fibres continues, de fibres courtes, de particules ou de plaques. Les fibres continues sont alignées dans une seule direction, tandis que les fibres courtes sont dispersées dans la matrice. Les particules et les plaques sont également dispersées dans la matrice pour renforcer les propriétés mécaniques du matériau composite. La structure des matériaux composites peut être conçue pour fournir des propriétés spécifiques en fonction de l'application envisagée. la structure des matériaux composites est déterminée par la matrice et les renforts choisis en fonction des propriétés souhaitées pour le matériau composite et de l'application envisagée [4].

### I.3.6 Les paramètres influencent sur les matériaux composites :

#### I.3.6.1 Influence du taux de renfort :

L'augmentation du pourcentage de renforts améliore quasi systématiquement la rigidité d'un composite. Cependant, une trop grande quantité de renforts implique une adhésion plus difficile qui conduit à une baisse de performances dans certains cas. D'après la littérature, il est assez peu fréquent de trouver des composites fabriqués qui contiennent un pourcentage de fibres supérieur à 50-60%, sans rencontrer de nombreuses difficultés lors du moulage [74].

#### I.3.6.2 Influence de l'orientation et de la dispersion du renfort :

Il est évident que la dispersion du renfort qui conduit à un mélange plus ou moins intime des composants est un paramètre qui influence les propriétés physicomécaniques du composite. En effet les particules ou renforts ont tendance à se regrouper et à s'agglomérer ce qui crée des défauts. L'orientation des fibres génère une anisotropie, qui détermine des axes forts, pour le matériau, selon lesquels les fibres seront sollicitées longitudinalement (direction

## Chapitre I : Etat de l'art

---

la plus résistante de la fibre). Ont étudié à l'aide de deux extrudeuses le rôle de la dispersion des renforts (farines, fibres). Les deux types de mélanges ont été réalisés afin de déterminer l'importance du ratio géométrique et de l'homogénéisation du mélange. Les résultats montrent que l'amélioration du processus de mélange permet une augmentation du module d'élasticité et de l'élongation à la rupture supérieure à 10% [75].

### **I.3.6.3 L'effet de l'humidité :**

Les propriétés mécaniques des composites renforcés par des fibres naturelles peuvent être réduites en grande partie dans des conditions humides. C'est une préoccupation profonde car il y a des potentielles d'applications extérieures, où l'absorption d'humidité peut avoir une influence significative sur ces matériaux. Les liaisons entre les fibres naturelles (qui contiennent l'hydroxyle et d'autres groupes polaires) et les matrices relativement hydrophobes de polymère seraient affaiblies avec la prise d'eau élevée. L'interface affaiblie va causer la réduction des propriétés mécaniques des composites. Par conséquent, l'effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques est essentiel pour les applications des composites renforcés par des fibres naturelles. À cet égard, la résistance à l'eau de ces matériaux a pu être améliorée par la modification des fibres [76].

### **I.3.6.4 Influence de la morphologie des fibres :**

La morphologie des fibres inclut aussi d'autres paramètres que la longueur des fibres, comme leur diamètre, l'épaisseur des cellules et le diamètre des lumens. Ces paramètres varient tous à divers niveaux, en fonction de la nature des fibres. Les fibres de bois sont caractérisées par un rapport L/D élevé, mais sont souvent réduites en farine pour en faire des composites bois/polymère. Les traitements de surface des fibres réduisent considérablement le rapport (L/D), mais augmentent considérablement l'adhésion et les propriétés mécaniques [77].

### **I.3.6.5 Adhésion fibre-matrice :**

Les phénomènes d'adhésion aux interfaces fibre-matrice jouent un rôle essentiel sur les propriétés des matériaux composites. De telles interfaces sont le siège de phénomènes physico-chimiques complexes dus aux interactions moléculaires entre deux matériaux de nature et de propriétés différentes, pouvant conduire à la formation de véritables interphases aux propriétés intrinsèques. Ces interfaces et interphases doivent être en mesure de supporter toutes les contraintes mécaniques, résiduelles ou externes, et de les transmettre de la matrice à la fibre pour que les matériaux composites présentent les propriétés mécaniques à l'usage requises [78].

## Chapitre I : Etat de l'art

---

### I.3.7 Les domaines d'applications des matériaux composites :

Les matériaux composites sont utilisés dans de nombreux domaines d'applications en raison de leurs propriétés uniques telles que leur légèreté, leur résistance et leur durabilité. Voici quelques exemples de domaines d'application des matériaux composites :

- **Aéronautique et spatial** : Les matériaux composites sont largement utilisés dans l'industrie aérospatiale pour leurs propriétés de légèreté et de résistance, ce qui permet de réduire le poids des avions et des fusées, améliorant ainsi leur efficacité énergétique.
- **Automobile** : Les matériaux composites sont utilisés pour fabriquer des pièces automobiles telles que les capots, les portes, les pare-chocs et les éléments de carrosserie en raison de leur résistance, de leur légèreté et de leur durabilité.
- **Construction et génie civil** : Les matériaux composites sont utilisés dans la construction pour fabriquer des éléments structuraux tels que des poutres, des colonnes, des panneaux et des ponts en raison de leur résistance et de leur légèreté.
- **Énergie** : Les matériaux composites sont utilisés dans l'industrie de l'énergie pour la fabrication d'éoliennes, de panneaux solaires, de réservoirs de stockage de gaz et de tuyaux en raison de leur résistance et de leur légèreté.
- **Sport** : Les matériaux composites sont utilisés dans l'industrie du sport pour fabriquer des équipements tels que des raquettes de tennis, des clubs de golf, des skis et des planches à voile en raison de leur légèreté et de leur résistance.
- **Secteur médical** : Les matériaux composites sont utilisés dans l'industrie médicale pour la fabrication d'implants orthopédiques, de prothèses et d'équipements de diagnostic en raison de leur légèreté et de leur biocompatibilité.
- **Industrie maritime** : Les matériaux composites sont utilisés dans l'industrie maritime pour la fabrication de bateaux, de coques, de mâts et de ponts en raison de leur résistance à la corrosion et de leur légèreté.

- Ces domaines d'applications ne sont pas exhaustifs, mais ils illustrent la polyvalence des matériaux composites dans diverses industries et applications [79].

### I.3.8 Avantages et inconvénients des matériaux composites :

#### I.3.8.1 Avantages des matériaux composites :

Intégration de fonctions des composants élémentaires (propriétés améliorées).

- Longue durée de la vie.

## Chapitre I : Etat de l'art

---

- L'adaptabilité.
- Absence de corrosion
- Tenue aux agents chimiques (résistance chimique).
- Résiste au feu.
- Gain de masse (la réduction du poids).
- Grande résistance à la fatigue.
- Très bonne légèreté et souplesse.
- La possibilité de fabriquer des grandes ainsi que des petites pièces sous différentes formes (formes complexes).
- Peut être utilisé dans un large éventail d'applications.
- Résistance élevée aux chocs.

### **I.3.8.2 Inconvénients des matériaux composites :**

- Les coûts des matières premières et des procédés de fabrication.
  - Sensibilité aux agents atmosphériques (eau, rayons UV, humidité, température...).
  - Difficulté à réparer.
  - Matériaux très sensibles à la chaleur.
  - L'augmentation des déchets qui en résultent et difficulté d'élimination ou de recyclage.
- [80,81].

## Chapitre I : Etat de l'art

---

### Références bibliographiques :

- [1] O. ZAROURI « Traitements de la charge et analyse des problèmes associés à l'hydrogène au niveau de l'unité CP2K », mémoire de master ,2017.
- [2] BOUTERFA meriem, « Étude De La Détermination Du Paramètre interaction Entre Deux Polymères Par Voie Mécanique Effet Du Comptabilisant Sur Ce Paramètre », Mémoire de Master, Université Ferhat Abbas Sétif, (2011).
- [3] METHIA AKLI, Mr. REZZOUG MOHAMED AMINE, « Étude De La Diffusion De L'irganox Dans un Polymère Recyclé à Base De PEHD », Mémoire de Master, Université de Bejaia, (2017).
- [4] BALASKA, MOREREB, KASMI « Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base de polyéthylène haute densité (PEHD) et fibre végétale (poudre coquilles de noix) PEHD/PCN » Mémoire de master, université 20 août 1955 SKIKDA, 2023.
- [5] IDIR ibtisssem et BOUCHERGUINE amazigh « préparation et caractérisation des composites à base d'un renfort végétal méditerranéen», mémoire master, université Abderrahmane Mira-Bejaia,2019.
- [6] S. SADOON, « Contribution à L'étude Expérimentale D'un Polyéthylène à Haute Densité (PEHD)- Effet De La Température et De La Vitesse De Déformation » Mémoire de Master, Université d'Annaba, (2007).
- [7] GRIRA zineb et GRICHI amira, « Elaboration et caractérisation des composites à matrice polyéthylène renforcés par des fibres de noix»,mémoire de master, Université Mohamed Khider de Biskra, 2022.
- [8] OU, GHRIB, « Elaboration et caractérisation des composites de polyéthylène/fibres de liège », Mémoire de master, Université Mohamed Khider, Biskra, 2021.
- [9] chapitre 2 polymères et polyoléfines,mémoire .
- [10] AYACHI wiamdjamila, NAKOUBismahane, BOUCHALA yasser ,« Développement de nouveaux composites hybride renforcées par des fibres de bois et de son de blé », mémoiremaster,université 20 aout 1955 ,SKIKDA , 2023.
- [11] J-P.Trtignon, J.Verdu, A.Dobraczynski & M.Piperaud, Livre De Matières Plastiques, ensam, paris, 1997.
- [12] DOSSOGANE Reynald «polyéthylène haute densité PE-HD», techniques de l'ingénieur, traité plastiques et composites, A3315.
- [13] BENAKLI imene. HAMANI fazia, « Etude des biocomposites à base de polymère biosourcé PHBV et fibres Alfa », Mémoire de Master, Université de Bejaia, (2016).

## Chapitre I : Etat de l'art

---

- [14] KOUAHLIA Ilyes, « Conception, Élaboration et Caractérisation d'un nouveau Bio composite à Renfort Végétal », Université de Skikda, (2018).
- [15] M. CARREGA, COLL, « Matériaux Polymères, 2eme édition. Dunod », Paris, (2007).
- [16] Clément Gourier, Contribution à L'étude de Matériaux Biocomposites à Matrice Thermoplastique Polyamide-11 et Renforcés Par des Fibres de Lin », Thèse de Doctorat, Université de Bretagne Sud Institut de Recherche Dupuy de Lôme, 13 octobre 2016.
- [17] M. Dalour « The Improvement of Interfacial Bonding, Weathering and Recycling of Wood Fibre Reinforced Polypropylene Composites », Thèse de doctorat, University of Waikato, Hamilton, New Zealand, 2007.
- [18] B. Kurek, «Les fibres naturelles: originalités, propriétés, qualités et défauts." in Journée technique "matériaux" renforcés fibres naturelles et matériaux issus de ressources renouvelables, appliqués en plasturgie, »Pôle européen de plasturgie, Bellignat, France, 2006
- [19] SIHAMDI nouha « Valorisation de grignon d'olive comme support pour la production de métabolites d'intérêt par des isolats microbiens », mémoire de master, université des frères mentouri, Constantine ,2020 .
- [20] K. Charlet, C. Morvan, J. Bréard, J-P. Jernot, M. Gomina. « Etude morphologique d'un composite naturel, la fibre de lin », Revue des Composites et Matériaux Avancés, 3, 309-344 (2006).
- [21] F. Michaud, « Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : aptitude au post formage ». Université Laval, 2003
- [22] G. Aliprandi, « Matériaux réfractaires et céramiques techniques ». Édition SEPTIMA, Paris, France, pp. 489-519, 1989
- [23] A.K. Bledzki, J. Gassan, «Composites reinforced with cellulose based fibres», Progress in Polymer Science. 24 , pp 221–274, 1999.
- [24] M.J John, R.D. Anandjiwala, «Developments in Chemical Modification and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Composites », Polymer composites, 187-207.(2008).
- [25] L.Y. Mwaikambo, «Review of the history, properties and application of plant fibres», African Journal of Science and Technology (AJST), vol. 7, pp. 120 - 133, 06.
- [26] M. R. Moha Taourirte, Nathalie Issartel, Henry Sautereau, and N. S. Jean-François Gérard «Short palm tree fibers – Thermoset matrices composites », Composites: Part A, vol. 37, pp. 1413-1422, 2006.

## Chapitre I : Etat de l'art

---

- [27] A. Chehema and H. Longo, «Valorisation des Sous-Produits du Palmier Dattier en Vue de leur Utilisation en Alimentation du Bétail, » Rev. Energ. Ren. : Production et Valorisation – Biomasse, pp. 59-64, 2001.
- [28] J.M. Béguin, G. Rotman, A. Bentolila, and B. Baroin, « Les matériaux composites. Dynamisme et innovation ». Ministère de l'Economie, des Finances et de l'industrie, 2002
- [29] A. Laichaoui, « Analyse expérimentale du comportement des poutres en béton armé renforcées par matériaux composites »,Mémoire de magister : Génie Civil : Alger, Ecole Nationale Polytechnique, 2006.
- [30] R. Harry, « Les matériaux composites ». Laboratoire de Génie Mécanique, Toulouse : France, 2009. CHAPITRE I Généralité sur les matériaux composites
- [31] AUGIER, L, « Etude de l'élaboration de matériaux composites PVC/bois à partir de déchets de menuiserie : formulation, caractérisation, durabilité et recyclabilité », Thèse doctorat de l'institut National Polytechnique de Toulouse. Toulouse, p17 (2007).
- [32] E. Jao Jules, « Couplages entre propriétés thermiques, réactivité chimique et viscosité des matériaux composites thermosensibles en relation avec les conditions de leur élaboration fondée sur l'hystérésis diélectrique ». Thèse de Doctorat, L'école nationale supérieure d'arts et métiers Paris Tech, 2001.
- [33] GAAGIA Djamel Eddine «Elaboration and characterization of Bio-composites reinforced with Washingtonia Filifera vegetable fibers »,these de doctorat ,universitéKasdiMerbah ,ouargla,2022.
- [34] V. V.Do Thi, « Matériaux composites à fibres naturelles/polymère biodégradables ou non ». Thèse, Université de Grenoble ; Université des Sciences Naturelles d'Ho Chi Minh Ville, 2011.
- [35] T. SURINI, « Analyse Dynamique de la Biodégradation du Bois et de Composites à Base de Bois et Fibres Végétales ». Thèse de Doctorat, Université Bordeaux 1, 2009.
- [36] TALAL. B, «Utilisation d'une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique de composites Bois/Plastiques WPC », Thèse de doctorat, l'université de Pau et des pays de l'Adour, (2011).
- [37] JEBRANE. M, « Fonctionnalisation chimique du Bois par transesterification des ester d'enol », Thèse de doctorat : Ecole Doctorale des Sciences Chimique, BORDEAUX 1, (2009).
- [38] E.A.Gutiérrez; «Influence de facteurs abiotiques sur la régulation des paramètres microbiens impliqués dans la dégradation de la matière organique d'une litière forestière

## Chapitre I : Etat de l'art

---

méditerranéenne », Thèse de doctorat, Faculté des Sciences et Techniques, L'université Paul Cezanne, 2007.

[39] A.Y. Nenonene, « Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bio adhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage ». Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, Sciences des Agro ressources, 2009.

[40] D.Sedan, « Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment : influence sur les propriétés mécaniques du composite ». Thèse de Doctorat, Université de Limoges, 2007.

[41] D.E. AIZI, « Extraction, caractérisation morphologique, physico-chimique et mécanique des fibres caulinaires de *Retama monosperma* L.Boiss ». Thèse de Doctorat. Université des Sciences et de la Technologie d'Oran Mohamed Boudiaf, 2016.

[42] J. LUYCKX, "Fibres de carbone," Techniques de l'Ingénieur, vol. A2210.

[43] R. Harrache « élaboration et caractérisations des composites à matrice polymère et à renforts végétal et nanométrique lamellaire » Mémoire Magister, Université Ferhat Abbas Sétif-1- 2015.

[44] <https://fr.wikipedia.org>.

[45] M. Maache, A. Bezazi, S. Amroune, F. Scarpa, A. Dufresne, Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Juncus effusus* L, Carbohydr. Polym. 171 (2017) 163–172.

[46] RAFAI Oumaima « Extraction et caractérisation des biomolécules à partir des fruits de *washingtonia robusta* », mémoire ,université de Biskra.

[47] [https://www.picturethisai.com/fr/wiki/Washingtonia\\_filifera.html](https://www.picturethisai.com/fr/wiki/Washingtonia_filifera.html).

[48] BOUHEMAME Nasser « étude des martiaux composites à matrice polymère chargée par des fibres de palmier dattier ». Thèse de Doctorat, Université KASDI MERBAH OUARGLA, 2021.

[49] FERHAT Imed Eddine « Effet du type de fibres sur les propriétés de l'adobe ». Mémoire de Master, Université Mohamed khider –Biskra, 2020.

[50] <https://chat.openai.com/> actualisé le 15 avril 2024.

[51] P.E, BOURBAN, L, CARLSSON, J.A, MANSON, J.P, MERCIER, « Matériaux Composites A Matrice Organique : Constituants, Procédés, Propriétés, Traité des Matériaux », 15, 2004

[52] BAHLOULI, Safieddine, BELAADI Ahmed, MAKHLOUF Azzedine, *et al.* «Effect of fiber loading on thermal properties of cellulosic *Washingtonia* Reinforced HDPE biocomposites». *Polymers*, 2023, vol. 15, no 13, p. 2910.

## Chapitre I : Etat de l'art

---

- [53] AZUM, Naved, JAWAID, Mohammad, KIAN, Lau Kia, *et al* «Extraction of microcrystalline cellulose from Washingtonia fibre and its characterization»*Polymers*, 2021, vol. 13, no 18, p. 3030.
- [54] Identification | Les Palmiers du Pays Vençois <https://palmiersvence.org/identification-2/>
- [55] M. Rokbi, H. Osmani, A. Imad; «Effect of chemical treatment on flexure properties of natural fiber reinforced polyester composite»; *Procedia Eng*, 10: 2092–2097 (2011).
- [56] S.GASMI, ChBELGUENDOZ, « Elaboration et caractérisation d'un matériau composite renforcé par les fibres de paille de blé, Thèse de Master », UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA 2019.
- [57] Berthelot, « Mécanique des matériaux et structures composites », imprimé en France par Jean Marie Berthelot. Les clousures, Chemin des Horst 05290 Vallouise, Septembre 2013.
- [58] SHEN, ZHENGYAN, DISS, « Élaboration, caractérisation et nouvelle architecture de matériaux composites Al/plaquettes de carbone pour des applications thermiques », Université de Bordeaux, (2020).
- [59] BENOÎT ringuette, « Matériaux composites à base de fibres de chanvre », (2011).
- [60] GAY daniel , « Matériaux composites », 5eme édition, Lavoisier, (2005).
- [61] PUTUN Nersan, BASAK BURCU UZUN, AYSE EREN PUTUN, « Composition of products obtained via fast pyrolysis of olive-oil residue. Effect of pyrolysis temperature », *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 79, 147-153, (2007).
- [62] BERKOUS Radja ,SOUFI Sofia«Elaboration et Caractérisation d'un Biocomposite à Base de PEHD Recyclé et de la Fibre de Lin» Université 8mai 1945 Guelma.
- [63] A. Mokhtar, « Modélisation du comportement et de l'endommagement des composites à matrice thermoplastique ». Thèse de Doctorat en Génie Mécanique, Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, 2016.
- [64] MOKHTARI AHCENE, « Modélisation du comportement et de l'endommagement des composites à matrice thermoplastique », Thèse de doctorat, Université de Tizi-Ouzou, (2016).
- [65] DANIEL GAY, « Matériaux Composites 4ème Edition », Hermès, (2009).
- [66] Aribi.C, « Étude comparative du comportement des différents matériaux composites (Différentes matrices) ». Mémoire de magister, Université de M'hamed Bouguera, Boumerdès. Algérie .
- [67] BERTHELOT. J.M, « Matériaux composites », Édition TEC et DOC, Paris, (1999).
- [68] LIONEL GENDRE, « Matériaux composites et structures composites », (2011).

## Chapitre I : Etat de l'art

---

- [69] DUTT.M.K, « Investigations on dynamic properties of polymerbased composites », (2012).
- [70] PETERS. S.T, « Handbook of composites: Springer Science & Business Media », (2013).
- [71] <https://chat.openai.com/?model=text-davinci-002-render-sha> 03/03/2023.
- [72] T, SURINI, Analyse Dynamique de la Biodégradation du Bois.
- [73] A. AL-Maghribi, « Comportement des matériaux composites à fibres courtes : applications à l'impact basse vitesse ». Thèse de doctorat, l'université Paul Sabatier, 2008.
- [74] C.Klason, J.Kubat, H.Strömvall, « The efficiency of cellulosic fillers in commonthermoplastics Part 1 Fillingwithout processings aids or coupling agents », Inter. J. Polymeric Mater, 10, p. 159-187 (1984).
- [75] M. RAGOUBI, « Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne », thèse, Université Henri Poincaré Nancy 1 (2010).
- [76] C.P.L. Chow, X.S. Xing et R.K.Y. Li, « Moisture absorption studies of sisal fibre reinforced polypropylene composites », Composites Science and Technology, Vol. 67, pp. 306-313 (2007).
- [77] Soucy J, « Potentiel d'utilisation des fibres de papier dans la conception de composites bois polymères par une technologie d'extrusion », Thèse de Maîtrise en Ingénierie, Université du Québec, Canada (2007).
- [78] M. Nardin, « Interfaces fibre-matrice dans les matériaux composites », Revue de composites et des matériaux avancés, Lavoisier, Vol. 16, pp. 49-62 (2006).
- [79] Mishra, S, et al, «Graftcopolymerization of acrylonitrile on chemicallymodified sisal fibers. Macromolecular materials and engineering», 2001. 286(2): p. 107-113.
- [80] M .Mrazova, « Advanced composite materials of the future in aerospace industry ». Incas Bulletin, Vol.05, 2013.
- [81] P. Thori, P. Sharma, M. Bhargava, « An approach of composite materials in industrial Machinery: advantages, disadvantage and application ». International Journal of Researchin Engineering and Technology, Vol.02, 2013.

A decorative border consisting of a black line with intricate scrollwork and floral patterns, framing the central text.

Chapitre II :  
« Présentation du  
complexe CP2K »

## **Chapitre II : Présentation du complexe CP2K**

---

### **I.1 Introduction :**

Ce chapitre a pour but de présenter le complexe CP2K, l'organisation et le découpage du complexe ainsi que les tâches relevant de chaque département seront aussi présentées. Enfin, nous terminerons par la présentation de la gamme des grades PEHD produits par CP2K ainsi que la production annuelle des quatre dernières années.

### **II.2 Historique :**

Le projet POLYMED, qui consistait à diversifier les produits pétrochimiques, a été initié en 1988 par ENIP et REPSOL dans le cadre d'un partenariat international visant à développer la stratégie de l'ENIP. Le projet a été confirmé en 1989, et un protocole d'accord a été signé en 1990 entre ENIP et REPSOL pour créer une société d'économie mixte algéro-espagnole, POLYMED, avec une participation respective de 64%, 13% et 23% pour ENIP, BAD et REPSOL QUIMICA.

- En 2002, la construction de l'usine a été achevée, et une restructuration financière de POLYMED a été signée au niveau de la chefferie du gouvernement.
- Le 15 juin 2003, un conseil interministériel a examiné le dossier de POLYMED et a approuvé son plan de restructuration financière.
- Le 16 janvier 2004, le financement de SONATRACH a été libéré pour le reste à réaliser, et l'usine de POLYMED a été mise en service.
- En janvier 2011, ENIP a été réintégré à 100% dans le groupe SONATRACH sous forme d'une division pétrochimique (PEC), et l'usine de POLYMED a été renommée CP2K, c'est-à-dire Complexe Pétrochimique 2 de SKIKDA.
- En 2016, dans le cadre de la restructuration du groupe SONATRACH, la DCG/PEC a été placée sous la direction de LRP (Liquéfaction Raffinage et Pétrochimie)[1].

### **II.3 Présentation de l'unité CP2K :**

#### **II.3.1 Implantation de CP2K :**

Le complexe CP2K est implanté à l'intérieure de la zone industrielle de Skikda, d'une superficie de 166800 m<sup>2</sup> (16, 68 hectares) dont 10% bâtis.

L'unité de production du polyéthylène haute densité (PEHD) se trouve sur la côte à 06 km à l'Est du chef-lieu de la wilaya de Skikda et à une hauteur moyenne d'environ 06 m au-dessus de la mer.

La position géographique est limitée comme suit :

## Chapitre II : Présentation du complexe CP2K

- **Au Nord** : la mer Méditerranée.
- **Au sud** : la route principale de la zone industrielle.
- **A l'Est** : la FIR (force d'intervention et de réserve).
- **A l'Ouest** : CP1K (complexe matière plastique).



**Figure II.1:** Position géographique du complexe CP2K [2].

### II.3.2 Description de l'usine :

Le projet PEHD a pour objet la réalisation d'une unité de production du polyéthylène haute densité d'une capacité de 130000 t/an.

Les matières premières utilisées sont :

- L'éthylène venant du CPIK situé à proximité.
- Isobutane venant du GLIK située également à proximité.

Le complexe est conçu pour la fabrication du polyéthylène haute densité PEHD, il est destiné à l'approvisionnement de l'industrie nationale de transformation des matières plastiques et à l'exportation pour ce qui est de l'excédent.

La clientèle nationale est constituée de diverses entreprises publiques telles que : le ENPC, le ENCG, et aussi les entreprises de transformation du secteur privé, notamment les différentes applications qui sont : films agricoles, filets de pêche, sacherie, articles de ménage et emballage...etc.[2].

### II.3.3 Découpage du complexe :

## Chapitre II : Présentation du complexe CP2K

---

Le complexe est composé de 04 zones importantes qui sont :

**a) Zone d'off site :**

Torche.

Stockage isobutane et hexane.

Traitement des eaux usées.

Activation catalyseur.

**b) Zone humide :**

Traiteurs.

Réacteurs.

Compresseurs.

Capacités.

**c) Zone sèche :**

Extrudeuse.

Soufflantes.

Silos de stockage produits finis (poudre et granulé).

Ensachage.

**d) Zone bâtiment :**

Bloc ADM et finance.

Cantine et vestiaires.

Bloc sécurité infirmerie.

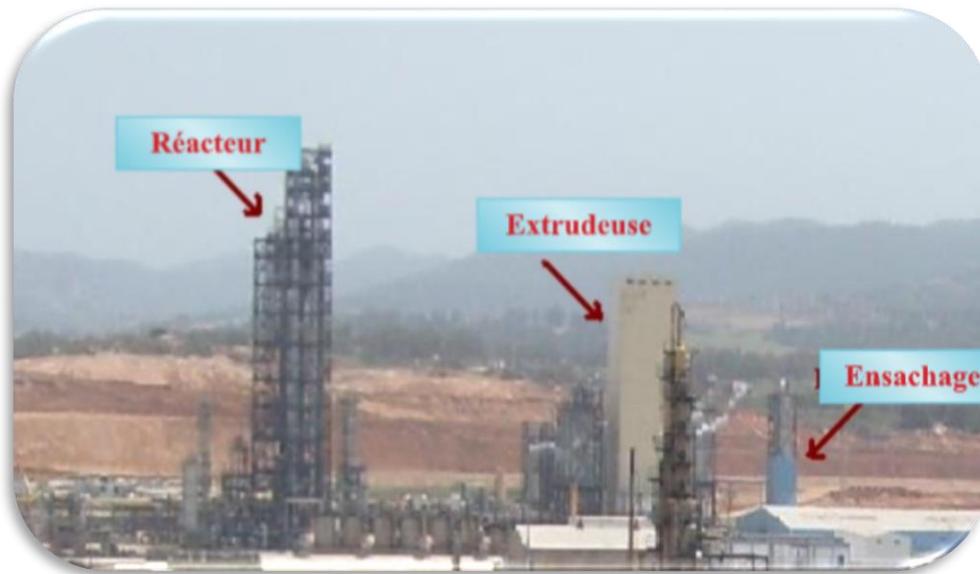
Magasin pièces de rechange, ateliers et bloc technique.

Sous stations haute et basse tension.

Salle de contrôle processus et laboratoire.

## Chapitre II : Présentation du complexe CP2K

### II.3 .4 Installations principales de l'usine :



**Figure II.2:** Photo représente les principales installations de l'unité CP2K.

- Unité de préparation et de traitement des matières premières ;
- Réacteur où se déroulent la polymérisation et l'obtention du PEHD en poudre ;
- Extrudeuse qui transforme la poudre en granulés ;
- Stockage intermédiaire (Capacité 3500 Tonnes) ;
- Unité de conditionnement.

#### II.3.4 .1 Installations auxiliaires :

- Production de vapeur, électricité, air compression d'azote, etc....
- Traitement des effluents
- Stockage matières premières, utilités et additifs (Eau, Hydrogène, Hexane, isobutane)
- Magasin de stockage de produits finis d'une superficie de 18 000 m<sup>2</sup> soit une capacité de 12 000 tonnes [2].

# Chapitre II : Présentation du complexe CP2K

## II.3.5 Organigramme de POLYMED(CP2K) :

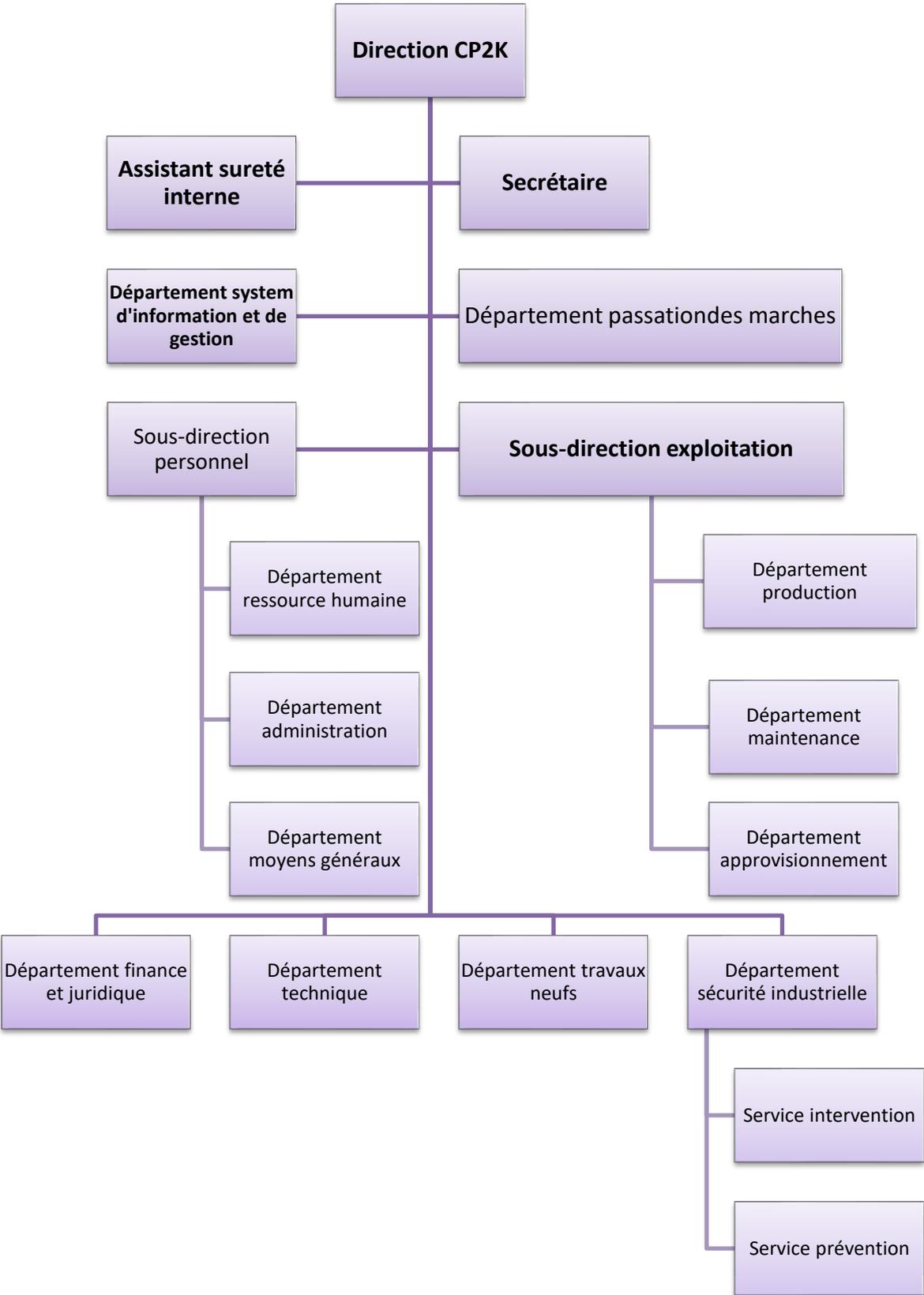


Figure II.3: Organigramme du complexe CP2K.

## Chapitre II : Présentation du complexe CP2K

---

### II.4 Fonctionnement du Procédé PHILIPS :

L'usine CP2K dispose de deux procédés de production différents, le procédé Phillips et le procédé Ziegler, qui sont tous deux installés dans la même unité. Cependant, depuis son lancement initial, l'usine n'a utilisé que le procédé Phillips en raison de la différence de coût entre les catalyseurs utilisés dans les deux procédés. Le catalyseur utilisé dans le procédé Ziegler est considéré comme plus coûteux que celui utilisé dans le procédé Phillips, ce qui a conduit l'usine à se concentrer uniquement sur l'utilisation de ce dernier.

Le procédé Phillips est basé sur l'emploi d'un catalyseur à l'oxyde de chrome hexavalent ( $\text{CrO}_3$ ) sur un support de silice et/ou d'alumine.

Le premier procédé Phillips consistait en une polymérisation en solution dans le cyclohexane. Il a été largement supplanté par le procédé particle-form beaucoup plus économique en énergie, dans lequel la réaction s'effectue en suspension dans un hydrocarbure liquide, généralement l'isobutane [3].

Ce procédé permet d'obtenir des polymères se situant dans une gamme d'indice de fluidité de 0,10 à 36 et une densité comprise entre 0,935 et 0,965 [4].

#### II.4.1. Les matières premières utilisées :

Le complexe utilise comme matières premières principales

- **Ethylène** : c'est le réactif principal en phase gazeuse ;
- **Isobutane** : il fait partie du milieu réactionnel, en phase gazeuse ;
- **Hexane** : son rôle est de régler la densité du polymère et l'indice de fluidité (MI : Melt Index). Il contribue aussi dans la flexibilité, résistance et cristallisation du polymère il est en phase gazeuse ;
- **Hydrogène** : c'est un modérateur de la chaîne ou bien régulateur de la longueur de la chaîne il se trouve en phase gazeuse avec de faibles quantités ;
- **Catalyseur** : il est à base de chrome (Cr). Son nom commercial est MAGNAPORE 963, il provient des USA [4].

#### II.4.2 Les conditions opératoires de la réaction de polymérisation :

Les deux conditions essentielles dans le réacteur sont [3] :

- **La température** : de 93 à 110°C, selon le grade à produire.
- **La pression** : de 42 à 44 bars, selon la fermeture ou l'ouverture des vannes de décharge.

## Chapitre II : Présentation du complexe CP2K

### II.4.3 Les étapes du procédé PHILIPS :

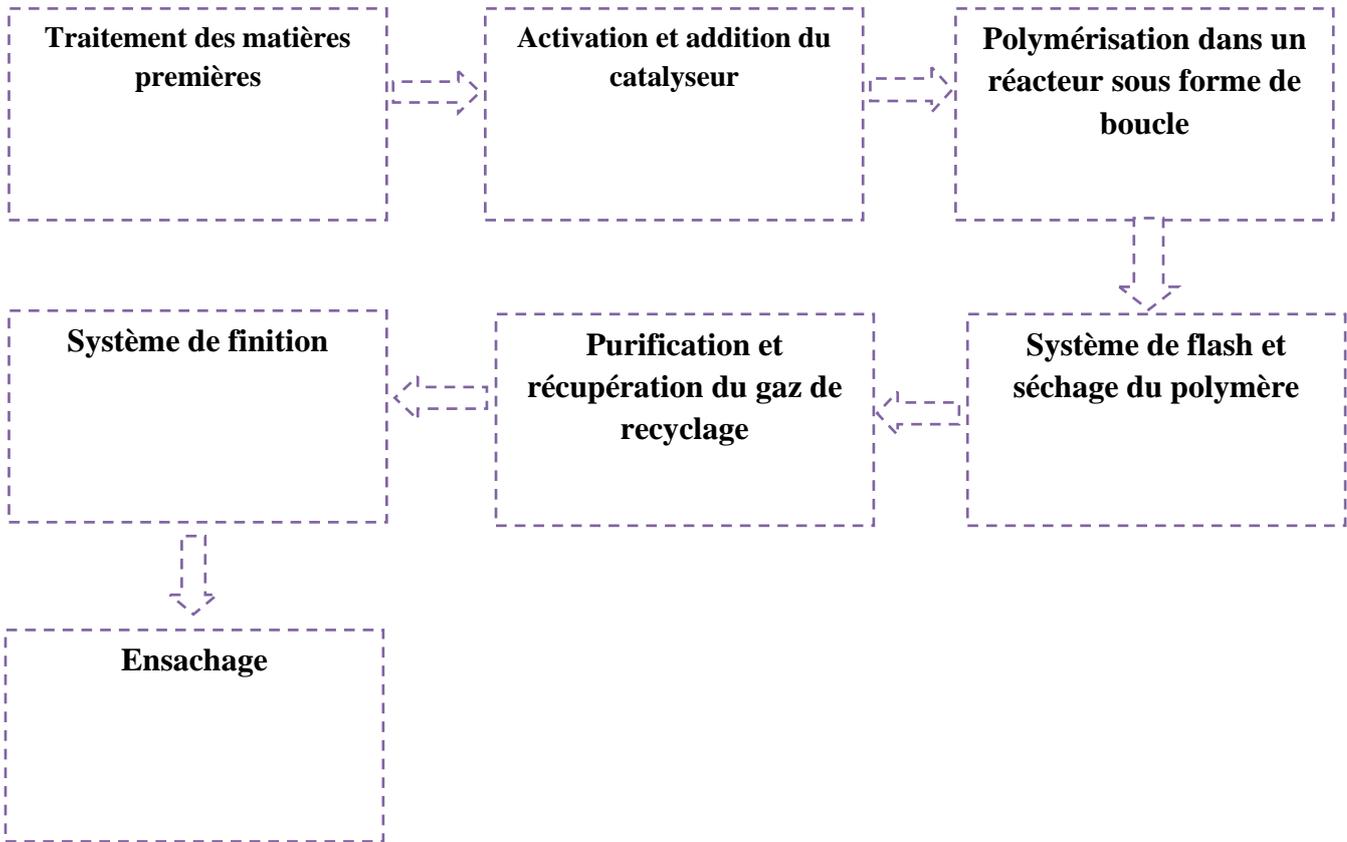


Figure II.4:Schéma représente les étapes du procédés Philips.

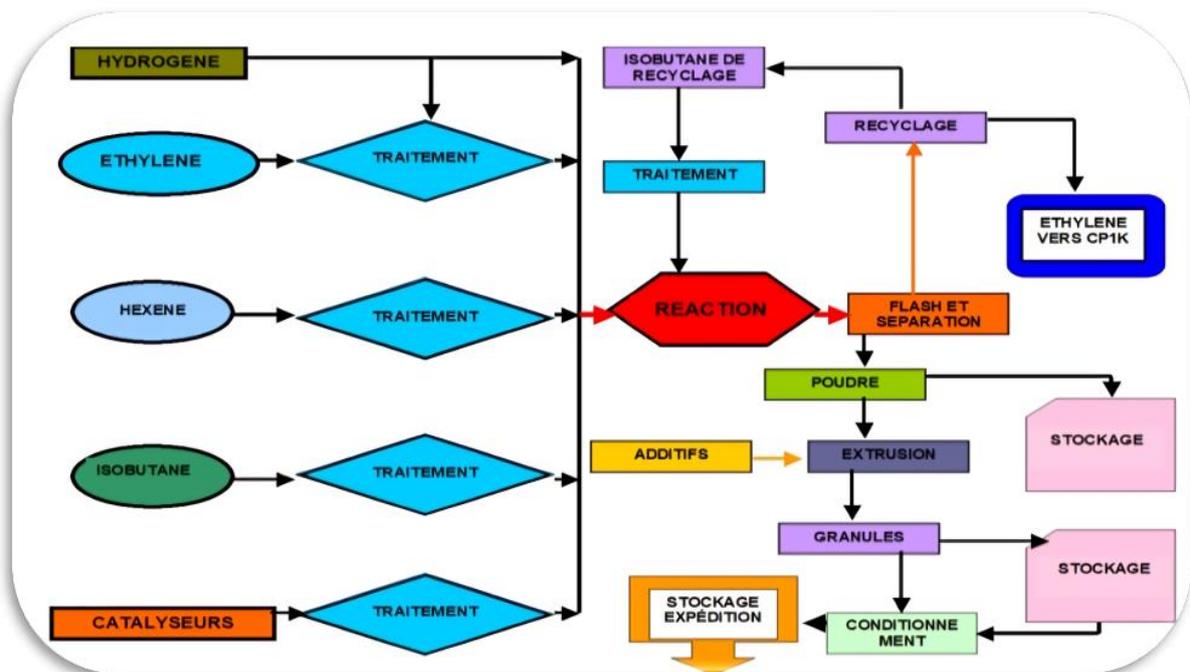


Figure II.5:Représente-le procédés Philips [2].

## Chapitre II : Présentation du complexe CP2K

### II.5 Les grades du PEHD (caractéristiques et applications) :

Etant donné que le PEHD trouve un bon nombre d'applications, comme la fabrication des pipes, des films plastiques pour différents usages, bouteilles, etc., des grades différents doivent être produits. Ainsi, le complexe CP2K propose toute une gamme de PEHD comportant neuf grades différents. Ces derniers sont caractérisés par leur indice de fluidité et leur densité, qui sont rapportés dans le tableau suivant :

**Tableau II.1** : Les différents grades du PEHD au niveau de CP2K et ses utilisations [3].

Grade	Indice de fluidité (Poudre/granulé)	La densité	L'utilisation
TR 402	0,11-0,19/0,08-0,14	0,9430-0,9460	PIPE : (Tube Eau).
TR 418	0,08-0,14	0,941-0,946	Tube Gaz
5502	0,55-0,70 /0,27-0,43	0,9530-0,9580	Soufflage : des bouteilles de petite et grande taille
TR140	0,33-0,48/0,20-0,36	0,9430-0,9480	FILM : Usage Général toute Sacherie
TR144	0,25-0,38/0,14-0,24	0,9420-0,9470	FILM : Usage Général toute Sacherie
6080	7,0-10,0/6,80-9,20	0,9590-0,9650	Injection : Palette, caisse, bidon, bouchon, casier, articles de ménage
6030	2,0-3,80/1,80-3,20	0,9590-0,9650	Injection : Palette, caisse, bidon, bouchon, casier, articles de ménage
6040	3,0-5,80/2,80-5,20	0,9590-0,9650	Injection : Palette, caisse, bidon, Bouchon,casier, articles de Ménage

### II.6 Production du CP2K :

La production du PEHD au niveau de CP2K des 8 dernières années est présentée dans le tableau ci-dessous :

**Tableau II.2** : Production du CP2K 2016-2023.

## Chapitre II : Présentation du complexe CP2K

---

Années	2016	2017	2018	2019	2020	2021	2022	2023
<b>Production de PEHD (Tonne)</b>	15101	0	1700	13762	2889.413	22709.416	3178.653	17031.985

\*Nous avons élaboré notre Bio-composite à base de PEHD et de *Washingtonia filifera* dans le laboratoire de CP2K, en suivant plusieurs étapes essentielles qui sont détaillées dans le chapitre trois.

Ensuite, nous avons effectué diverses analyses pour évaluer les propriétés du Bio-composite. Parmi les analyses physiques, nous avons mesuré la densité. Pour les analyses mécaniques, nous avons déterminé la résistance au choc Izod et la dureté Shore D. Enfin, nous avons réalisé une analyse rhéologique en mesurant l'indice de fluidité.

## Chapitre II : Présentation du complexe CP2K

---

### Références bibliographiques :

[1]H. ALIDRA et L. BELOUAHED, INFLUENCE DES ADDITIFS (NOIR DE CARBONE) SUR LA QUALITE DU POLYETHYLENE HAUTE DENSITE, Ecole IAP-Boumerdes, promotion : 2015-2017, page 02-06.

[2] BALASKA, MOREREB, KASMI « Elaboration et cratérisation d'un matériau composite à base de polyéthylène haute densité (PEHD) et fibre végétale (poudre coquilles de noix) PEHD/PCN » Mémoire de master, UNIVERSITÉ 20 AOÛT 1955 SKIKDA, 2023.

[3] Activités Raffinage, Pétrochimie Division Exploitation Pétrochimie Complexe CP2K Skikda, Présentation CP2K. Avril 2021.

[4]BERKOUS Radja et SOUFI Sofia, Elaboration et Caractérisation d'un Bio-composite à Base de PEHD Recyclé et de la Fibre de Lin, Université 8mai 1945 Guelma, juillet 2019, page 32-35.

A decorative border consisting of black scrollwork and flourishes, framing the central text. The border is composed of repeating patterns of loops and swirls, creating an ornate rectangular frame.

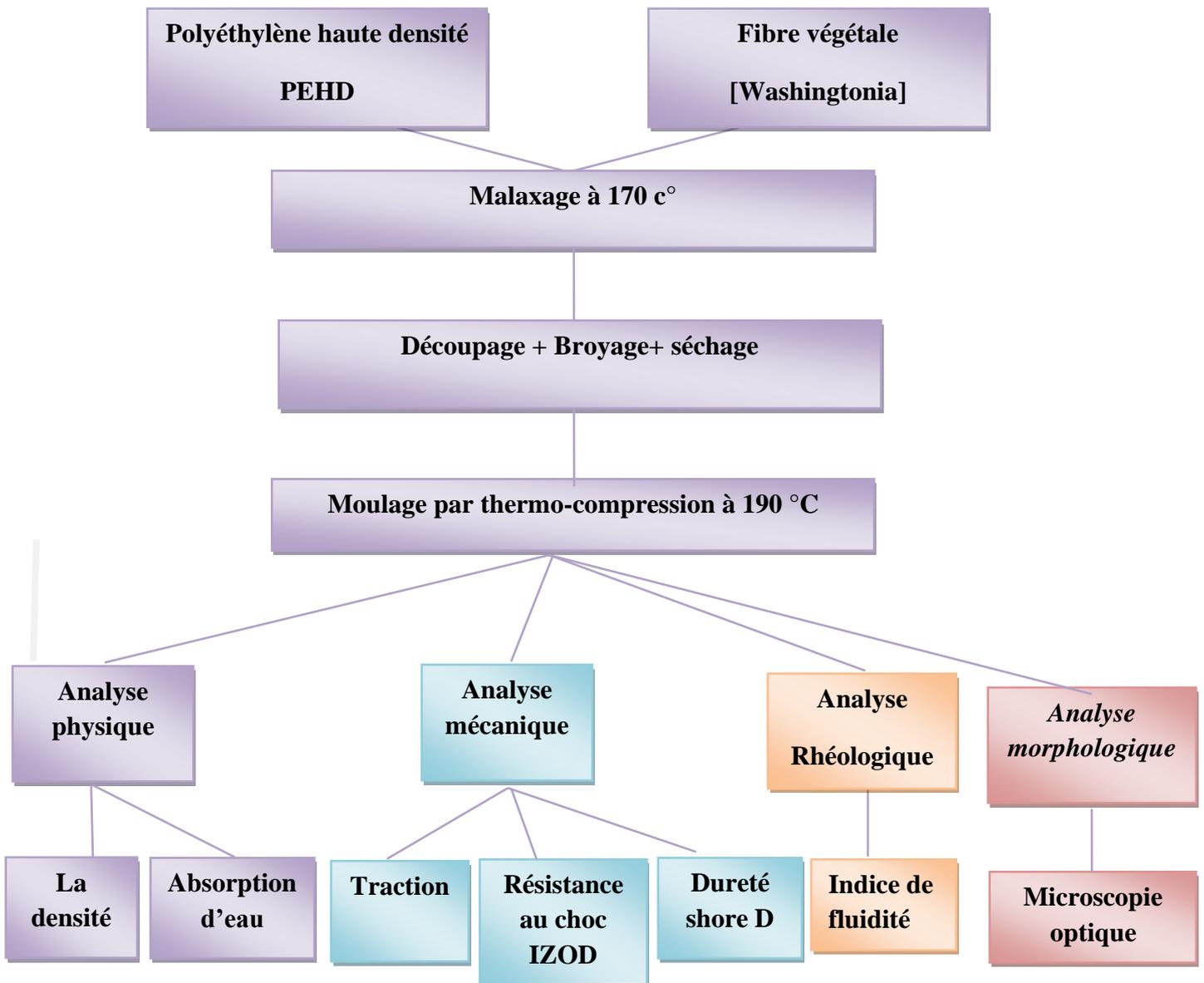
# Chapitre III : Matériaux et Méthodes utilisés

## Chapitre III : Matériaux et Méthodes utilisés

### III.1 Introduction:

Cette partie décrit les différents matériaux et les techniques utilisées pour la caractérisation physique, mécanique, rhéologique, et morphologique du matériau Bio-composite élaboré.

Les étapes de ce travail sont résumées dans l'organigramme suivant :



**Figure III.1:** Les différentes étapes d'élaboration et caractérisations de matériau Bio-composite PEHD/WF.

## Chapitre III : Matériaux et Méthodes utilisés

### III.2 Matériaux et Méthodes utilisés:

#### III.2.1 La Matrice:

##### III.2.1.1 Polyéthylène haute densité (PEHD):

- Dans notre étude, nous avons utilisé du polyéthylène haute densité (PEHD) de couleur blanche, représenté sous la forme d'une poudre, comme illustré dans la Figure III.2. Ce PEHD a été synthétisé au niveau du complexe POLYMED (CP2K) de Skikda et commercialisé sous le grade 5502.



**Figure III. 2 :** Polyéthylène haute densité (5502) sous forme de poudre.

##### III.2.1.2 Les caractéristiques du polyéthylène haute densité:

- Ces caractéristiques sont résumées dans le tableau ci-dessous :

**Table III.1: les caractéristiques de polyéthylène haute densité (5502).**

Propriétés	Méthode	Unité	Valeur
Indice de fluidité	ASTM D1238	g\10 min	0,27-0,43
Densité	ASTM D1505	g\cm <sup>3</sup>	0,9540-0,9580
Résistance à la traction	ASTM D638	MPA	20-30
Module de flexion	ASTM D790	MPA	1000-1500
Conductivité thermique	ASTM D5930	W\mk	0,38-0,58
Température de transition vitreuse Tg	-	C	-125
Température de fusion Tf	-	C	135
Elongation à la rupture (50mm\min)	ASTM D683 (TYPEIV)	%	>600
Résistance à la fissuration sous contrainte (ESCR) F50	ASTM D	H	20
Dureté shore D	ASTM D2240	D Scale	67
Température de fragilité	-	C	<-76

## Chapitre III : Matériaux et Méthodes utilisés

---

### III.2.2 Charge utilisée:

#### III.2.2.1 Fibre de Washingtonia:

Dans cette étude, la charge utilisée consiste en des fibres de Washingtonia. Les fibres de Washingtonia sont typiques des palmiers de l'espèce Washingtonia Filifera.



**Figure III.3:** Washingtonia.

#### III.2.2.2 Les étapes de préparation des fibres de washingtonia:

La préparation des fibres de Washingtonia comprend plusieurs étapes.

Tout d'abord, les fibres sont extraites du Pétiole de Washingtonia et placées dans une casserole contenant de l'eau bouillante à 90°C, où elles sont laissées pendant 24 heures.

Ensuite, les fibres deviennent souples et flexibles, ce qui facilite leur séparation les unes des autres. Elles sont purifiées pendant ce processus pour se débarrasser de toute accumulation ou impureté sur leur surface, afin de devenir propres et exemptes de saletés ou d'autres impuretés.

Après l'extraction, les fibres sont soumises à un processus de séchage à l'aire libre pendant 24H pour éliminer l'humidité.

Enfin, nous avons coupé les fibres obtenues en petits morceaux d'une longueur comprise entre 2 et 3 mm pour obtenir des tailles homogènes.



**Figure III.4:** Les étapes de préparation des fibres de washingtonia.

### III.2.3 Matériau Bio-composite:

#### III.2.3.1 Préparation du Bio-composite:

La préparation du Bio-composite est une étape cruciale, où le processus et les paramètres de fabrication influencent les caractéristiques finales du produit. Notre méthode implique le mélange à l'aide d'un malaxeur à deux cylindres suivis du moulage par thermocompression. Dans cette étude, diverses formulations ont été élaborées en utilisant du polyéthylène haute densité comme matrice thermoplastique, renforcée par une charge végétale (fibres de washingtonia).

Les pourcentages du washingtonia utilisés sont respectivement : 10%, 15%, 20 %, 30%.

## Chapitre III : Matériaux et Méthodes utilisés

Tableau III. 2: Les différentes formulations du Bio-composite (PEHD/WF).

Formulations	Les pourcentages du Bio-composite	
	PEHD	Fibre de Washingtonia
M1	90%	10%
M2	85%	15%
M3	80%	20%
M4	70%	30%

Nous avons les pourcentages de chacun des composants PEHD-Fibre de Washingtonia, ainsi que la masse totale du mélange qui doit être de 150 grammes. Nous devons donc calculer la masse de chaque composant en utilisant la relation ternaire.

- $150\text{g} \rightarrow 100\%$        $\left. \begin{array}{l} \\ \\ \end{array} \right\} 15\text{g de fibre.}$   
 $X \rightarrow 10\%$
- 15g de fibre de washingtonia + 135g PEHD.
- $150\text{g} \rightarrow 100\%$        $\left. \begin{array}{l} \\ \\ \end{array} \right\} = 22,5\text{ g de fibre.}$   
 $X \rightarrow 15\%$
- 22,5 g de fibre de washingtonia + 127,5 g PEHD.
- $150\text{g} \rightarrow 100\%$        $\left. \begin{array}{l} \\ \\ \end{array} \right\} = 30\text{ g de fibre.}$   
 $X \rightarrow 20\%$
- 30 g de fibre de washingtonia + 120 g PEHD.
- $150\text{g} \rightarrow 100\%$        $\left. \begin{array}{l} \\ \\ \end{array} \right\} = 45\text{ g de fibre.}$   
 $X \rightarrow 30\%$
- 45 g de fibre de washingtonia + 105 g PEHD.



**Figure III.5:** Les quatre mélanges (PEHD +fibres de washingtonia).

### III.3 Malaxage:

#### III.3.1 Définition d'un malaxeur:

Un malaxeur thermocinétique est un appareil utilisé pour mélanger des matériaux tout en contrôlant simultanément la température du mélange. Il combine les fonctions de malaxage et de chauffage ou refroidissement pour obtenir un mélange homogène à une température spécifique. Ce type de malaxeur est souvent utilisé dans les industries chimiques, pharmaceutiques et alimentaires pour préparer des mélanges complexes nécessitant un contrôle précis de la température [1].

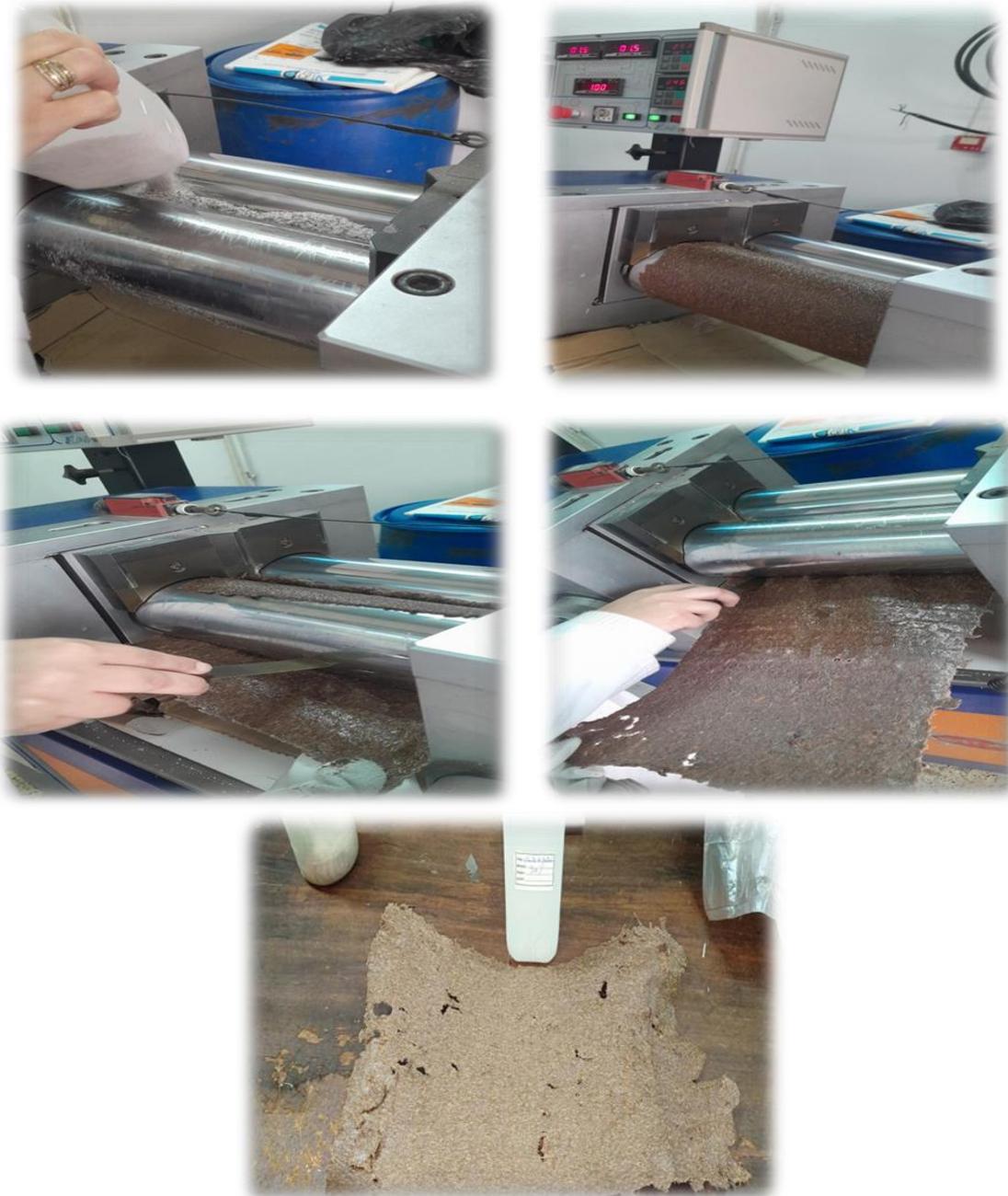
#### III.3.2 Mode opératoire:

Dans un malaxeur thermocinétique le mélange se réalise à 170°C en suivant ces étapes :

- Quand la température des deux cylindres atteint 170 °C, le mélange (PEHD + fibre de washingtonia) est versé entre les deux cylindres de marque IQAP LAP modèle RLS-110 à l'unité «CP2K».
- Ces cylindres à surface lisse et tournant en sens inverse à une vitesse de rotation de 32 tr\min.
- Après un temps de 10 à 12 min notre mélange fond et devient comme une plaque de pâte.
- Le mélange est périodiquement replacé entre les deux cylindres, une feuille collée sur celle-ci est extraite à l'aide d'un cutter.
- Enfin la feuille extraite est refroidie à l'air libre.

## Chapitre III : Matériaux et Méthodes utilisés

---



**Figure III.6 :** Les Opérations de malaxage par un mélangeur à deux cylindres.

## Chapitre III : Matériaux et Méthodes utilisés

### III.4 Découpage, broyage et séchage:

#### III.4.1 Découpage:

- ✓ Pour le découpage on a utilisé une découpeuse manuelle au niveau du laboratoire CP2K Skikda, Comme illustré dans la Figure III.7 ci-dessous.
- ✓ Après avoir enlevé les plaques et les avoir laissées séché dans l'aire libre pendant quelques minutes nous les avons découpées en rectangles longs à l'aide d'une découpeuse manuelle .Les rectangles obtenus sont présentés dans (la figure III.7).



**Figure III.7:** Le découpage des plaques avec une découpeuse manuelle.



**Figure III.8:** Les rectangles de bio-composite.

## Chapitre III : Matériaux et Méthodes utilisés

---

Enfin, les rectangles ont été coupés en petits morceaux (voire figure III.9) pour faciliter le processus de broyage.



**Figure III.9:** Le découpage des rectangles.

### III.4.2 Le broyage:

Le broyage des matériaux Bio-composites avant l'utilisation de la thermo compression a pour but de réduire la taille des particules et d'améliorer l'homogénéité du mélange. Ce processus facilite l'imprégnation des fibres par la matrice lors de la thermo compression, ce qui est essentiel pour la qualité du produit final. Le processus du broyage peut également améliorer l'adhésion interfaciale entre les fibres et la matrice, ce qui est important pour les propriétés mécaniques du Bio-composite. Dans notre travail, on a utilisé un robot pour broyer les petits morceaux de Bio-composite.



**Figure III.10:** le robot utilisé pour le broyage.



**Figure III.11:** Les quatre mélanges après broyage.

### III.4.3 Séchage:

Après l'étape de broyage des échantillons en petites particules ont été séché dans une étuve au niveau de laboratoire 4 département génie des procédés faculté de Skikda, pendant 12 heures à une température de 80°C.



**Figure III.12:** L'étuve.

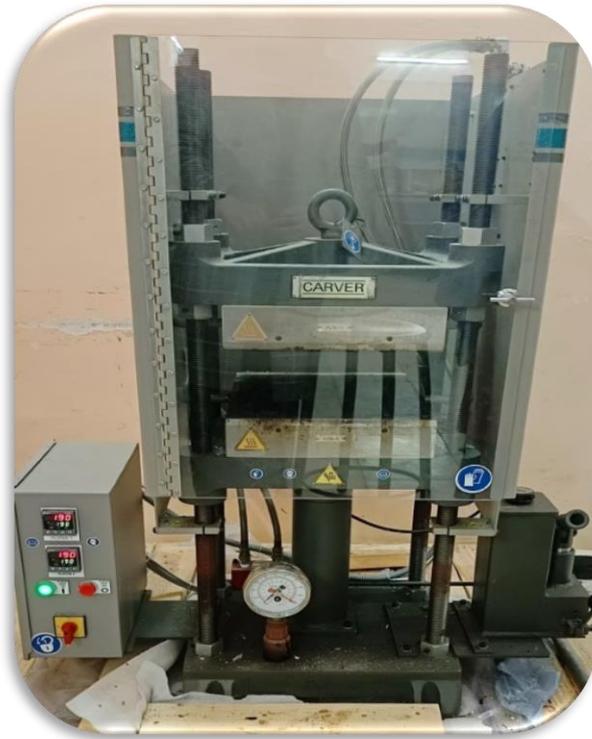
### III.5 La thermo- compression :

Cette méthode implique l'utilisation d'une presse hydraulique de thermo-compression à plateaux pour produire des éprouvettes de 3 mm d'épaisseur.

Le mélange de PEHD/Fibres de washingtonia est placé en excès dans un moule entre deux feuilles de téflon isolantes intercalées entre deux plaques métalliques d'une presse de marque CARVER (Figure III.13). La pression thermique est appliquée à 190 °C pendant 15 minutes,

## Chapitre III : Matériaux et Méthodes utilisés

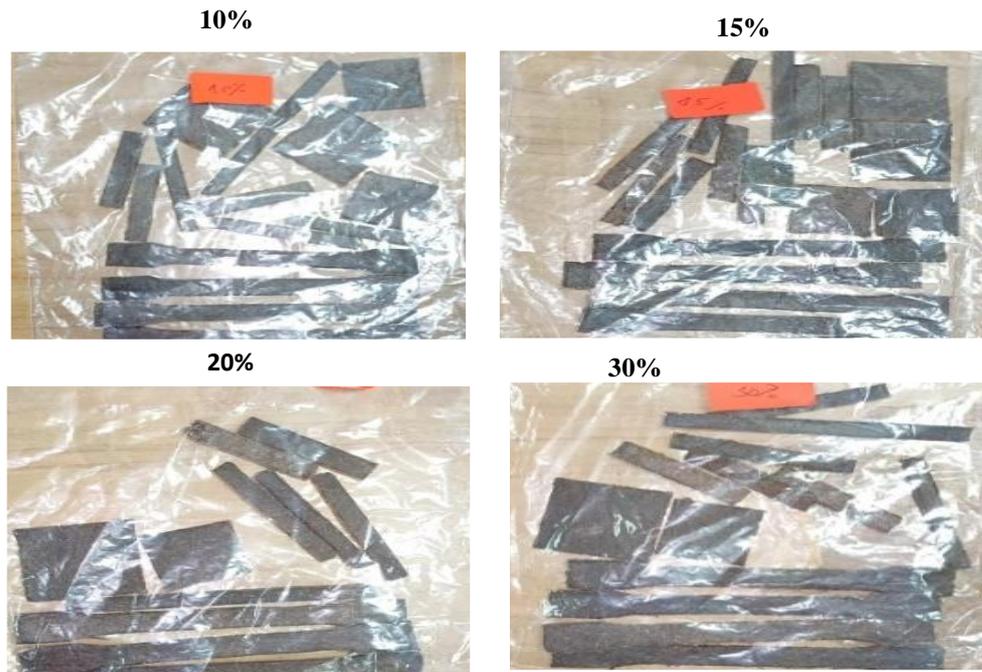
avec périodes de dégazage après 8 minutes. Cette procédure génère différentes éprouvettes adaptées à divers tests mécaniques, physiques et morphologiques.....



**Figure III.13:** La presse hydraulique.



**Figure III.14:** Quelques étapes de l'utilisation de la presse.



**Figure III.15:** les échantillons après la thermo- compression.

### III.6 Techniques de caractérisations des matériaux élaborés:

#### III.6.1 Analyses physiques:

##### III.6.1.1 La densité:

La densité est mesurée en utilisant la technique de la colonne à gradient de densité, qui consiste en un mélange de deux liquides miscibles : l'eau et l'éthanol, avec une composition variable de haut en bas de la colonne. Elle est définie comme le rapport de la masse volumique d'un corps à celle d'un corps de référence.

À une température de 23°C, cette mesure est réalisée à l'aide d'un équipement de marque CEAST de type 6001, conformément à la norme ASTM D-1505. Les échantillons à analyser peuvent être coupés sous n'importe quelle forme, mais doivent avoir des dimensions précises pour assurer une position optimale. Ils sont découpés à partir du centre de gravité d'un cercle, avec une épaisseur de 2 mm, moulés à l'aide d'une presse hydraulique, puis rincés à l'isopropanol avant d'être introduits dans la colonne. La mesure de leur hauteur permet de déterminer la densité moyenne sur trois essais [02].

Pour la détermination de la densité, on a utilisé la méthode pycnométrique, selon la norme NFT 51-063, exprimée par la relation :

$$d = \frac{\rho (M2 - M1)}{(M4 - M1) - (M3 - M2)}$$

## Chapitre III : Matériaux et Méthodes utilisés

Avec :

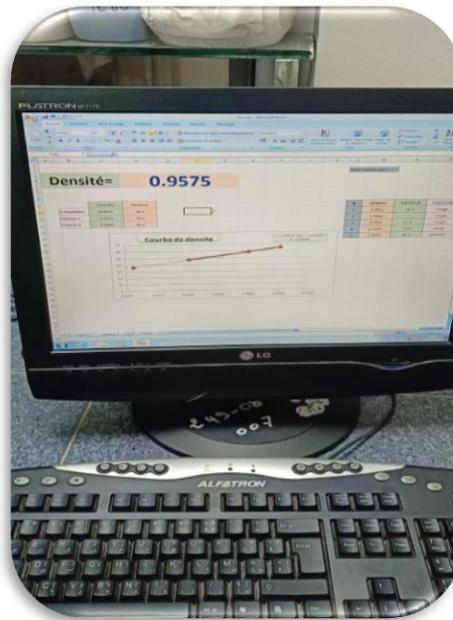
$\rho$  : Densité du liquide de déplacement.

**M1** : Poids du pycnomètre à vide.

**M2** : Poids du pycnomètre contenant la prise d'essai.

**M3** : Poids du pycnomètre contenant la prise d'essai et le liquide.

**M4** : Poids du pycnomètre contenant le liquide de déplacement.



**Figure III.16:** Dispositif utilisé pour déterminer la densité.

## Chapitre III : Matériaux et Méthodes utilisés

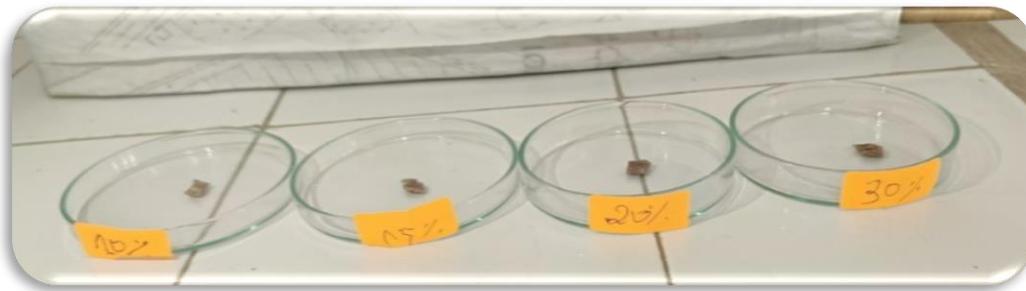
### III.6.1.2 Absorption d'eau:

Cet essai a pour but de déterminer le taux d'absorption d'eau par le matériau, qui est défini comme le rapport de l'augmentation de la masse de l'échantillon après imbibition par l'eau, à la masse sèche de l'échantillon.

Le test est réalisé dans le laboratoire de Département de Génie des procédés (Université de Guelma).

#### III.6.1.2.1 1 Protocole expérimentale:

On a pesé 1 gramme de chaque échantillon (10%, 15%, 20%, 30%) dans une balance analytique et le placer chacun dans une boîte de pétri, ensuite nous y entrons dans un étuve à 80 °C pendant 24 heures.



**Figure III.17:** Les échantillons avant l'immersion dans l'eau.



**Figure III.18:** Les échantillons dans une étuve à 80 °C.

Après séchage, les échantillons sont immergés dans un bécher avec de l'eau distillée à une température de laboratoire de 27°C.



**Figure III.19:** les échantillons immergés dans l'eau distillée.

Le pourcentage d'augmentation de leur poids a été mesuré toutes les 24 heures, ce qui représente le pourcentage d'eau qu'ils ont absorbé pendant cette période. Toutes les 24 heures, retirez l'échantillon de l'eau et séchez rapidement l'excès d'eau de surface après avoir retiré l'échantillon de l'eau et séchez rapidement l'excès d'eau de surface, en le pesant dans les 10 à 15 secondes pour éviter de grosses erreurs dues à l'évaporation.

La différence entre la masse après chaque immersion de 24 h et la masse initiale séchée à l'étuve, par rapport à la masse initiale séchée à l'étuve a permis de déterminer l'absorption d'eau du composite pour jour-là. Cette valeur a été prise pendant 30 jours pour voir la tendance de l'absorption d'eau dans les composites [3]. Les échantillons prélevés sont pesés et la variation de masse est donnée par la formule suivante :

$$\Delta m(\%) = \frac{m - m_0}{m_0} * 100$$

Avec :

$m_0$  : La masse des échantillons avant immersion.

$m$  : La masse des échantillons après immersion.

### III.6.2 Analyse mécanique:

#### III.6.2.1 Essai de traction :

Les propriétés mécaniques d'un matériau sont généralement déterminées à partir de forces extérieures qu'on applique sur le matériau. Ces propriétés dépendent de la température d'utilisation, de l'état de surface, des conditions d'applications et de la vitesse de déformation.

Elles sont déterminées, avec un intervalle de précision, au moyen d'essais normalisés. L'essai en traction simple est un essai très répandu pour la caractérisation des matériaux.

Il consiste en un allongement forcé d'une éprouvette en mesurant en même temps la force nécessaire à chaque instant. Le résultat d'un tel essai est la contrainte nominale  $\sigma$ ,

## Chapitre III : Matériaux et Méthodes utilisés

équation 1 en fonction de la déformation nominale  $\varepsilon$ , équation 2, ce qui est résumé dans une courbe de traction (figure III.20) [4].

La contrainte à la rupture est définie comme étant le rapport entre l'effort maximal « F » et la section de l'éprouvette « S »

$$\sigma = \frac{F}{A} \dots \dots \dots (1)$$

Le pourcentage d'allongement à la rupture est calculé par la relation suivante :

$$\varepsilon(\%) = \frac{L-L_0}{L_0} 100 \dots \dots \dots (2)$$

Où :

**F** : Force

**S** : Surface

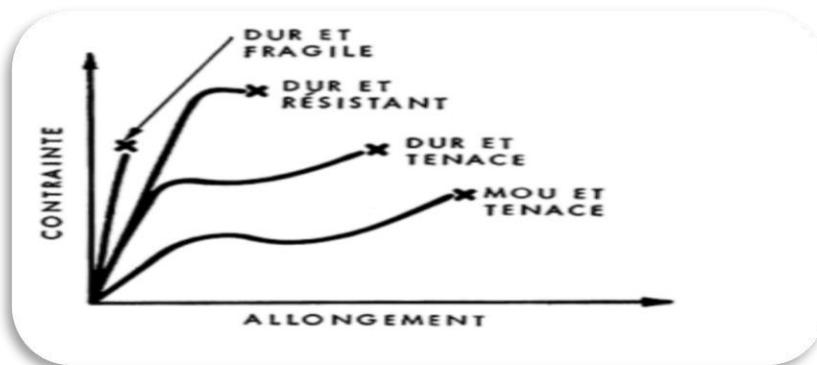
**L** : Longueur de l'échantillon

**L<sub>0</sub>** : Longueur initiale de l'échantillon

**$\sigma$**  : Contrainte

**$\varepsilon$**  : Allongement

Les courbes typiques  $\sigma = f(\varepsilon)$  obtenues pour les différents matériaux sont représentés sur la figure.



**Figure III.20:** Courbes typiques d'essais de traction pour différents matériaux [05].

### Le module d'élasticité :

C'est le rapport entre la contrainte à la rupture et l'allongement à la rupture dans le domaine élastique.

$$E = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\varepsilon} * 100$$

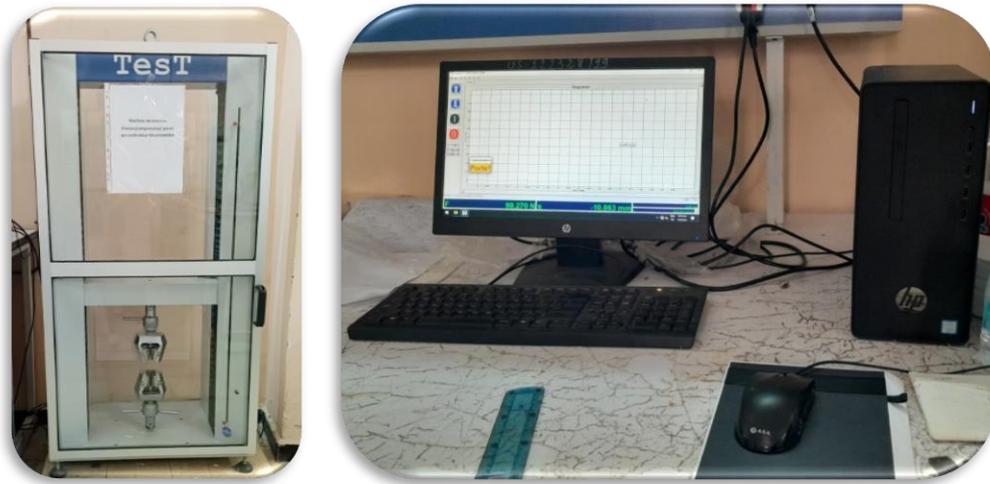
**E** : Le module d'élasticité

□□□□ La contrainte a rupture.

**$\varepsilon$**  : Allongement.

## Chapitre III : Matériaux et Méthodes utilisés

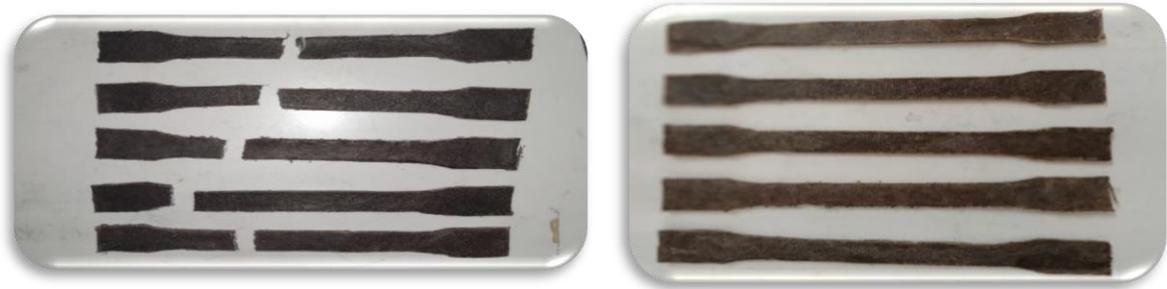
Les propriétés mécaniques des échantillons sont mesurées jusqu'à la rupture en utilisant une Machine de traction universelle de marque INSTRON 5969 (voir Figure III.21) à la température ambiante. Les éprouvettes sous forme d'haltères de type « H » d'épaisseur 3 mm et de longueur 12 mm (voir Figure III.23), conformément à la norme ASTM D638. La vitesse de déformation est maintenue constante à 10 mm/min. Les données expérimentales sont traitées à l'aide du logiciel Test TWinner 950.



**Figure III.21:** Machine de traction type Test Kallibrierlabor modèle 918239 et leur logiciel.



**Figure III.22:** Représente les mâchoires utilisées au cours de l'essai de traction



**Figure III.23:** Les éprouvettes avant et après le test de traction.

### III.6.2.2 Essai de résistance au choc (résilience IZOD) :

La résistance au choc caractérise l'énergie absorbée au cours de la rupture d'une éprouvette préalablement entaillée (en V pour la méthode IZOD). L'essai se réalise sur une machine appelée mouton-pendule rotatif. La résilience s'exprime par unité de largeur ( $J/m$ ), ou résilience transversale en ( $J/m^2$ ) ou la résilience volumique en ( $J/m^3$ ).

Chaque appareil est équipé de plusieurs pendules (marteaux) interchangeables de 0.5 à 50 J.

Cet essai implique l'utilisation d'échantillons entaillés afin de provoquer une rupture des matériaux ductiles. Il peut être réalisé dans une plage de température de  $-60^{\circ}C$  à  $+23^{\circ}C$ .

Cette méthode d'analyse est suivie conformément à la norme ASTM-D256. L'appareil utilisé est de marque CEAST type RESIL IMPACTOR [6].



**Figure III.24:** Appareillage pour le calcul de la résilience selon l'essai IZOD.

## Chapitre III : Matériaux et Méthodes utilisés

---

### III.6.2.2.1 Protocole expérimental:

#### 1. Préparation des échantillons :

- Nous utilisons le moulage à thermocompression pour préparer les échantillons d'essai.
- Nous les coupons selon les spécifications de la norme ASTM D 256 en utilisant une poinçonneuse.
- Nous entaillons les échantillons d'essai à une profondeur de 2,5 mm.

#### 2. Calibration du marteau :

- Nous libérons le marteau jusqu'à ce qu'il indique zéro dans sa position verticale.
- Nous appuyons sur le bouton de calibration, sélectionnons la longueur du marteau et validons.
- Nous effectuons un mouvement de  $6^\circ$ , et attendons que l'indication Lr signifie la fin de la calibration.
- Nous appuyons sur Enter puis ESC lorsque l'indication atteint  $150^\circ$ , indiquant que le marteau est de retour à sa position initiale.

#### 3. Paramétrage des essais :

- Nous introduisons les paramètres d'essai en appuyant sur E, puis validons en appuyant sur Enter.
- Nous effectuons un test à vide pour mémoriser l'énergie potentielle du marteau, puis appuyons sur F1.

#### 4. Placement de l'échantillon :

- Nous plaçons l'échantillon d'essai dans sa position appropriée.

#### 5. Réalisation du test :

- Nous relâchons le marteau en appuyant sur le bras, et enregistrons la valeur de l'énergie absorbée par l'échantillon en joules.

### III.6.2.2.2 Protocole expérimental de calculer Izod:

Le test d'impact évalue la résistance au choc d'un matériau, permettant ainsi d'évaluer sa ténacité. Il utilise un dispositif nommé « mouton pendule », pouvant supporter jusqu'à 5 joules d'énergie. Après avoir été libéré d'une certaine hauteur, le pendule provoque la rupture de l'éprouvette tout en continuant son mouvement jusqu'à descendre en dessous de sa hauteur initiale. À partir d'une plaque de 3 mm d'épaisseur, des échantillons de dimensions  $L = 100$  mm et  $l = 12,7$  mm sont préparés, avec une entaille centrale en forme de V de 2,5 mm de profondeur et illustrent les échantillons avant et après le test. Trois essais sont réalisés pour assurer la reproductibilité des résultats, et la moyenne des valeurs est prise en compte.

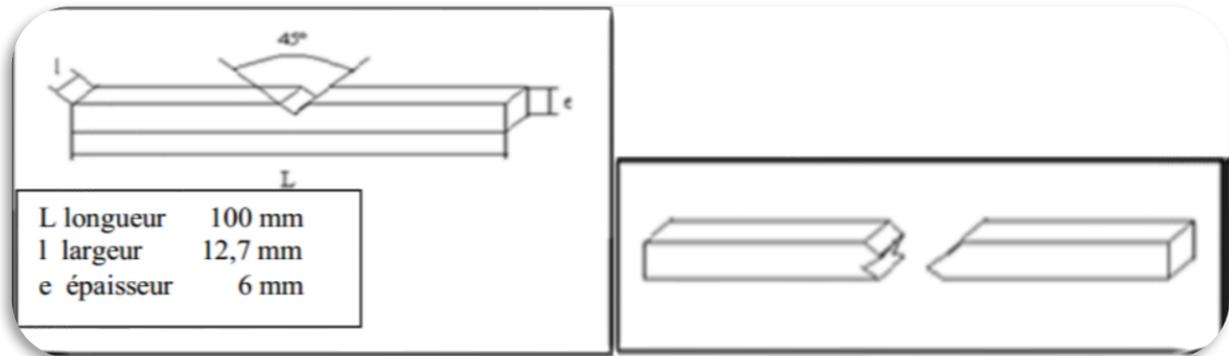
## Chapitre III : Matériaux et Méthodes utilisés

$$a = \frac{An}{e} \quad (\text{J/m})$$

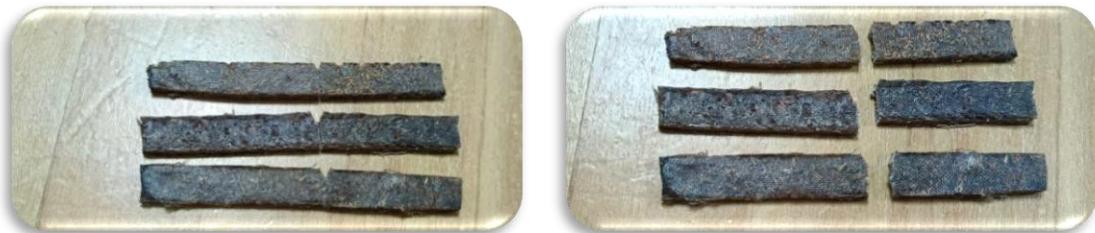
**a**: la résilience au choc (J/m).

**An** : énergie moyenne absorbée (J).

**e**: épaisseur de l'éprouvette (m).



**Figure III.25:**Eprouvette avant et après le test.



**Figure III.26:** Eprouvettes d'essai avant et après IZOD.

- Avant faire le test IZOD on a besoin d'utilisé une Entailleuse (Notch Vis).

### III.6.2.2.3Entailleuse (Notch Vis):

L'appareil représenté dans la figure est de marque CEAST type 6951, son principe est de faire une entaille de 2.5 mm de forme « V » dans une éprouvette de dimension (127 x12.7x3mm) après les avoir préparées comme décrit la norme ASTM D 256 pour faire le test IZOD. On place l'éprouvette sous l'étau et on la centre avec la lame puis on règle le zéro du micromètre, on fermant la portière et en appuyant sur le bouton START pour faire avancer l'échantillon vers la lame tout en tournant le bras du micromètre Cinq tours jusqu'à l'apparition d'une entaille de 2,5 mm et d'un angle de 45°.



**Figure III.27:** Entailleuse de marque CEAST type 6951.

### III.6.2.4 Dureté Shore D:

C'est une propriété complexe à mesurer qui exprime la résistance à la déformation. Elle est normalement déterminée selon des méthodes légèrement modifiées initialement employées dans les essais des métaux, les normes applicables étant les normes ASTM D 785-51 et ASTM D-2240.

Le principe de ces essais est la mesure de l'entaille provoquée par l'application d'une bille en acier ou d'un cône en diamant sous une charge standard. Des dispositifs de pénétration de tailles différentes sont employés pour les différentes gammes de dureté [6].

#### III.6.2.4.1 Protocol expérimental:

Selon la norme ASTM D-2240 les échantillons en plaque de 3 mm d'épaisseur sont préparés à l'aide de la presse, ils sont placés ensuite sous l'aiguille. En agissant sur le bras du levier jusqu'à la pénétration de l'aiguille on peut lire la valeur indiquée par celle-ci. Trois essais sont réalisés en différents points, puis la moyenne est calculée.

Nous vérifions si l'aiguille du compteur d'urine est sur le repère « zéro » :

Retirez le couvercle de l'aiguille :

L'échantillon est placé sous une aiguille chargée par une charge appliquée.

Appuyez doucement sur le bras de levier jusqu'à ce que l'aiguille pénètre.

La valeur de dureté ne peut être lue qu'une fois l'aiguille stable.

## Chapitre III : Matériaux et Méthodes utilisés

Chaque échantillon a été mesuré trois fois à des points distants  
les résultats sont exprimés comme la moyenne de trois valeurs de test.

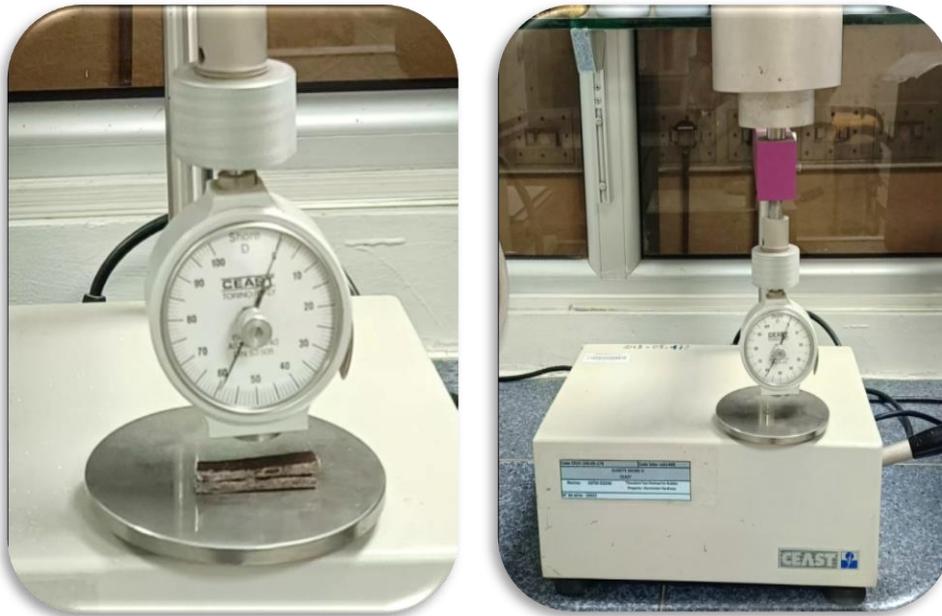


Figure III.28: Appareillage de mesure de la dureté Shore D.

### III.6.3 Analyse thermique:

#### III.6.3.1 L'indice de fluidité:

L'indice de fluidité (Melt Flow Index ou MFI en anglais) est une mesure de la viscosité d'un polymère thermoplastique lorsqu'il est fondu. Il est souvent utilisé pour caractériser la qualité des résines thermoplastiques dans l'industrie de la plasturgie. Il peut indiquer la présence de contaminants ou de défauts dans la résine, par exemple les résines avec un IF plus élevé ont tendance à avoir une meilleure qualité et une meilleure uniformité que celles avec un IF plus faible [7].

Le mélange PEHD/WF est extrudé à travers une filière de diamètre 2.09mm et de longueur de 8 mm à la température de 190°C avec une charge spécifique de 2.16 Kg. Cet essai a été suivant la norme ASTM D-1238 à l'aide d'un fluidimètre mi2.2 de la marque GÖTTFERT (figure III.29). [8].



**Figure III.29:** Appareillage de mesure du Melt Flow Index.

### III.6.3.1.1 Protocol expérimental:

- ❖ **Préparation de échenillons :** nous avons pris les échantillons sous forme des grains pour les utiliser dans l'appareil.
- ❖ **Préchauffage de l'appareil :** Après cela, l'instrument de mesure de l'indice de fluidité est chauffé à une température appropriée selon le polymère testé, généralement spécifiée dans les directives du matériau, puis nettoyer avec du coton la filière.
- ❖ **Chargement de l'échantillon :** Une fois l'appareil chauffé, l'échantillon préparé est inséré dans un cylindre chauffé de l'appareil de mesure. La quantité d'échantillon utilisée est habituellement définie dans la norme ASTM D-1238, mais elle se situe généralement entre 3 et 10 grammes.
- ❖ **Application de la charge :** Une masse spécifique est appliquée sur l'échantillon fondu à l'aide d'un piston ou d'un piston-die. La charge standard est de 2,16 kg (ou 5 kg pour les polymères à faible fluidité).
- ❖ **Mesure de l'écoulement :** L'échantillon fondu est laissé s'écouler à travers un orifice calibré pendant dix minutes et couper d'un seul coup. Le débit de matériau traversant l'orifice est mesuré en grammes par dix minutes. Cette mesure permet de déterminer l'indice de fluidité du matériau, également connu sous le nom d'indice de fluage.

\* La relation ci déçue nous représente le calcul de l'indice de fluidité :

## Chapitre III : Matériaux et Méthodes utilisés

---

$$IF = \frac{600 m}{t} \text{ (g/10min)}$$

**IF:** l'indice de fluidité.

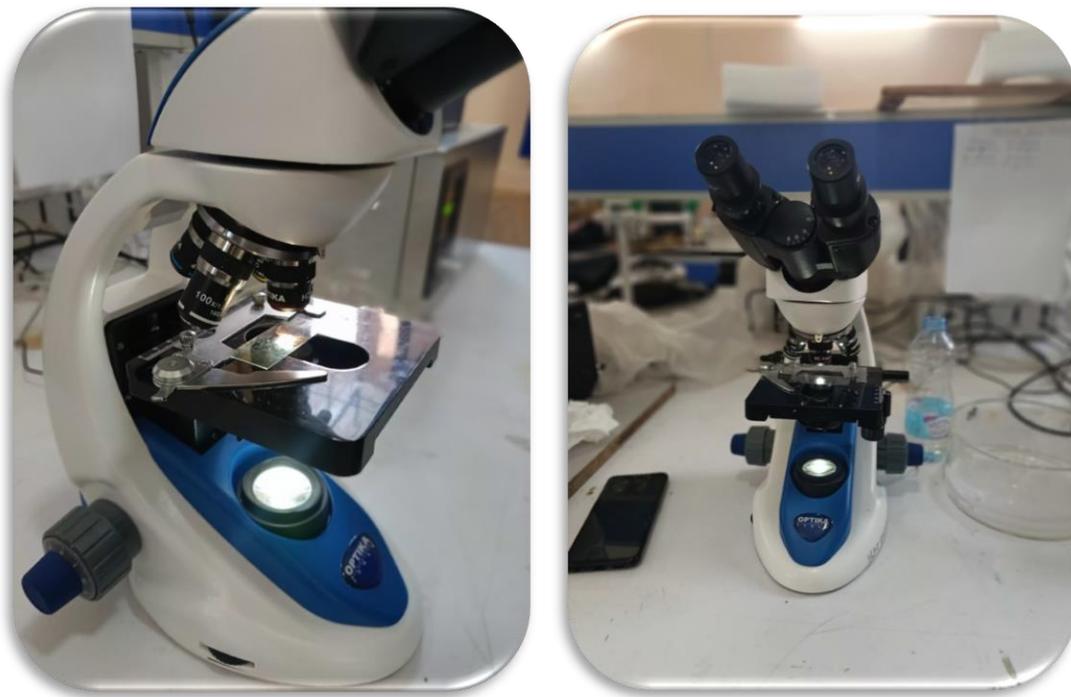
**m:** masse moyenne de l'extradât en gramme.

**t :** l'intervalle de temps entre deux coupe d'extradât.

### III.6.4 Analyse morphologique :

#### III.6.4.1 Caractérisation morphologique par microscopie optique :

Afin d'étudier la morphologie des matériaux et vérifier la dispersion des fibres dans les matériaux composites, la microscopie optique est utilisée pour prendre des photos de surface des films obtenus ainsi que pour déterminer les tailles des fibres. L'appareillage utilisé est un microscope optique de marque OPTIKA microscope ITALY.

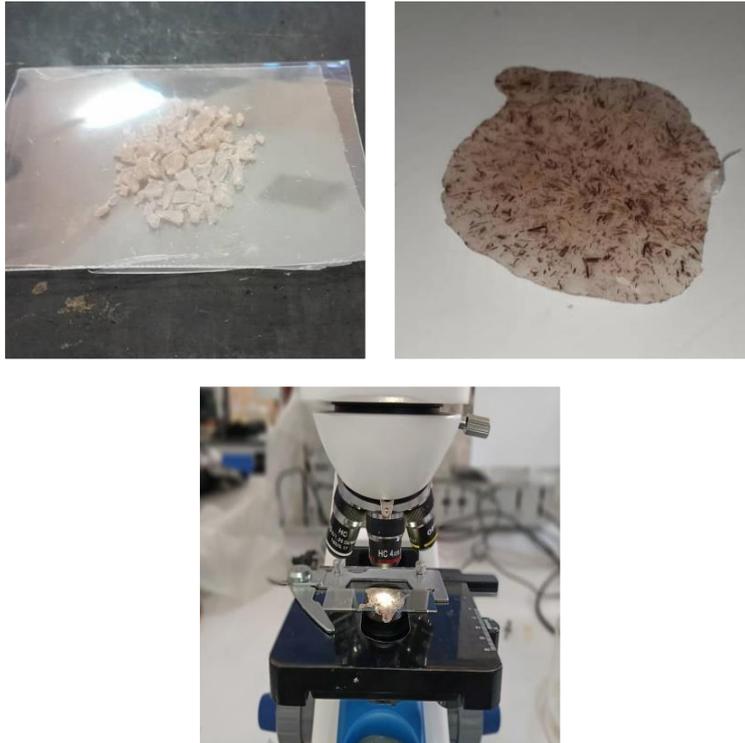


**Figure III.30:** L'appareillage de microscope optique.

- Voici quelques étapes avant l'utilisation du microscope :
- Tout d'abord, nous préparons des échantillons à différentes concentrations (10 %, 20%, 30% et 40%) que nous plaçons dans un milieu non soluble.
- Puis nous les plaçons dans une presse pendant 5 minutes ou plus dans le but de faire fondre le mélange.

## Chapitre III : Matériaux et Méthodes utilisés

---



**Figure III.31:** Quelques étapes pour l'utilisation de microscope optique.

## Chapitre III : Matériaux et Méthodes utilisés

---

### Les références bibliographiques :

- [01] A. Koubaa, A. Cloutier, E. Villeneuve, « Potentiel de l'écorce pour la fabrication de panneaux composites par extrusion ». Présentation au 72e congrès de l'ACFAS, Montréal, 10-14 mai 2004.
- [02] BERKOUS Radja ,SOUFI Sofia «Elaboration et Caractérisation d'un Bio-composite à Base de PEHD Recyclé et de la Fibre de Lin »,mémoire master ,Université 8mai 1945 Guelma ,2019.
- [03] KRIM Salem, «étude 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).
- [04] B. DAIRI, « Effet de la taille des fibres lignocellulosiques sur les propriétés thermiques et mécaniques des composites polychlorure de vinyle/farine de bois ». Thèse de magister, Université de Bejaïa, 2010.
- [05] A. Koubaa, A. Cloutier, E. Villeneuve, « Potentiel de l'écorce pour la fabrication de panneaux composites par extrusion », Présentation au 72e congrès de l'ACFAS. Montréal, 10-14 mai (20
- [06] LAIDI Samia et SASSANE Khadîdja ,«étude des propriétés d'un nouveau matériau composite »,Mémoire master , université 20 août 1955 Skikda ,2023 .
- [07] BALASKA, MOREREB, KASMI, «Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base de polyéthylène haute densité (PEHD) et fibre végétale (poudre coquilles de noix) PEHD/PCN», Mémoire de master, UNIVERSITÉ 20 AOÛT 1955 SKIKDA, 2023.
- [08] FICHES TECHNIQUES, CP2K (L'UNITE PEHD DE SKIKDA), page « 1 résistance au choc izod ».

A decorative border consisting of a black line with intricate scrollwork and floral patterns, framing the central text.

# Chapitre IV : Résultats et discussions

## Chapitre IV : Résultats et discussions

Dans ce chapitre, les résultats obtenus des différents tests effectués sur le matériau Bio-composite à base de PEHD/WF sont présentés et discutés clairement et scientifiquement. L'analyse structurale ainsi que les propriétés rhéologiques, mécaniques, physiques et morphologique ont été étudiées pour le matériau Bio-composite PEHD/WF de différents pourcentages.

### IV.1. Caractérisations physiques :

#### IV.1.1. Teste de la densité :

La faible densité du matériau lignocellulosiques est l'un des avantages majeurs de son utilisation comme charge dans le Bio-composite à base de thermoplastique [1].

L'évolution de la densité de Bio-composite de différent pourcentage PEHD / WF (10%,15%20% et 30%) élaboré est illustrée dans le Tableau IV.1.

Tableau IV.1: les valeurs de la densité du PEHD et PEHD/WF.

Pourcentage des fibres	PEHD	10%	15%	20%	30%
La densité g\cm <sup>3</sup>	0,9554	0,9535	0,9525	0,9516	0,9512

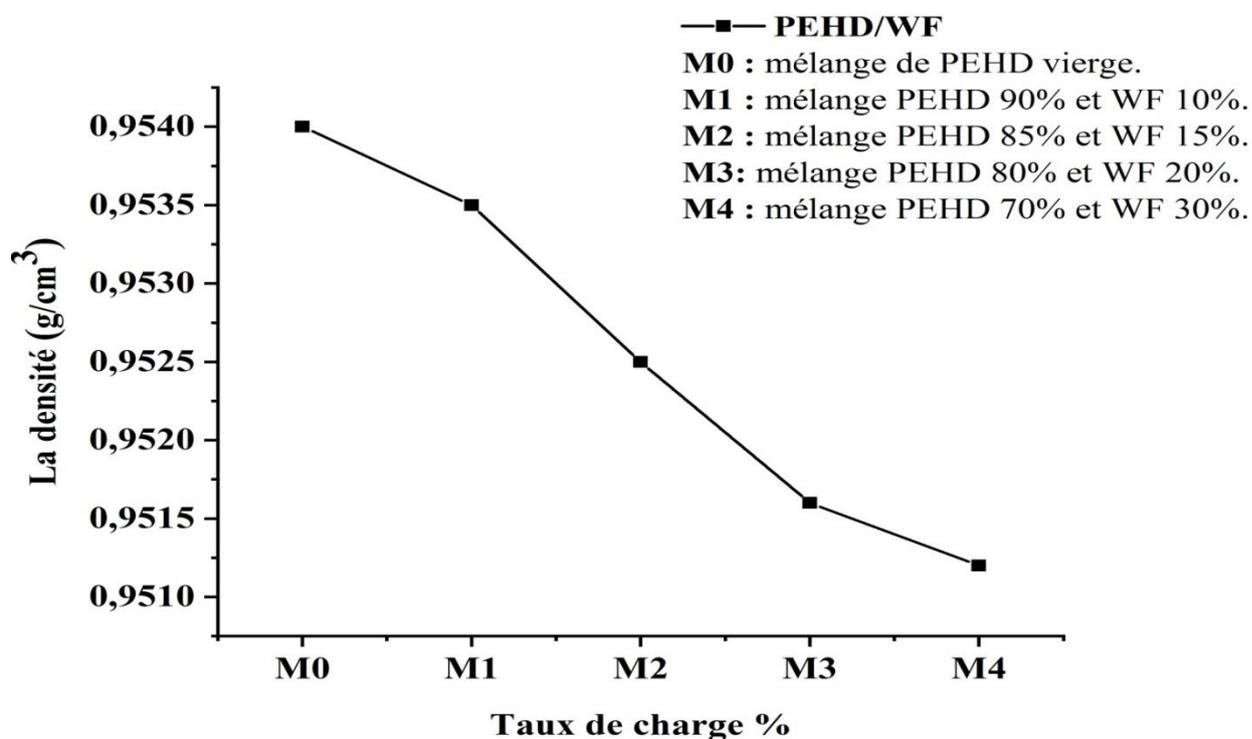


Figure IV.1: Evolution de la densité de PEHD, PEHD/WF.

## Chapitre IV : Résultats et discussions

Selon la courbe graphique ci-dessus de PEHD et de Bio-composite PEHD/WF à différents pourcentages (10% ,15%,20%,30%).

La densité du PEHD ( $0,9554 \text{ g/cm}^3$ ) est élevée en raison de sa structure cristalline et de sa composition chimique par rapport aux autres mélanges qui ont les valeurs respectivement ( $0,9535, 0,9525, 0,9516, 0,9512$ )  $\text{g/cm}^3$  montrent qu'il y a une diminution de la densité du Bio-composite en raison de leur légèreté. A cet égard, l'incorporation des fibres de washingtonia dans le polyéthylène conduit à l'obtention de Bio-composite de faible densité.

Ces résultats concordent parfaitement avec ceux de **B. DAIRI [1], Shinoj et al [2] et B. J. Lee [3] Andrzej K. Bledzki et al [4]**.

On conclut que la valeur de densité de Bio-composite PEHD/WF diminue au fur et à mesure de l'augmentation de la teneur en charge.

### IV.1.2 Test d'absorption d'eau :

L'absorption d'eau par les Bio-composite est influencée par plusieurs facteurs, notamment la nature, la composition chimique et la morphologie des fibres, la qualité d'adhésion fibre/matrice, la nature de la matrice et la quantité de fibres utilisées. Dans le cas de Bio-composite contenant des fibres naturelles l'absorption d'eau est souvent plus élevée que dans le Bio-composite contenant des fibres synthétiques [5].

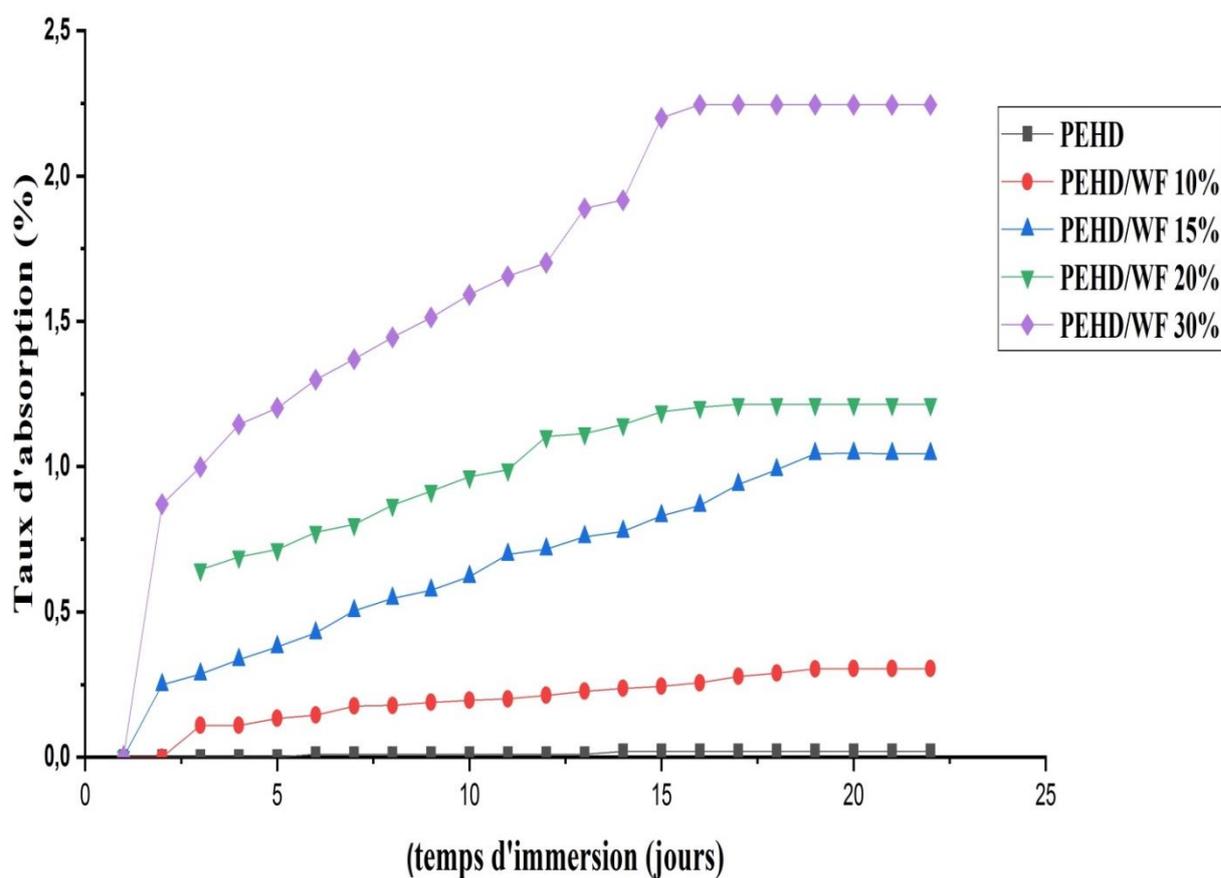
L'évolution d'absorption d'eau de composite de différents pourcentages PEHD / WF (10%,15%,20% et 30%) élaboré est illustrée dans le Tableau IV.2.

**Tableau IV.2 :** Taux d'absorption d'eau de bio-composite PEHD/WF.

Les jours	PEHD	10%	15%	20%	30%
1	0	0	0	0.409	0.606
2	0	0	0.249	0.576	0.871
3	0	0.110	0.286	0.645	0.999
4	0	0.110	0.335	0.689	1.145
5	0	0.134	0.379	0.715	1.202
6	0.01	0.145	0.427	0.774	1.299
7	0.01	0.176	0.504	0.801	1.370
8	0.01	0.178	0.546	0.867	1.445
9	0.01	0.189	0.575	0.916	1.513
10	0.01	0.196	0.622	0.965	1.592
11	0.01	0.201	0.698	0.990	1.655

## Chapitre IV : Résultats et discussions

12	0.01	0.213	0.716	1.104	1.701
13	0.01	0.227	0.758	1.114	1.889
14	0.02	0.237	0.777	1.145	1.917
15	0.02	0.244	0.831	1.189	2.200
16	0.02	0.256	0.866	1.204	2.245
17	0.02	0.278	0.938	1.214	2.245
18	0.02	0.289	0.989	1.214	2.245
19	0.02	0.304	1.045	1.214	2.245
20	0.02	0.305	1.046	1.214	2.245
21	0.02	0.305	1.045	1.214	2.245
22	0.02	0.305	1.045	1.214	2.245



**Figure IV.2:** Taux d'absorption d'eau de PEHD, PEHD/FW (10% ,15%,20%,30%) en fonction du temps.

## Chapitre IV : Résultats et discussions

---

L'évolution du taux d'absorption d'eau de Bio-composite PEHD/WF à différents taux de charge en fonction du temps, après un mois d'immersion dans l'eau sont illustrées sur la figure. On peut voir clairement sur les courbes expérimentales que l'absorption massique d'eau augmente avec le temps d'immersion ce phénomène est lié à la composition de la charge riche en cellulose. Cette dernière renferme dans sa structure des groupements hydroxyles OH, ces derniers forment avec les molécules d'eau des liaisons hydrogènes, donc plus la teneur en charge est élevée, plus l'absorption massique d'eau devient plus important.

Ce résultat est en accord avec la littérature **ESPERT et al [6] et JOSEPH et al [7] . DJILALI [8].**

Qui ont constaté que le caractère hydrophile des fibres est responsable de l'absorption d'eau.

Pour la formulation non chargée PEHD vierge en a enregistré un gain qui ne dépasse pas 0,01 % après un mois d'immersion dans l'eau, ce résultat est attendu, du fait que le polyéthylène haute densité est apolaire, ce qui lui confère le caractère hydrophobe.

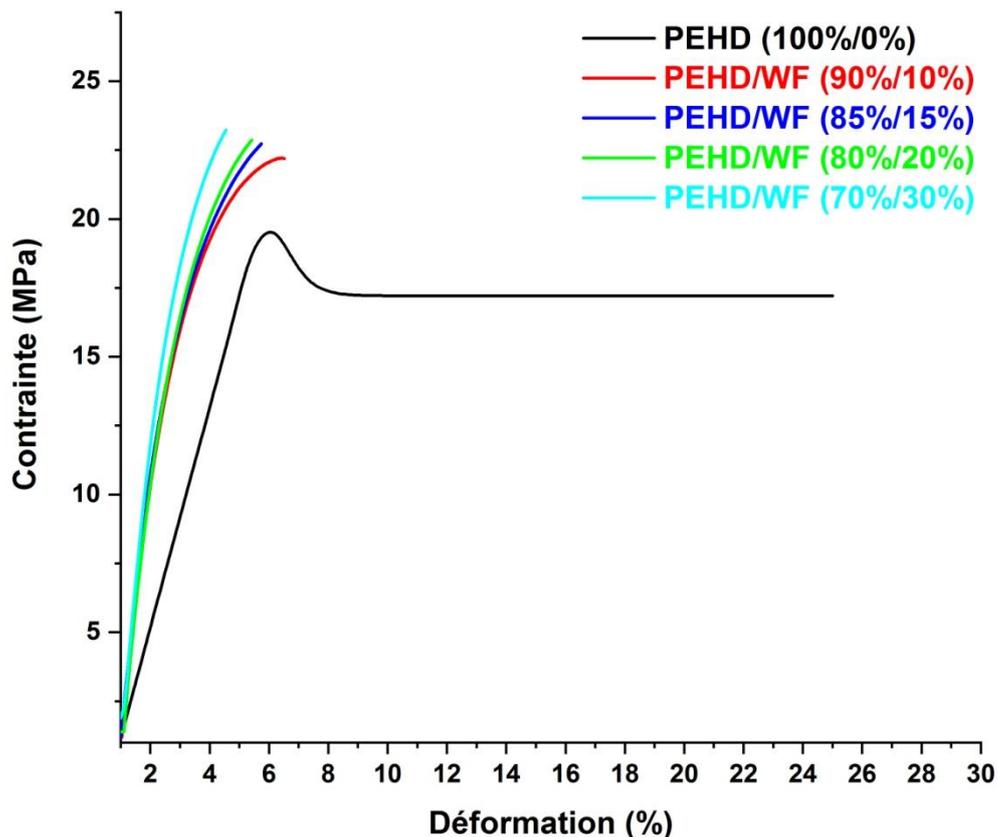
Ces résultats sont en accord avec ceux rapporté par **A. BLAGA et al [9].**

### **IV.2 Caractérisations mécaniques :**

L'intérêt de l'incorporation des charges ou des fibres cellulosiques dans les matériaux Bio-composites est d'améliorer les propriétés mécaniques de ce dernier. La majorité des auteurs serejoignent sur la dépendance de celles-ci à la fois, de la nature de la charge, de sa taille et de sa fraction mais également de l'état de dispersion dans la matrice utilisée [10].

#### **IV.2.1. L'essai de traction :**

L'évolution de la contrainte en fonction de déformation avec les différentes tailles de la charge végétale du matériau Bio-composite à base de PEHD/WF est illustrée sur ( la Figure IV.3)



**Figure IV.3 :** Variation de la contrainte en fonction de déformation du PEHD et de Bio-composite PEHD/WF à différents pourcentages.

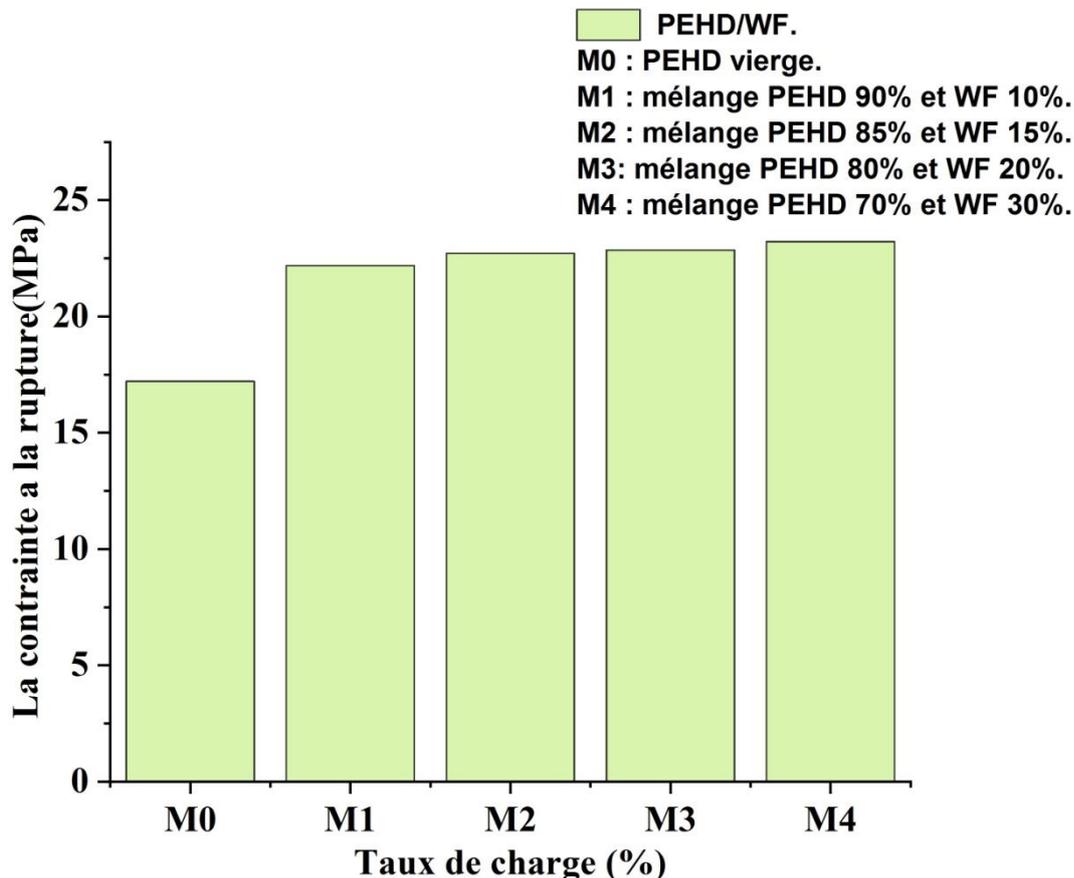
Les composites à base de PEHD/WF avec les différentes concentrations de la charge WF (10%, 15%, 20%, et 30%) présentait une résistance à la traction plus élevée (Comportement fragile) que la matrice polymérique PEHD (Comportement ductile). L'effet de la concentration de la charge végétale (WF) sur les propriétés mécaniques de Bio-composite (PEHD/WF) est complexe et dépend de plusieurs facteurs, y compris la nature de la charge végétale, et la matrice polymère. À de faibles concentrations de WF (10%), la charge végétale WF peut être bien dispersée dans la matrice polymère PEHD, améliorant ainsi l'adhésion PEHD/WF et augmentant la contrainte à la rupture par rapport à la matrice pure (PEHD). Il existe généralement une concentration optimale (supposant 30%) où la charge végétale est suffisamment nombreuse pour maximiser le renforcement sans provoquer de défauts significatifs. À cette concentration, la contrainte à la rupture est souvent la plus élevée. À des concentrations très élevées, la dispersion de la charge végétale peut devenir problématique, entraînant des agglomérations et des zones de faiblesse. Cela peut

## Chapitre IV : Résultats et discussions

réduire la contrainte à la rupture, car la charge végétale peut former des points de concentration de contraintes et faciliter l'initiation et la propagation des fissures.

Les résultats de la contrainte à la rupture, la déformation à la rupture et le module d'élasticité sont représentés graphiquement sur les Figures IV.4, IV.5, IV.6 respectivement.

- **La contrainte à la rupture :**



**Figure IV.4:** L'histogramme de la contrainte à la rupture pour PEHD vierge et Bio-composite PEHD/WF à différents pourcentages.

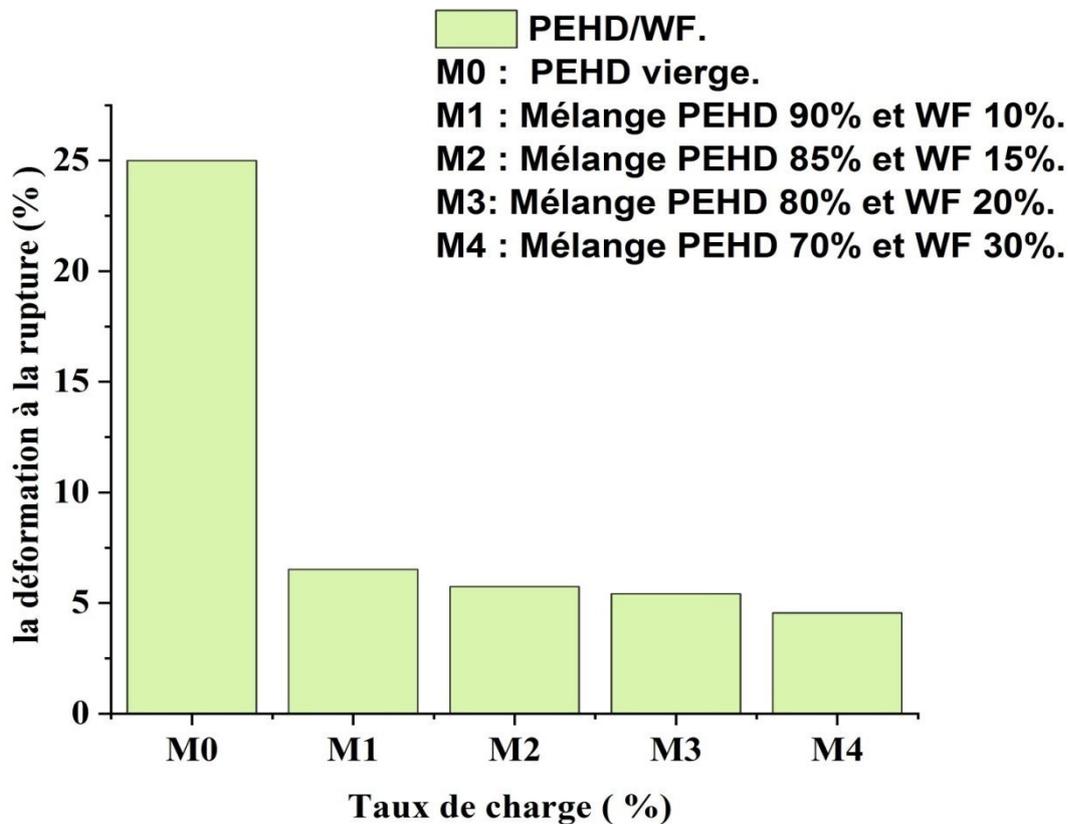
Selon la courbe graphique ci-dessus de PEHD et de Bio-composite PEHD/WF à différents pourcentages (10% ,15%,20%,30%). On remarque que la valeur la contrainte a la rupture augmente qu'on la concentration de fibre augmente.

La concentration de la charge végétale (fibre de washingtonia) dans le matériau Bio-composite à base de PEHD/WF a un effet notable sur la contrainte à la rupture. -À faible concentration, la charge végétale WF est bien dispersée dans la matrice polymère PEHD. Cette dispersion améliore la contrainte à la rupture par rapport à la matrice polymérique.

## Chapitre IV : Résultats et discussions

Il existe aussi une concentration optimale de la charge ; au de-là de cette concentration, la contrainte à la rupture atteint souvent son maximum, car la charge végétale augmente la résistance à la traction du matériau Bio-composite de manière significative.

- **La déformation à la rupture :**



**Figure IV.5:** L'histogramme de la déformation à la rupture pour le PEHD et Bio-composite PEHD/WF à différents pourcentages.

Selon la courbe graphique ci-dessus de PEHD et de Bio-composite PEHD/WF à différents pourcentages (10% ,15%,20%,30%). On remarque que la valeur de la déformation à la rupture diminue qu'on la concentration de fibre augmente.

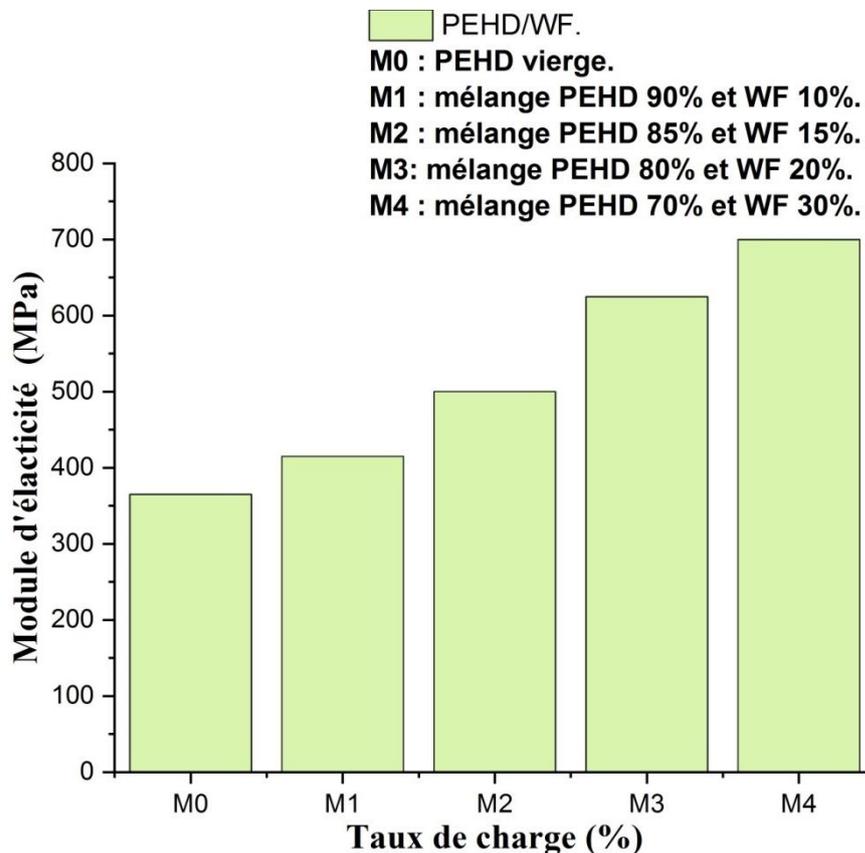
À faible concentration, l'effet de la charge WF sur la déformation à la rupture est remarquable. On note que, lorsque la concentration de la charge WF augmente, la déformation diminue.

- À la concentration optimale, la déformation à la rupture peut diminuer en raison de l'augmentation de la rigidité et de la résistance du composite. À haute concentration (30%), la déformation à la rupture% tend à diminuer significativement. Le Bio-composite devient

## Chapitre IV : Résultats et discussions

plus rigide et moins ductile, ce qui le rend plus susceptible de se rompre sous des déformations plus faibles.

- **Évaluation de module d'élasticité (module de YOUNG) :**



**Figure IV.6 :** L'histogramme de Module d'élasticité pour (MPa) du PEHD vierge et de Bio-composite PEHD/WF avec les différents pourcentages.

Selon la courbe graphique ci-dessus de PEHD et de Bio-composite PEHD/WF à différents pourcentages (10%, 15%, 20%, 30%). On remarque que la valeur de module d'élasticité augmente qu'on la concentration de fibre augmente.

L'introduction de la fibre de washingtonia dans la matrice PEHD augmente la rigidité du matériau, et réduit leur élasticité.

Autrement dit le module d'Young augmente et cette augmentation est d'autant plus

importante pour le composite hybride PEHD/Washingtonia). Cela s'explique par le fait que la fibre de washingtonia caractéristique rigide ont tendance à former une armature à l'intérieur des

## Chapitre IV : Résultats et discussions

composites conduisant à une grande résistance. C'est ce qu'ont remarqué **NM. Stark, R. E. Rowlands** [11].

### IV.2.2 Résistance au choc IZOD :

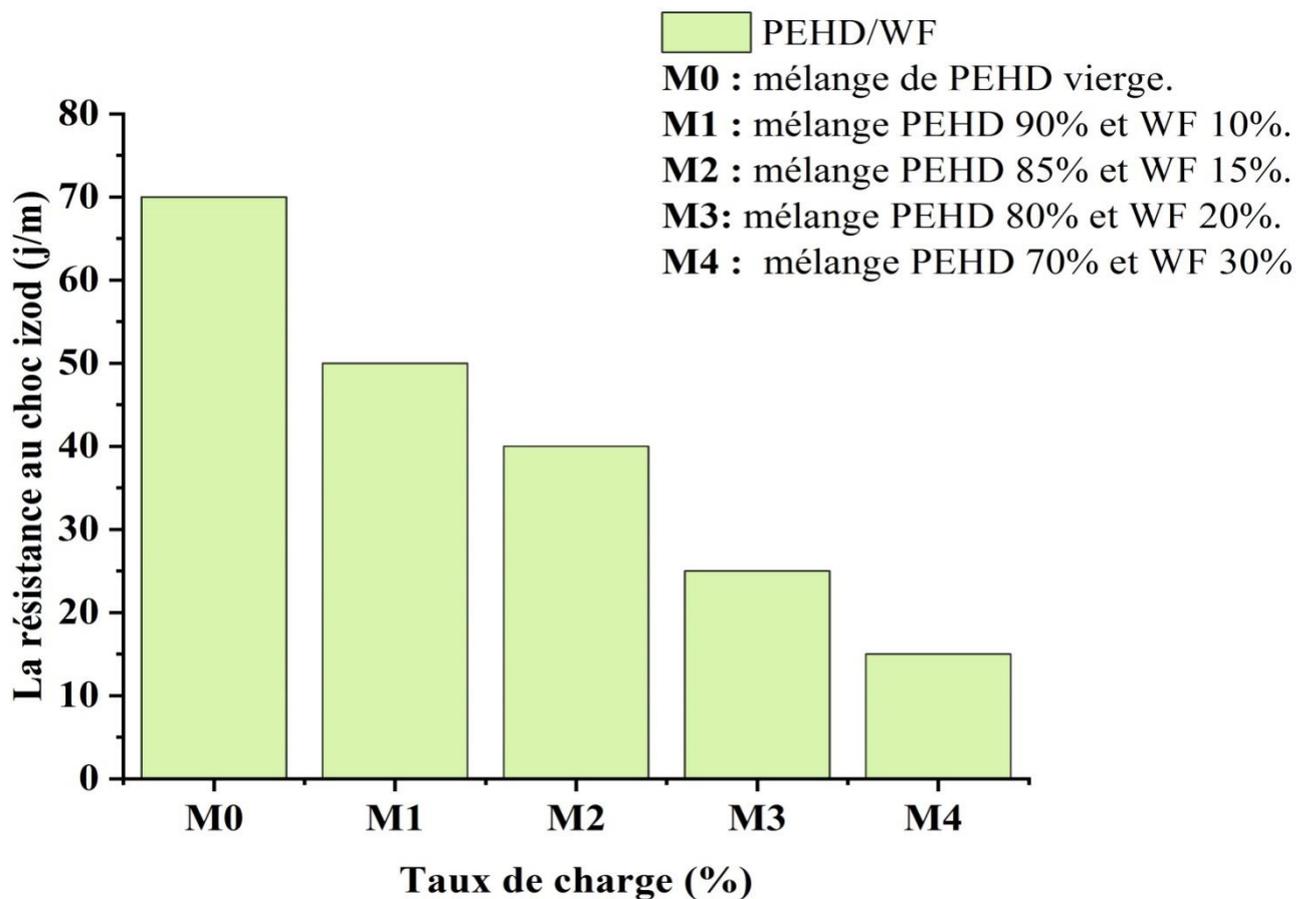
L'essai de la résistance au choc a pour but de mesurer l'énergie nécessaire pour rompre en une seule fois une éprouvette entaillée [10].

Les évolutions de la résistance aux chocs sont illustrées dans la Tableau IV.2.

Nous avons constaté que la résistance aux chocs décroît avec l'augmentation du taux de la fibre de washingtonia, la faible résistance aux chocs peut être attribuée tout simplement à la faible adhésion fibre-matrice.

**Tableau IV.3:** Résultats de la Résistance au choc izod pour le mélange PEHD-WF.

taux de charge	M0	M1	M2	M3	M4
Résilience (j/m)	70	50	40	25	15



**Figure IV.7:** La Variation de la Résistance au choc izod de PEHD et PEHD/WF.

## Chapitre IV : Résultats et discussions

D'après la Figure IV.7, qui donne les variations de la Résistance au choc izod de PEHD neutre et PEHD/FW, montrent clairement une diminution de la résistance au choc après l'incorporation de la fibre de washingtonia dans la matrice PEHD, cette diminution est due à l'augmentation de la rigidité et les phénomènes à l'interface.

Le Bio-composite PEHD/WF à différentes charge (10% ,15%,20%,30%) ont des valeurs de la résistance au choc izod plus faible en comparant à celle du PEHD vierge. Celle-ci augmente considérablement la rigidité du matériau Bio-composite, ce qui provoque également une diminution de la résistance au choc. Cette décroissance de la résilience à l'impact est également expliquée par les faibles interactions (interaction d'ordre physique) entre la matrice et la charge, donc une mauvaise adhésion interfaciale. Ceci a été déjà confirmé par les travaux de **ANDRZEJ K. BLEDZKI ET AL [12]**, **AJAY KARMARKAR ET AL [13]**.

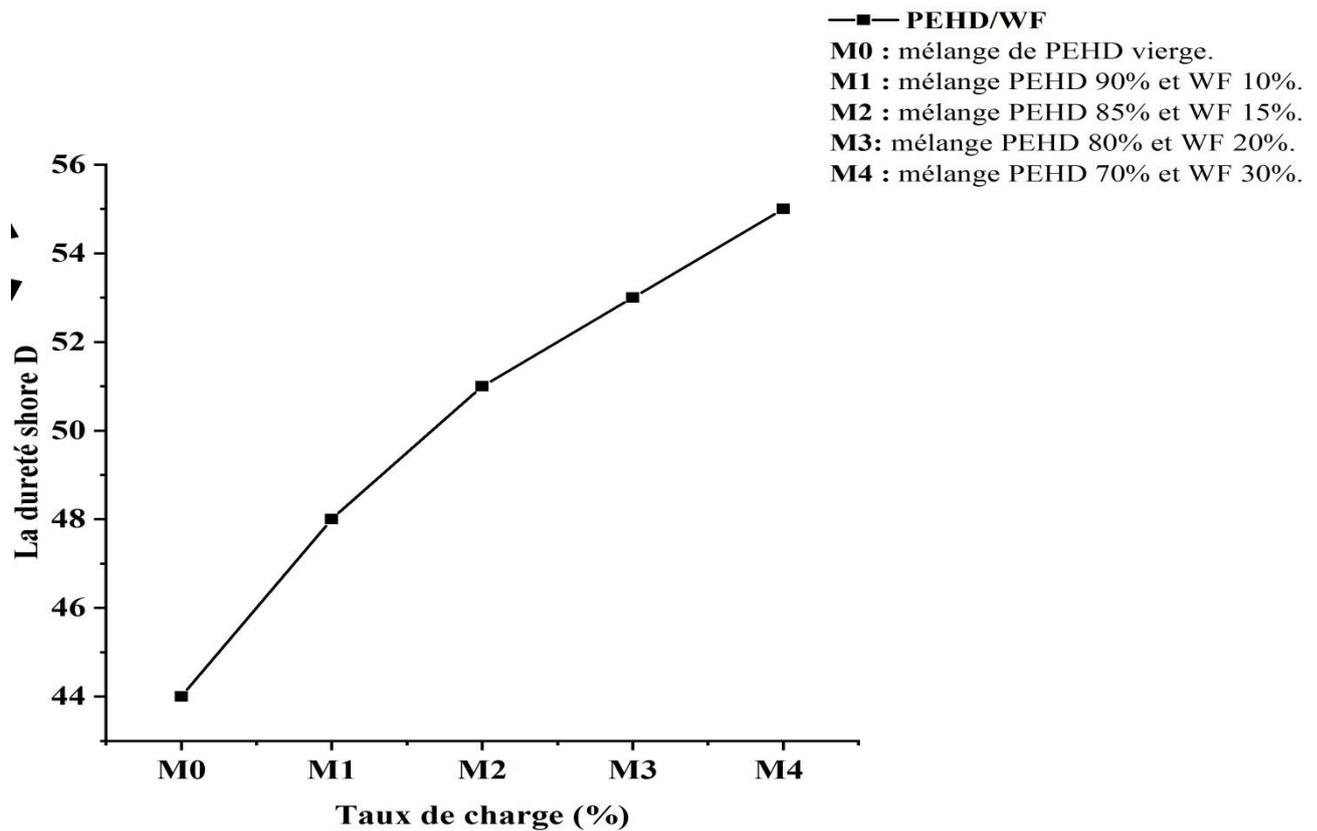
### IV.2.3 La dureté shore D :

La dureté est une indication de la résistance du matériau à la pénétration de l'aiguille du d'uromètre. Pour les matériaux Bio-composites, la dureté dépend de la distribution du renfort dans la matrice [14].

L'évolution de la dureté de PEHD et de Bio-compositePEHD / WF à différents pourcentages (10%,15%20% et 30%) élaboré est illustrée dans Tableau IV.4.

**Tableau IV.4:** Résultats du la dureté shore pour le mélange PEHD-WF.

Pourcentage des fibres	PEHD	10%	15%	20%	30%
La dureté shore	44	48	51	53	55



**Figure IV.8:** La variation de la dureté shore D de PEHD et de PEHD/WF à différents pourcentages.

D'après la Figure IV.8, On remarque une augmentation de la dureté dans les mélanges (PEHD/WF) à différents pourcentages (10%, 15%, 20% et 30%) dans la matrice PEHD. Cette augmentation est d'autant plus importante pour le Bio-composite (PEHD/WF).

Ces résultats sont prévisibles dans la mesure où les charges sont constituées de microfibrilles de cellulose qui est classée parmi les fibres dures ce qui se traduit par la difficulté de la pénétration de l'aiguille de l'uro-mètre dans le matériau Bio-composite. Ce résultat a été confirmé par MD. REZAUR RABMAN et AL, S. TH. GEORGOPOULOS et al [15, 16].

### IV.3. Propriétés Rhéologiques

#### IV.3.1. L'indice de fluidité :

L'indice de fluidité (IF ou MFI) est le test le plus couramment utilisé dans l'industrie des polymères et parfois la seule information rhéologique utilisée. Il est indicatif des caractéristiques d'écoulement et donc la transformabilité du polymère à l'état fondu [8].

L'évolution de l'indice de fluidité de PEHD et de Bio-composite PEHD / WF à différents pourcentages (10%, 15%, 20% et 30%).

## Chapitre IV : Résultats et discussions

Tableau IV.5: Résultats du MFI pour le mélange PEHD/WF.

WF(% en poids)	PEHD	10%	15%	20%	30%
MFI (g/10min)	0,35	0,20	0,15	0,09	0,01

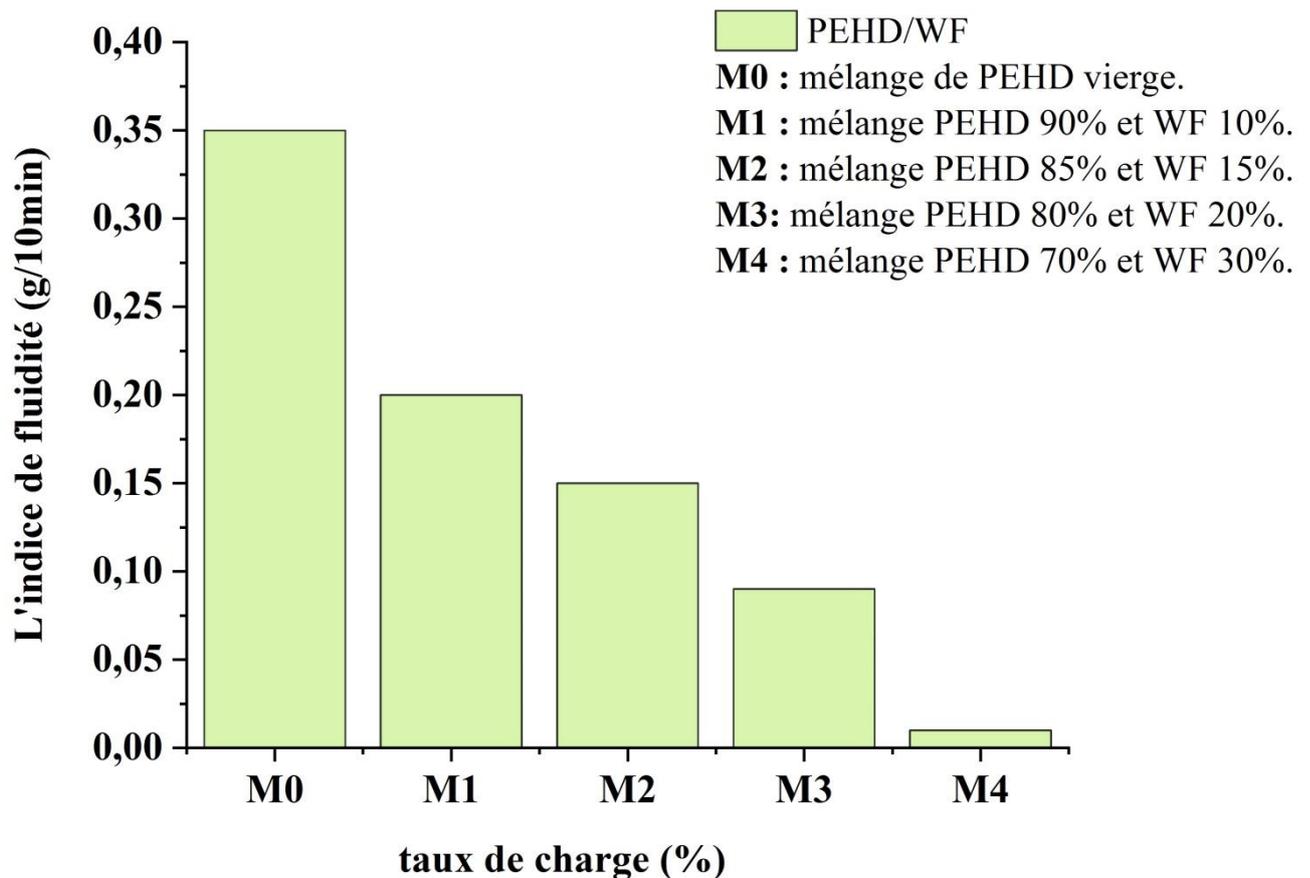


Figure IV.9: la variation de L'indice de fluidité de PEHD et PEHD/WF.

D'après nos résultats on remarque que la valeur du MFI pour le PEHD neutre est élevée par rapport aux valeurs de MFI de Bio-composite à différents charge.

A partir de ses résultats, nous remarquons que lorsque la concentration en charge augmente, l'indice de fluidité diminue, ce qui est attribué à l'augmentation de la viscosité due à l'augmentation de la masse du mélange.

## Chapitre IV : Résultats et discussions

---

Ceci est dû à l'agglomération de la charge (WF) qui constitue des obstacles aux mouvements libres des chaînes polymériques et empêchent l'écoulement du matériau. Ces résultats concordent avec ceux trouvés par **Ikhlef et al [17]**.

### III.4 Analyse morphologique :

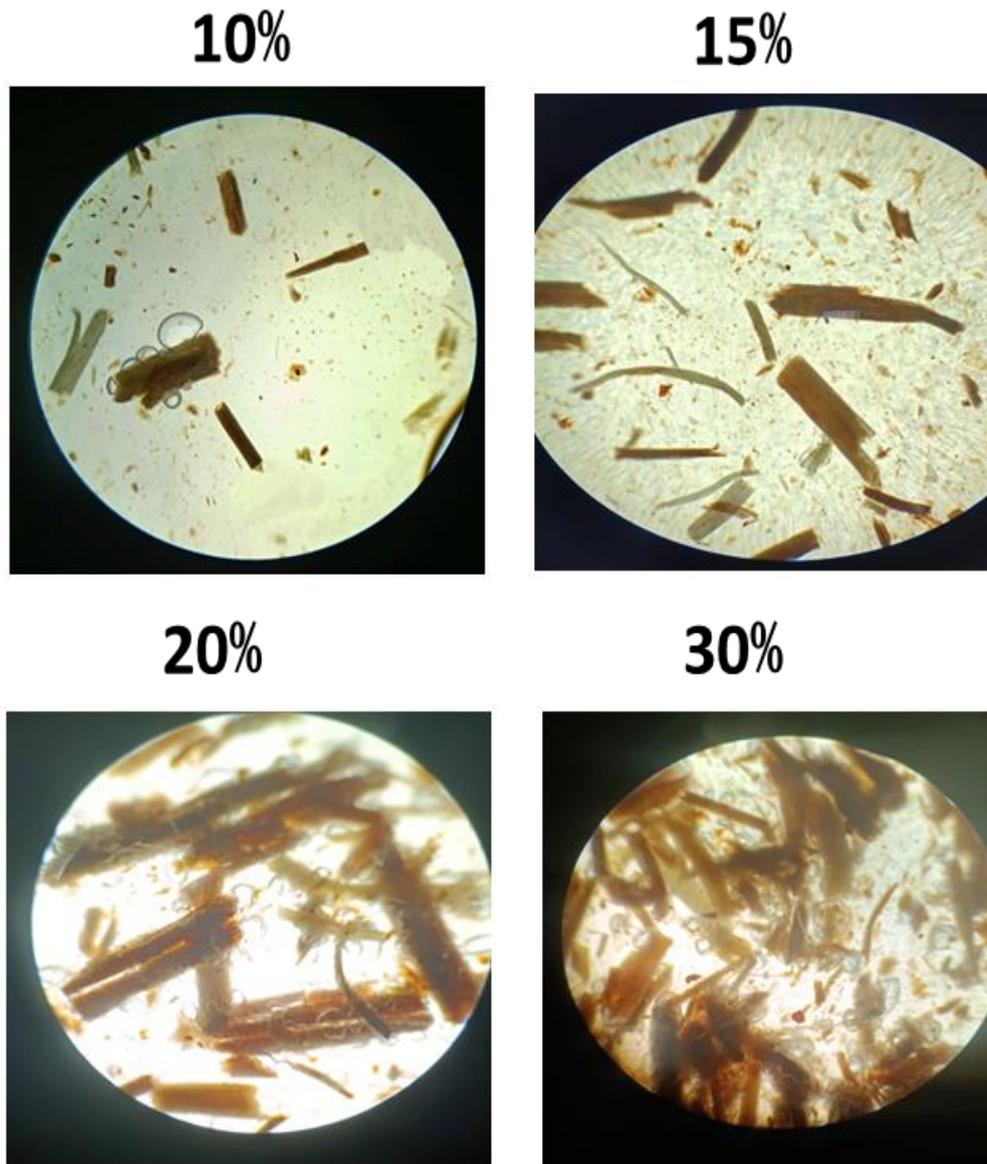
#### IV.4.1. Analyse de la morphologie par microscopie optique :

Les changements induits par différents pourcentages des fibres de washingtonia dans la matrice vierge du polyéthylène haute densité, sont observés par la microscopie optique. Les images obtenues pour les différentes formulations PEHD vierge, PEHD/WF.



**Figure IV.10:** Micrographie en microscopie optique de la surface PEHD vierge.

D'après la Figure de la micrographie de la surface du PEHD vierge, montre un état de surface homogène.



**Figure IV.11:** Micrographies en microscopie optique des surfaces des différents pourcentages de Bio-composite PEHD/WF (10% ,15%,20%,30%).

Pour la première charge avec 10 % des fibres, la figure de microscopie montre une distribution relativement homogène des fibres au sein de la matrice, avec une orientation uniforme et une taille de fibre régulière. Cependant, à mesure que la concentration de fibres augmente en réponse aux charges ultérieures (15 %, 20 % et 30 %), une augmentation de la densité des fibres est enregistrée, entraînant une agglomération des fibres à certains endroits et la présence de fibres avec une orientation modifiée. Ces observations donnent un aperçu de la

## Chapitre IV : Résultats et discussions

---

façon dont la concentration en fibres affecte la structure et les propriétés de Bio-composite. Ceci est important pour optimiser les performances des Bio-composite.

Ces fibres augmentent en nombre dans le Bio-composite hybride WF (20% ,30%). Ceci est dû à l'incompatibilité des deux phases en raison de la faible adhésion interfaciale entre Washingtonia à caractère hydrophile et le PEHD à caractère hydrophobe.

Ces résultats sont en bonne concordance avec ceux rapportés par **B. MEGHLOUI [18]**.

## Chapitre IV : Résultats et discussions

---

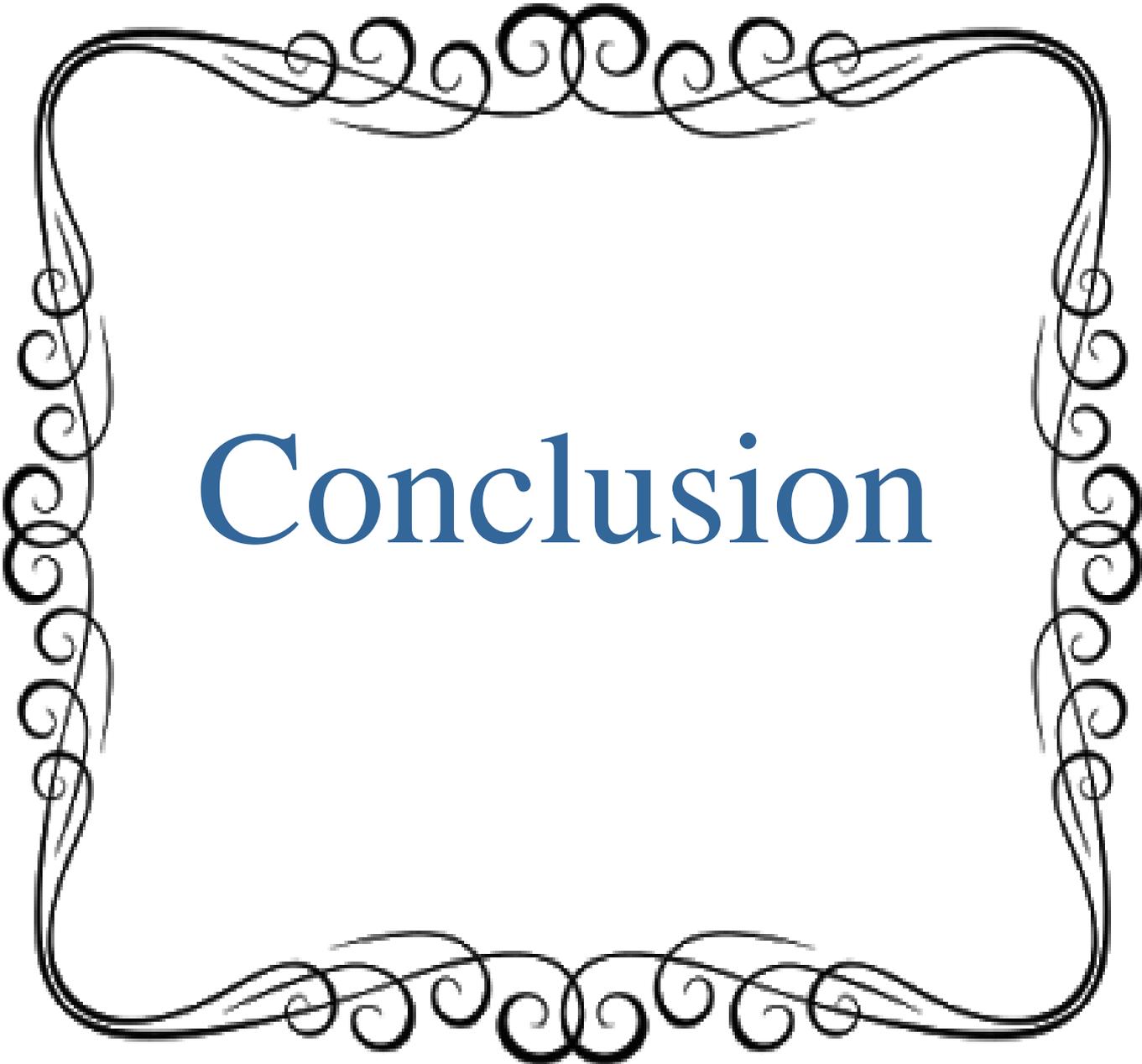
### Références bibliographiques :

- [1] B. DAIRI, « Effet de la taille des fibres lignocellulosiques sur propriétés thermique et mécaniques des composites polychlorures de Vinyle / Farine de bois ». Thèse de magister, Université de Bejaïa, 2010.
- [2] 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).
- [3] B. J. Lee, A.G. McDonald, B. James, « Influence of fiber length on the mechanical properties of wood-fiber/polypropylene prepreg sheets», *Materials research innovations*, 4, 97-103 (2001).
- [4] Andrzej K. Bledzki, Omar Faruk, Injection moulded microcellular wood fibre polypropylene composites, *Composites, Part A* 37, 1358–1367, 2006.
- [5] 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.
- [6] A.Espert, F.Vilaplana, S.Karlsson, « Comparision of water absorption in natural cellulosic fibers from wood and one- year crops in polypropylene composites and its influence on their mechanical properties», *Compos, Part A*, 35, 1267-1276 (2004).
- [7] P. V. Joseph, M. S. Rabello, L. H. C. Mattoso, K. Joseph, S. Thomas, «Environmental effects on the degradation behaviour of sisal fibre reinforced polypropylene composites». *Compos. Sci. Tech*, 62, 1357–1372 (2002).
- [8] DJILALI nouara, « Etude et valorisation du grignon d’olive dans le domaine des composites », Mémoire de Magister en Génie des Polymères, Université Abderrahmane Mira Béjaïa, (2008).
- [9] A. Balga, « Les thermoplastiques», CBD-158-F, IRC, Canada (1975).
- [10] KRIM Salem, « Etude et caractérisation des matériaux composites à base de polypropylène chargé avec la farine de grignon d’olive », Mémoire de Magister en Génie des Polymères, Université Abderrahmane Mira Béjaïa (2009).
- [11] NM. Stark, R. E. Rowlands, «Effects of wood fiber characteristics on mechanical properties of wood/polypropylene composites», *Wood and fiber science*, 35, 167-174 (2003).
- [12] Andrzej K. Bledzki, Omar Faruk,« Creep and impact properties of wood fibre/polypropylene composites: influence of temperature and moisture content», *Composites Science and Technology*, 64, 693–700, 2004 .

## Chapitre IV : Résultats et discussions

---

- [13] Ajay Karmarkar, S.S. Chauhan, Jayant M. Modak, Manas Chanda, Mechanical properties of wood–fiber reinforced polypropylene composites: Effect of a novel compatibilizer with isocyanate functional group, *Composites, Part A* 38, 227–233, 2007.
- [14] Djellali Souad, « Elaboration, Caractérisation et biodégradabilité des mélanges PEBD/PLA et PEBD/EGMA/PLA », Thèse de Doctorat en Génie des Polymères, Université Sétif 1 (2014).
- [15] MD. REZAUR RAHMAN, MD. MONIMUL HUQUE, MD. NAZRUL ISLAM, MAHBUB HASAN, « Mechanical properties of polypropylene composites reinforced with chemically treated abaca », *Composites Part A*, 40, 511-517, (2009).
- [16] 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).
- [17] S. IKHLEF, « Etude du comportement de composites PEBD/farine de Genêt d’Espagne avant et après traitement », Mémoire De Magister, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas Sétif, Algérie, (2011).
- [18] B. MEGHLAOU, «Elaboration et caractérisation d’un composite biodégradable à matrice polymère et renfort naturel ». Mémoire de Doctorat, université MOULOUD MAMMERI de Tizi-Ouzou, 2020.

A decorative border consisting of black, stylized scrollwork and floral patterns that frame the central text. The border is rectangular with rounded corners and intricate, symmetrical designs on all four sides.

# Conclusion

## Conclusion

---

### Conclusion

Les recherches menées dans ce travail visaient à développer des matériaux Biocomposites (charge/matrice), produit par un procédé de transformation (malaxeur à deux cylindres réalisé par moulage par compression). Le Biocomposite correspondants ont été préparés à partir d'une matrice thermoplastique (polyéthylène haute densité) /washingtonia filifera. Puis en identifiant les aspects physiques, mécaniques, rhéologiques et morphologique l'analyse des résultats expérimentaux nous ont permis de tirer les principales conclusions suivantes :

- ✚ La caractérisation physique par la mesure de la densité et l'absorption d'eau a permis de déduire que :
  - La densité de Bio-composite PEHD/WF à différents pourcentage (10%,15%20% et 30%)est nettement inférieure à celle de PEHD vierge. On peut dire que les charges utilisées confèrent aux composites élaborés une bonne légèreté.
  - Le taux d'absorption d'eau de Bio-composite élaboré PEHD/ WF à différents pourcentage (10%,15%20% et 30%) dépend du temps d'immersion et la nature des charges incorporées dans la matrice polymère.
- ✚ La caractérisation mécanique de Bio-composite élaboré a permis de déduire que :
  - Le comportement mécanique des composites PEHD/WF montre qu'avec l'augmentation du taux de charge de fibre de washingtonia dans la matrice PEHD, la contrainte à la rupture augmente et la déformation à la rupture diminue alors que le module d'élasticité augmente.
  - La résistance au choc de Biocomposite élaboré PEHD/ WF à différents pourcentages (10%,15%20% et 30%) a diminué par rapport à celle de PEHD vierge.
  - La dureté de Bio-composite élaboré PEHD/ WF à différents pourcentage (10%,15%20% et 30%) est supérieure à celle de PEHD vierge.
- ✚ La caractérisation rhéologique par la mesure de l'indice de fluidité a permis de déduire :
  - Une diminution de l'indice de fluidité de Bio-composite PEHD/ WF à différents pourcentage (10%,15%20% et 30%) par rapport à la valeur de PEHD vierge.
- ✚ La caractérisation morphologique par la microscopie optique de la matrice PEHD montre une surface homogène et régulière, contrairement au Bio-composite PEHD/ WF (10%,15%20% et 30%) qui décrivent nettement une surface hétérogène, irrégulière et la présence d'agrégats.