

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



Université 8mai 1945 Guelma

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département de Génie des Procédés

Mémoire de Projet de Fin d'Etudes

2^{ème} Année Master

**Elaboration et Caractérisation d'un Bio-composite à
Base de PEHD Recyclé et de la Fibre de Lin**

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie des Matériaux

Présenté par :

BERKOUS Radja

SOUFI Sofia

Sous la direction de :

Dr : HASSAINIA Abdelghani
Dr : BELAADI Ahmed

Encadreur / Université de Guelma
Co-encadreur / Université de Skikda

juillet 2019

Remerciement

En premier lieu, nous tenons à remercier Dieu, notre créateur pour nous avoir donné la force pour accomplir ce travail.

Nous tenons d'abord à exprimer nos reconnaissances et nos remerciements à nos parents pour leur encouragement et leur soutien moral et matériel indispensable tout au long de ces années.

Nous adressons nos vifs remerciements à notre encadreur Dr. Hssainia Abdelghani, et notre Co-encadreur Dr : Belaadi Ahmed qui a bien voulu diriger ce travail, avec beaucoup de compétence et de patience.

Nous exprimons nos reconnaissances au Président (e) et aux membres du jury qui ont bien voulu examiner ce travail.

Nous exprimons également toutes nos reconnaissances envers l'ensemble des membres du laboratoire "CP2K" qui a contribué à ce travail.

Un merci à tous ceux dont nous n'avons pas cité, qu'ils trouvent ici l'expression de notre sincère gratitude.

Nous remercions toute personne qui nous a aidées de près comme de loin pour réaliser ce travail.



Merci



Dédicace

*Grâce à Dieu tout puissant qui m'a
donné le courage, la volonté et la
force pour réaliser ce mémoire.*

Je dédie ce travail à :

*A celle qui a inséré le goût de la vie et le sens de
la
responsabilité....merci MÈRE.*

*A celui qui a été toujours la source d'inspiration
et de couragemerci PÈRE.*

A mes frères

A toute ma famille.

A mes amis sans exception.

Radja et sofia

Remerciement

Dédicaces

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction générale.....	1
Chapitre I : Génialités sur le recyclage et les Matériaux composites	
I.1 Généralité sur le recyclage.....	3
I.2 Notions sur le recyclage.....	3
I.3 Différentes méthodes de valorisation des déchets de matière plastiques.....	4
I.3.1 Valorisation énergétique.....	4
I.3.2 Recyclage chimique.....	4
I.3.3 Recyclage mécanique.....	5
I.4 Recyclage sous forme de mélanges de déchets de polymères.....	6
I.5 Mélange de polymères.....	7
I.5.1 Mélange miscible.....	7
I.5.2 Mélange non miscible.....	7
I.5.3 Mélange compatible.....	7
I.5.4 Comptabilisation.....	7
I.6 Le polyéthylène à haute densité recyclé : un choix durable.....	8
I.7 Quelques données statiques.....	9
I.8 Impacts du recyclage sur l'environnement.....	10
II. Généralités sur les composites.....	11
II.1 Définition.....	11
II.2 Différents types de composites.....	11
II.3 Composants des matériaux composites.....	12
II.3.1 Les charges et les additifs.....	13
II.3.2 La matrice.....	14
II.4 Matrice polymère à base de fibres naturelles.....	17
II.4.1 Matrices thermoplastique.....	17
II.5 Polyéthylène à haut densité (PEHD)	19
II.5.1 Histoire et développement.....	19

II.5.2 Propriétés des polyéthylènes hautes densité	20
II.5.3 Caractéristiques du PEHD	21
II.5.4 Avantages et Inconvénients du PEHD	22
II.5.5 Domaines d’application du PEHD	22
II.6 Le Renfort	23
II.7 Les fibres naturelles	24
II.8 Composites renforcés par fibres naturelles de lin	24
II.9 Enjeux des fibres naturelles comme renfort	24
II.10 Fibres végétales	25
III. Les fibres de lin techniques	28
III.2 Evolutions récentes dans le marché des fibres de lin	31
III.3 Influence des fibres sur le comportement du composite	31

Chapitre II : Techniques Expérimentales

II.1 Introduction	32
II.2 Présentation du complexe CP2K (POLYMED)	32
II.2.1 Implantation de POLYMED	32
II.3 Description de l’usine	33
II.4 Découpage du complexe	34
II.5 Organisation du complexe CP2K	35
II.6 Grades du PEHD produits au niveau de CP2K	35
II.7 Produits et matériaux utilisés	38
II.7.1 Résine (Matrice)	38
II.7.2 Charge (Fibres)	38
II.7.3 Propriétés	39
II.7.4 Intérêts	40
II.8 Préparation des mélanges PEHD-FL	40
II.8.1 Méthode d’élaboration de bio composite	41
II.8.2 La thermo- compression	42
II.8.3 Préparation des éprouvettes	44
II.9 Analyses mécaniques	46
II.9.1 Essai de résistance au choc (résilience izod)	46
II.9.2 Protocole expérimental pour le calcul de la résilience Izod	46
II.9.3 Test de la dureté (Dureté Shore)	48

Sommaire

II.10 Analyses physiques.....	49
II.10.1 La densité à 23°C.....	49
II.11 Analyses thermiques.....	50
II.11.1 Température de ramollissement (Vicat).....	50
II.11.2 l'indice de fluidité (Melt Flow Index: MFI).....	50

Chapitre III : Résultats et discussions

III.1 Introduction.....	53
III.2 Propriétés mécaniques.....	53
III.2.1 Dureté Shore D.....	53
III.2.2 La densité.....	55
III.3 La Résilience au choc Izod.....	55
III.4 Propriétés rhéologiques.....	57
III.4.1 Indice de fluidité (Melt Flow Index: MFI)	57
III.4.2 La température du ramollissement Vicat.....	59
III.5 L'analyse par spectroscopie infrarouge.....	61
III.6 Conclusion.....	65
Conclusion général.....	66

Les références bibliographiques

Annexes

Chapitre I : Généralités sur le recyclage et les matériaux composites

Figure I.1 : Interdépendance dans la nomenclature des mélanges polymères.....	8
Figure I.2 : Le label PEHD.....	9
Figure I.3 : Evolution des importations du PEHD, PP et PS (en Tunisie).....	10
Figure I.4 : Matériau composite.....	11
Figure I.5 : Composants des matériaux composites.....	12
Figure I.6 : plante et la poudre de maïs.....	14
Figure I.7 : Différents types de matrices utilisées dans les composites.....	15
Figure I.8 : Types de renforts.....	23
Figure I.9 : Classification des fibres végétales selon l'origine.....	26
Figure I.10 : Plante et fibre de lin.....	29

Chapitre II : Techniques Expérimentales

Figure II.1 : Position géographique du complexe CP2K.....	33
Figure II.2 : Découpage du complexe.....	34
Figure II.3 . Organigramme du complexe CP2K.....	35
Figure II.4 : Organigramme de réalisation un matériau composite (PEHD renforcée par fibre végétales).....	37
Figure II.5 : Photo représentatif du PEHD (5502) sous forme de poudre et granulés.....	38
Figure II.6 : Photo représentatif la fibre de lin.....	39
Figure II.7 : Fibre de lin coupé en très petits morceaux de (3 mm à 5 mm)	39
Figure II.8 : Différents pourcentages de fibres de lin dans le PEHD	41
Figure II.9 : Plaques du nouveau matériau composite obtenu après la presse	44
Figure II.10 : Appareillage d'une poinçonneuse « Presse pneumatique à découper ».....	45
Figure II.11 . Entailleuse de marque CEAST type 6951.....	45
Figure II.12 : Appareillage pour le calcul de la résilience IZOD	46
Figure II.12.1 : Eprouvette avant le test.....	47
Figure II.12.2 : Eprouvette après le test.....	47
Figure II.12.3 : Eprouvettes d'essai IZOD.....	47

Liste des Figures

Figure II.13 : Appareillage de mesure de la dureté Shore D.....	48
Figures II.14 : Dispositif utilisé pour déterminer la densité.....	49
Figure II.15 : Appareillage de mesure de la température de ramollissement Vicat	50
Figure II.16 : Appareillage de mesure du Melt Flow Index	51

Chapitre III : Résultats et discussions

Figure III.1 : Variation de la dureté SHOR D en fonction des pourcentages de fibre de lin.....	54
Figure III.2 : Variation de la résilience Izod en fonction des pourcentages de FL-PEHD-M	57
Figure III.3 : Variation du MFI en fonction des pourcentages de fibre de lin	59
Figure III.4 : Variation de la température Vicat en fonction des pourcentages de fibre de lin.....	60
Figure III.5 : Spectre infrarouge expérimental du composite PEHD-FL 23%.....	61
Figure III.6 : Spectre infrarouge expérimental du composite PEHD-FL 25%.....	62
Figure III.7 : Spectre infrarouge expérimental du composite PEHD-FL 27,5%.....	62

Chapitre I : Génialités sur le recyclage et les Matériaux composites

Tableau I.1: Différents types de composites.....	12
Tableau I.2: Caractéristiques des résines thermodurcissables.....	16
Tableau I.3: Caractéristiques des résines thermoplastiques.....	17
Tableau I.4: Les propriétés du PEHD.....	21
Tableau I.5: Les principaux avantages et inconvénients.....	22
Tableau I.6: Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales.....	27
Tableau I.7: Propriétés mécaniques des fibres naturelles en comparaison avec des fibres de renforcement conventionnel.....	27

Chapitre II : Techniques Expérimentales

Tableau II.1 : Les différents grades du PEHD produits au niveau de CP2K et ses utilisations.....	36
Tableau II.2 : Principales caractéristique du PEHD.....	38
Tableau II.3 : Présentation des mélanges PEHD-FL-MAIS.....	40
Tableau II.4 : Conditions opératoires de la presse pour les mélanges PEHD-FL.....	43

Chapitre III : Résultats et discussions

Tableau III.1 : Variation de Dureté Shore D en fonction de fibre de lin.....	53
Tableau III.2 : Résultats de la densité à 23°C pour les mélanges PEHD-F.....	55
Tableau III.3 : Résultats du travail Izod pour le mélange PEHD-FL.....	56
Tableau III.4 : Résultats de la résilience Izod pour le mélange PEHD-FL-M.....	56
Tableau III.5 : Résultats du MFI pour les mélanges PEHD-FL.....	58
Tableau III.6 : Résultats du point du ramollissement Vicat pour les mélanges PEHD-FL.....	60
Tableau III.7 : Principales groupements fonctionnels des composites.....	63

Résumé

La production des matériaux composites se développe rapidement dans le monde entier. Ces composites associent une matrice plastique et un renfort. En générale ces nouveaux matériaux possèdent un avantage important de la possibilité d'améliorer leurs propriétés par rapport à la matrice vierge.

Dans notre étude, l'apport de l'incorporation de la fibre de lin et le poudre de maïs avec le polyéthylène haute densité à différents pourcentages par le malaxeur, nous a conduits à un matériau composite de polyéthylène haute densité-fibre de lin et poudre de maïs (PEHD-FL-

M) avec des propriétés thermiques physiques et mécaniques améliorées (Densité à 23 °C, Résilience (IZOD), dureté SHOR D, température de ramollissement Vicat, L'analyse par spectroscopie infrarouge et indice de fluidité). Les résultats de tous les tests ont été effectués au sein du laboratoire du complexe CP2K et à l'université de Guelma.

Les objectifs de ce travail ont donc été atteints avec comme matériaux composites les plus prometteurs sont ceux dont la charge est entre 23 et 25% fibre de lin.

Mots clés : Bio-composite, fibre de lin, polyéthylène à haute densité, recyclage

Abstract

The production of composite materials is growing rapidly worldwide. These composites combine a plastic material and reinforcement. In general these new materials have an important advantage of the possibility to improve their properties compared to the virgin matrix.

In our study, the contribution of the incorporation of flax fiber and corn powder with high density polyethylene at different percentages by the kneader, led us to a composite material of high density polyethylene-flax fiber and ground powder. corn (HDPE-FL-M) with improved physical and mechanical thermal properties (Density at 23 ° C, Resilience (IZOD), SHOR D hardness, Vicat, Infrared spectroscopy analysis and Melt Index).The results of all the tests that have been carried out in the laboratory of the CP2K complex and at the University of Guelma.

The objectives of this work have therefore been achieved with the most promising composite materials being those with a load of between 23 and 25% flax fiber.

Key words: Bio-composite, flax fiber, high density polyethylene, recycling.

Liste des abréviations

CFN : Composite à Fibres Naturelles.

PA : Polyamide.

PET : Polytéraphalate Ethylénique.

PS : Polystyrène.

PS : Polysulfures.

PEHD : Polyéthylène Haute Densité.

FL : Fibre de Lin.

M : Maïs.

PP : Polypropylène.

PVC : Polychlorure de Vinyle.

T_f : température de fusion.

P : Masse Volumique.

E : Module d'élasticité en Traction.

σ_t^R : Contrainte à la Rupture en Traction.

ε_t^R : Allongement à la Rupture.

σ_c^R : Contrainte à la Rupture en Flexion.

PE : Polyéthylène.

PC : Polycarbonate.

PEEK : Polyéther-Ether-Cétone.

PEBD : Polyéthylène Basse Densité.

Liste des abréviations

PEBDL : Polyéthylène à Basse Densité Linéaire.

PE-UHPM : Polyéthylène à Masse Molaire Elevée.

PE-R : Polyéthylène Réticulé.

PE-RHD : Polyéthylène Réticulé à Haute Densité.

PE-MD : Polyéthylène à Moyenne Densité.

PE-TBD : Polyéthylène à Très basse Densité.

LDPE: Low Density Polyethylene.

HDPE: High-density Polyethylene.

FDA : Food and Drug Administration.

POLYMED : Méditerranéenne des Polymères.

FIR : La Force d'Intervention et de Réserve.

CP1K : Complexe Pétrochimie 1 Skikda.

CP2K : Complexe Pétrochimie 2 Skikda

MI: Melt Index.

Cr: Chrome.

USA: United States of America.

ADM : Administratif.

FL : Fibre de lin.

CO₂ : Dioxyde de carbone.

ASTM: American Society for Testing and Materials.

Liste des abréviations

ISO : Organisation Internationale de Normalisation.

R : Résilience.

W_n : Travail nécessaire.

S : Section au droit de l'entaille.

MFI: Melt Flow Index.

IZOD: Un test Mécanique.

FTIR: Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier.

INTRODUCTION

Introduction

De nos jours, les besoins grandissants en matériaux plus performants ont contraint l'homme à associer deux ou trois composants différents pour l'élaboration de nouveaux produits à propriétés améliorées. En effet, la combinaison des constituants aux caractéristiques complémentaires, engendrent des propriétés attrayantes et indispensables dans certaines applications. Les matériaux, obtenus de cette manière sont appelés « composites ». Ils constituent actuellement un domaine privilégié de la recherche scientifique. [1,2]

Les recherches précédentes sur ces matériaux se sont intéressées au développement de composites à renfort, synthétique [3], organique [4] ou minéral [5]. Mais récemment, avec le développement du renfort naturel, une nouvelle voie dans le secteur de la recherche sur les polymères s'est avéré prometteuse [6]. Les composites à fibres végétales sont très demandés actuellement dans plusieurs secteurs, notamment l'industrie automobile. En raison de leur biodégradabilité, ces fibres représentent de meilleures alternatives aux fibres de verres [2]. En plus, elles contribuent à la réduction des gaz à effet de serre puisque leur combustibilité est beaucoup plus neutre en termes de gaz nocifs.

Le recyclage ou la revalorisation des déchets plastiques pour le développement de nouveaux matériaux tels que les composites représente une excellente approche pour l'élimination des déchets, la sauvegarde de l'environnement et la protection des ressources.

Le polyéthylène à haute densité (PEHD) est l'un des plastiques les plus utilisés au monde, c'est un polymère de grande diffusion et son recyclage en fin de cycle présente un grand intérêt pour le développement durable [7-8].

Le lin est une plante sauvage très répandue qu'on peut cultiver pour ses fibres et la valoriser comme renfort dans le domaine des composites.

L'objectif du travail proposé dans ce mémoire réside dans l'exploitation du plastique recyclé à savoir le « PEHD » ainsi que la valorisation de la fibre de lin en vue de produire un bio-composite qui sera plus au moins biodégradable en fin de vie et pourra se substituer avantageusement aux bio-composites traditionnels à base de renfort synthétique.

Ce mémoire est constitué de trois chapitres dont le premier est une étude bibliographique destinée à décrire les plastiques et leur recyclage, les matériaux composites et leurs constituants (matrice, renforts...), des informations sur le PEHD et la fibre de lin.

Introduction générale

Le deuxième chapitre décrira le lieu du stage et exposera l'ensemble des techniques d'élaboration des matériaux ainsi que les méthodes de caractérisation mécaniques, physiques et chimique à savoir, la dureté Shore D, l'indice de fluidité (MFI) , la densité, Vicat et l'infrarouge.

Enfin le chapitre trois sera consacré aux résultats et discussions.

Chapitre I :
Généralité sur le recyclage
et les matériaux
composites

I.1 généralité sur le recyclage :

I.2 Notions sur le recyclage :

Le « recyclage » est la création de nouvelles matières, ou le renouvellement des matières initiales, par le biais du traitement des déchets, (cela comprend le recyclage organique mais pas le recyclage énergétique). Le recyclage des produits en fin de vie passe par l'organisation de filières spécialisées permettant à toutes les entreprises et/ou tous les particuliers de permettre la récupération des déchets. Ci-dessous est représenté un schéma simplifié du processus de recyclage, qui va de la collecte à la fabrication d'un nouveau produit issu des déchets.

Le recyclage constitue bel et bien un retour de la matière à la matière, avec une constante, l'atome concerné. Mais le recyclage peut-être aussi perçu comme une réutilisation de produit ou de matière dans d'autres applications, voire comme une transformation de matière en énergie.

Ceci nous amène à définir les notions de recyclage en boucle ouverte et recyclage en boucle fermée :

- Recyclage en boucle ouverte

C'est le cas le plus fréquent du recyclage matière. Un matériau, contenu dans produit, participe à la naissance d'un produit différent, en complément ou non d'une matière première de même nature.

Ainsi, dans le cas de l'acier, une boîte de conserve peut-elle être transformée en acier pour automobile et réciproquement.

- Recyclage en boucle fermée

Ceci correspond à un cas de figure plus rare, assez théorique et, malgré tout, prôné par les puristes du recyclage.

Bien qu'elle apparaisse plus séduisante sur le plan conceptuel, la boucle fermée s'oppose souvent à la réalité économique du marché des produits à recycler que nous appellerons, dans la suite de cet article, les matières secondaires, par symétrie avec les matières premières.

Ainsi, dans le cas de l'acier, la proximité d'une acières avec une source de ferrailles prime-t-elle sur la nature du produit qui génère cette source. [10]

I.3 Différentes méthodes de valorisation des déchets de matière plastiques :

En dehors de la mise en décharge, polluante et de plus en plus réglementée, trois voies principales de valorisation des déchets plastiques sont possibles : [11]

I.3.1 Valorisation énergétique :

Il s'agit du traitement des déchets plastiques par incinération (combustion totale), avec ou sans récupération d'énergie. Les déchets plastiques constituent un apport calorifique non négligeable qui peut être valorisé par récupération de la chaleur produite utilisable directement pour le chauffage ou sous forme d'énergie électrique. [12]

Pratiquement tous les plastiques peuvent être incinérés. Cependant, la dégradation de certains matériaux peut dégager des composés toxiques (acide chlorhydrique dans le cas du polychlorure de vinyle, acide nitrique pour le polyamide, acide sulfurique pour certains caoutchoucs...).

I.3.2 Recyclage chimique :

Cette valorisation vise à décomposer les molécules constituant des déchets plastiques en matières premières (monomères, oligomères ou combustibles) réutilisables dans les raffineries, la pétrochimie et la chimie. On distingue :

La pyrolyse : c'est la décomposition des molécules par chauffage sous vide. Ce procédé conduit à des hydrocarbures liquides ou gazeux utilisables ultérieurement dans les raffineries.

L'hydrogénation : C'est le traitement par l'hydrogène et la chaleur des macromolécules qui sont craquées en huiles hydrocarbonées utilisables dans les raffineries et les usines de produits chimiques. **La gazéification** : les plastiques sont chauffés en présence d'air ou d'oxygène. Le gaz de synthèse résultant est constitué de monoxyde de carbone et d'hydrogène qui peut être utilisé dans la production de méthanol, d'ammoniac ou comme agent réducteur dans la production d'acier.

I.3.3 Recyclage mécanique :

Le principe de ce type de valorisation des déchets est plus ou moins complexe et est envisagé depuis de nombreuses années. Il regroupe l'ensemble des méthodes de valorisation des déchets plastiques dans lesquelles les matériaux sont réutilisés tels quels ou après modification chimique. Un certain nombre d'opérations doit être prévu avant le recyclage mécanique : il s'agit de la collecte, du tri, de la ségrégation des plastiques, du déchetage, du lavage, du séchage et de la granulation.

La collecte :

La collecte constitue une contrainte majeure, ce qui impose une organisation efficace afin de diminuer le coût de transport, qui une fois maîtrisé réduira considérablement le problème

De la récupération. Les déchets en phase post-consommation sont généralement mélangés et pollués lorsqu'on les récupère dans le flux des déchets municipaux.

C'est pour cette raison que des efforts ont été faits pour encourager les consommateurs à séparer les types de déchets en matières plastiques, au moins ceux qui sont faciles à identifier. Il peut s'agir par exemple de bouteilles ou de sacs de supermarché. Il existe plusieurs types de collecte :

- ◆ La collecte globale : c'est une collecte multi matériaux où la phase organique des ordures ménagères est mélangée avec l'ensemble des autres déchets.
- ◆ La collecte sélective : elle a pour objectif de sélectionner, au départ des ménages, un ou plusieurs types de matériaux afin de faciliter leur valorisation ou leur élimination ultérieure.
- ◆ La collecte spécifique : exemple : bouteilles PET transparentes.

Le tri :

La récupération des matières plastiques dans les déchets municipaux mélangés, demande actuellement beaucoup de main-d'œuvre et il faudra se concentrer sur la mise au point de systèmes automatisés économiques. La capacité à séparer les matières plastiques pour un coût raisonnable est un facteur clef dans le développement éventuel d'une technologie de recyclage. Il s'agit de séparer la fraction plastique des autres fractions à savoir : les papiers, les textiles, les métaux et les verres et de séparer ensuite les différents types de matières plastiques. Il s'effectue généralement en plusieurs étapes :

- ◆ Le tri généralement manuel sur un tapis convoyeur ;
- ◆ Le broyage grossier d'abord, puis fin des matières plastiques;
- ◆ Le lavage ;
- ◆ Le tri automatique des constituants qui met à profit les différences de propriétés physiques caractérisant les composants des déchets : la taille, la densité, la susceptibilité magnétique, la conductivité électrique, la couleur, etc.
- ◆ La séparation par voie chimique peut également parfois permettre d'extraire préférentiellement un polymère du mélange de déchets par dissolution et précipitation différentielle.

Cette technique de recyclage semble aisée, mais elle se heurte à de nombreux problèmes. En effet, les méthodes de séparation et de tri des matières plastiques sont onéreuses et ne se justifient que pour des produits d'un coût élevé. D'autre part, les déchets en phase post-consommation sont généralement pollués lorsqu'on les récupère dans le flux des déchets municipaux. [13-14]. La pollution par les contenus (huile, graisse, produits chimiques...), les étiquettes, les bouchons, les charges, les inserts et les stabilisants qui sont entrés en contact avec le polymère lors de son utilisation peut entraîner une forte modification des propriétés du matériau après une seconde mise en œuvre.

En essayant de contourner ces problèmes, certains industriels ont développé des procédés de recyclage des matières plastiques en mélanges dans la mesure où l'ensemble des fractions polymères considérées garde après mélange une bonne aptitude à la transformation selon les procédés conventionnels sans qu'il y ait une macro-séparation de phases néfaste aux propriétés. [11]

I.4 Recyclage sous forme de mélanges de déchets de polymères :

Il peut s'avérer pratiquement (séparation délicate) ou économiquement (diminution du coût de recyclage en évitant l'étape de tri) intéressant de recycler des déchets plastiques sous forme de mélanges contenant deux produits ou plus ; le problème est que les polymères impliqués sont généralement incompatibles, lorsqu'on veut faire un mélange, on essaye de disperser au mieux une phase dans l'autre. Pour cela, on est parfois amené à utiliser un composé supplémentaire qui permettra de compatibiliser le mélange en améliorant ses propriétés.

I.5 Mélange de polymères :

Mélange de polymères et / ou copolymères, la plupart de temps chimiquement différents.

I.5.1 Mélange miscible :

Mélange de polymère se comportant comme un système monophasé à l'échelle moléculaire. Son comportement est celui d'un homopolymère. Ses propriétés varient avec la composition suivant une loi de mélange simple. Les constituants du mélange peuvent être des polymères homologues, généralement avec des distributions en masses molaires étroites, ou bien de nature différente (exemple : polyphénylène éther/ polystyrène PPE/PS).

I.5.2 Mélange non miscible :

Mélange mécanique de deux polymères non miscibles, dont les propriétés dépendent de la technique et des paramètres de transformation. Le contrôle de la morphologie est alors délicat et conditionne les propriétés (exemple : polyéthylène téréphtalate/ polyamide 66 PET/PA66).

I.5.3 Mélange compatible :

Terme essentiellement utilitaire, qualifiant des alliages intéressants économiquement, homogène à l'œil nu, avec amélioration sensible d'une propriété physique. Il s'agit d'un mélange non miscible avec modification des propriétés interfaciales ou /et de la morphologie.

I.5.4 Comptabilisation :

Procédé physique ou chimique, modifiant les propriétés interfaciales des mélanges de polymères non miscibles, qui permet d'obtenir une bonne stabilité des phases en présence (évite la séparation des constituants du mélange). Cette modification conduit aux 'alliages'.

[11]

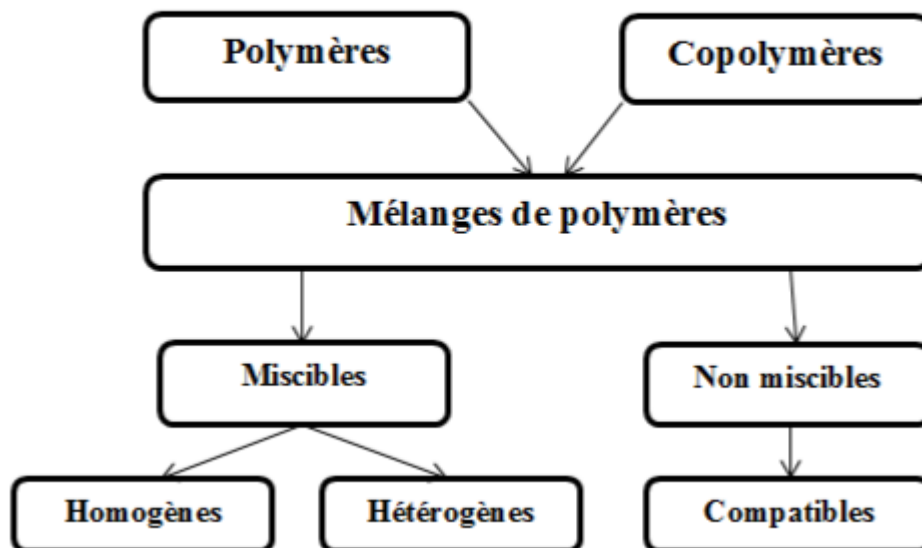


Figure I.1 : Interdépendance dans la nomenclature des mélanges polymères.

I.6 Le polyéthylène à haute densité recyclé : un choix durable :

Le PEHD est utilisé depuis plus de 30 ans à grande échelle pour la réalisation de réseaux hydrauliques de toutes sortes et sa fiabilité exceptionnelle n'est plus à démontrer. Le PEHD possède donc des caractéristiques mécaniques supérieures et permet de fabriquer des tubes de pression nominale plus élevée (jusqu'à 25 bar) avec épaisseurs réduites. La contribution du PE à l'amélioration du rendement des réseaux est importante et durable :

- Homogénéité des tubes et raccord offrant la garantie d'une absence de corrosion par le terrain.
- Flexibilité lui permettant d'accepter sans dommage les éventuels mouvements du terrain.
- Raccordement par soudage afin d'éliminer le maximum de joints enterrés tout en renforçant mécaniquement la canalisation.
- Résistance durable à la pression et aux surpressions alliées à une durée de vie importante : 16 bar à 50 ans à 20°C et avec un coefficient de sécurité à l'éclatement supérieur à 3.
- Performance hydraulique durable: encrassement insignifiant, pertes de charges réduites et haute résistance à l'abrasion. [15]

Le PEHD (Polyéthylène Haute Densité) est un plastique opaque, résistant aux chocs, imperméable à l'eau, à certains produits chimiques, au gaz et aux arômes.

Il est utilisé pour les bouteilles de détergents, lessives, de produits d'hygiène

(shampooing, gel douche) ou encore les bouteilles de lait, les bouteilles en plastique sont broyées pour former des granules, qui seront retransformés en emballages type arrosoirs, canalisations, bacs à fleurs.

Enfin, le label PEHD « avec le chiffre 2 au milieu », permet d'identifier les emballages plastiques fabriqués avec du Polyéthylène Haute Densité. Ces emballages sont donc recyclables et doivent être jetés dans la bonne poubelle de tri.



Figure I.2 : Le label PEHD.

I.7 Quelques données statiques :

En Tunisie, le secteur des industries plastiques est limité à la transformation de polymères et 'résines' importées puisqu'il n'existe pratiquement pas d'unités de production de polymères dans le pays. Cependant, l'industrie de transformation des plastiques a évolué considérablement ces dernières années. La branche plastique a présenté une croissance annuelle de 9% entre 1996 et 2000 avec une valeur ajoutée de 40% imputable à l'introduction de nouvelles technologies ainsi qu'à l'acquisition de machines modernes. En Tunisie, les secteurs de consommation courante des plastiques concernent l'emballage et le conditionnement, le bâtiment, les pièces techniques, les articles sanitaires et ménagers...

Les importations des matières plastiques concernent essentiellement les matières premières thermoplastiques et thermodurcissables. En effet, en 1998, l'importation de matières plastiques pour la transformation a été estimée à 152 000 tonnes pour une valeur totale de 145 millions de dinars. [11]

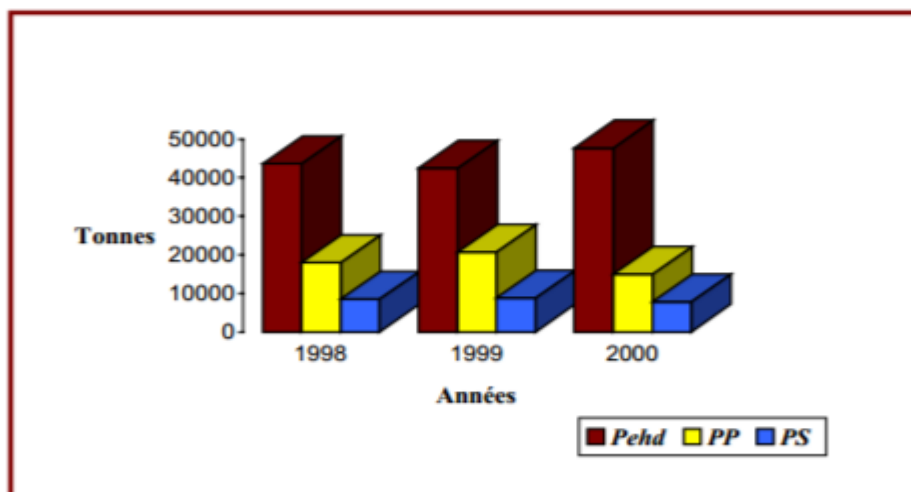


Figure I.3 : Evolution des importations du PEHD, PP et PS (en Tunisie).

La Figure I.3 représente l'évolution des importations de PEhd, PP et PS respectivement pour les années 1998, 1999 et 2000. Dans le cas du PEHD on remarque une augmentation (de 43 587 tonnes en 1998 à 47 715 tonnes en 2000), alors que pour le PS la valeur des importations sont restée pratiquement constante et elle a diminué légèrement pour le PP (de 17 956 Tonnes en 1998 à 14 999 Tonnes en 2000) contrairement à l'Europe où ce polymère connaît une croissance importante de consommation. Le polyéthylène, le polystyrène et le polypropylène sont donc des polymères dont la consommation est très importante en Tunisie. De ce fait, ils font partie des composants majoritaires des déchets plastiques.

I.8 Impacts du recyclage sur l'environnement :

Les bénéfices économiques et environnementaux du recyclage sont considérables : il permet de protéger les ressources, de réduire les déchets, de créer des emplois, de protéger la nature et d'économiser les matières premières (Protection des richesses naturelles) [16].

Le recyclage permet de réduire l'extraction de matières premières :

- l'acier recyclé permet d'économiser du minerai de fer.
- chaque tonne de matière plastique recyclée permet d'économiser 700 kg de pétrole brut.
- le recyclage de 1 kg d'aluminium peut économiser environ 8 kg de bauxite, 4 kg de produits chimiques et 14 kWh d'électricité.

- l'aluminium est recyclable à 100 % ; 1 kg d'aluminium donne 1 kg d'aluminium (après avoir été fondu).

- chaque tonne de carton recyclé fait économiser 2,5 tonnes de bois.
- chaque feuille de papier recyclé fait économiser 1 l d'eau et 2,5 W d'électricité [9].

II. Généralités sur les composites :

II.1 Définition :

Un matériau composite est fabriqué à partir de deux matériaux différents à l'échelle macroscopique ou plusieurs matériaux non miscibles (mais ayant une forte capacité de pénétration) dont les propriétés se complètent. Le nouveau matériau ainsi constitué, hétérogène, possède des propriétés que les composants seuls ne possèdent pas.

Les matériaux composites sont conçus sur le principe déjà exploité dans la nature, comprennent deux composants (Figure I.1): la matrice et des renforts (fibres). [17]

Donc, le renfort apporte au matériau composite ses performances mécaniques, alors que la matrice a pour rôle de transmettre aux fibres les sollicitations mécaniques extérieures et de protéger les fibres vis-à-vis des agressions extérieures. [18]

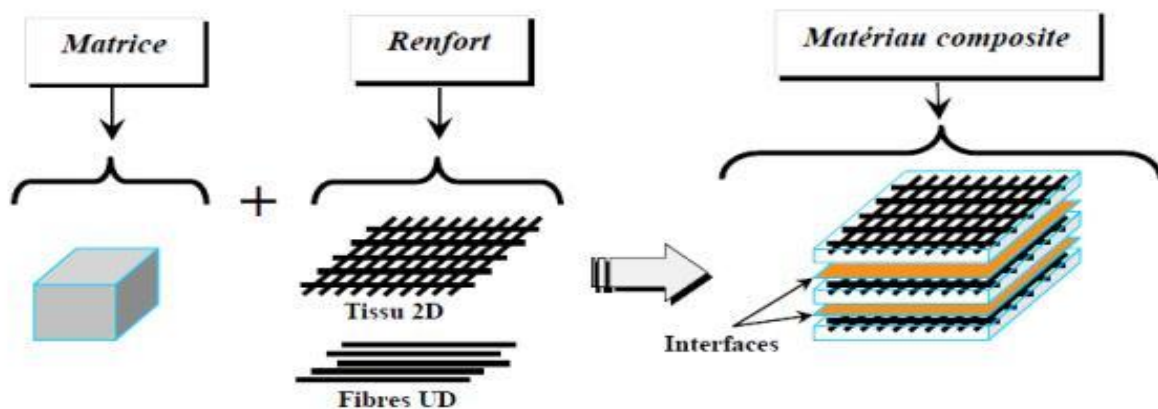


Figure I.4 : Matériau composite.

II.2 Différents types de composites :

Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites dont les principaux sont résumés dans le Tableau I. 1 suivant :

Tableau I.1 : Différents types de composites. [19]

Type de composite	Constituants	Domaines d'application
1. Composites à matrice organique Papier, carton Panneaux de particules Panneaux de fibres Toiles enduites Matériaux d'étanchéité Pneumatiques Stratifiés Plastiques renforcés	Résine/charges/fibres cellulosiques Résine/copeaux de bois Résine/fibres de bois Résines souples/tissus Elastomères/bitume/textiles Caoutchouc/toile/acier Résine/charges/fibres de verre, de carbone, etc. Résines/microsphères	Imprimerie, emballage, etc. Menuiserie Bâtiment Sports, bâtiment Toiture, terrasse, etc. Automobile Domaines multiples
2. Composites à matrice minérale Béton Composite carbone carbone Composite céramique	Ciment/sable/granulats Carbone/fibres de carbone Céramique/fibres céramiques	Génie civil Aviation, espace, sports, bio-médecine, etc. Pièces thermomécaniques
3. Composites à matrice métallique	Aluminium/fibres de bore Aluminium/fibres de carbone	Espace
4. Sandwiches Peaux Ames	Métaux, stratifiés, etc. Mousses, nids d'abeilles, balsa, plastiques renforcés, etc.	Domaines multiples

II.3 Composants des matériaux composites :

Les principaux constituants des matériaux composites sont résumés dans la figure I.5

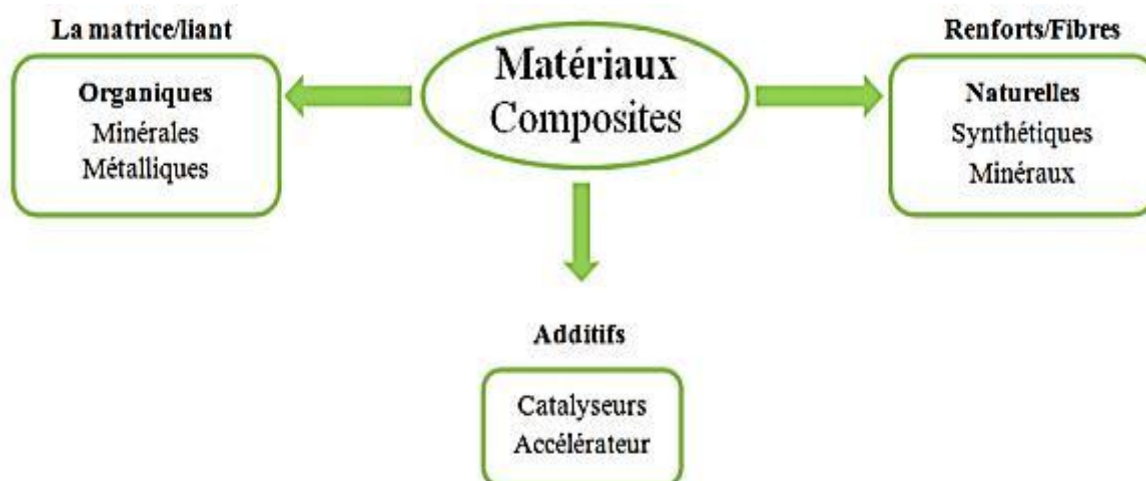


Figure I.5 : Composants des matériaux composites.

II.3.1 Les charges et les additifs :

II.3.1.1 les charges :

➤ **Charges renforçantes :**

L'objet de l'incorporation de charges renforçantes est d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la résine. Ces charges peuvent être classées suivant leur forme géométrique en

- Charges sphériques.
- Charges non sphériques. [20]

➤ **Charges non renforçantes :**

Les charges non renforçantes ont pour rôle soit de diminuer le coût des résines en conservant les performances des résines, soit d'améliorer certaines propriétés des résines. Parmi ces classes on trouve :

- Charges de faible coût.
- Charges ignifugeantes.
- Charges conductrices et antistatiques.

II.3.1.2 Les additifs :

Les additifs se trouvent en faible quantité (quelques % et moins) et interviennent comme :

- Lubrifiants et agents de démoulage,
- Pigments et colorants,
- Agents anti-retrait,
- Agents anti-ultraviolets,

Nous utilisons dans ce thème un additif de maïs comme le solvant.

II.3.1.3 Le Maïs :

Le maïs (*Zea mays* L., ou *Zea mays* subsp. *mays* (autonyme)), appelé blé d'Inde au Canada¹, est une plante herbacéetropicale annuelle de la famille des Poacées (graminées), largement cultivée comme céréale pour ses grains riches en amidon, mais aussi comme plante fourragère. Le terme désigne aussi le grain de maïs lui-même. [21]

Le maïs est une plante étonnante par la diversité de ses utilisations: maïs doux, maïs popcorn pour les humains, maïs fourrage pour les animaux et également dans les domaines alimentaires en amidonnerie, semoulerie et distillerie. Mais le maïs n'est pas utilisé que dans l'alimentation. Il est employé en cosmétologie, en papeterie et de nouvelles perspectives s'ouvrent vers les biocarburants ou les plastiques biodégradables. Et pour les matériaux biodégradables, le maïs, là aussi, est très polyvalent. [22]



Figure I.6 : plante et la poudre de maïs. [21]

II.3.2 La matrice :

En général, les matrices ont essentiellement pour rôle de lier les fibres, de transférer les contraintes imposées sur le matériau aux fibres, de les protéger contre les agressions extérieures et de donner la forme finale du matériau. Il existe plusieurs types de matrices (résines), qui peuvent être classées en matrices organiques (thermoplastiques ou thermodurcissables, élastomères), et minérales (métallique, céramique). [23]

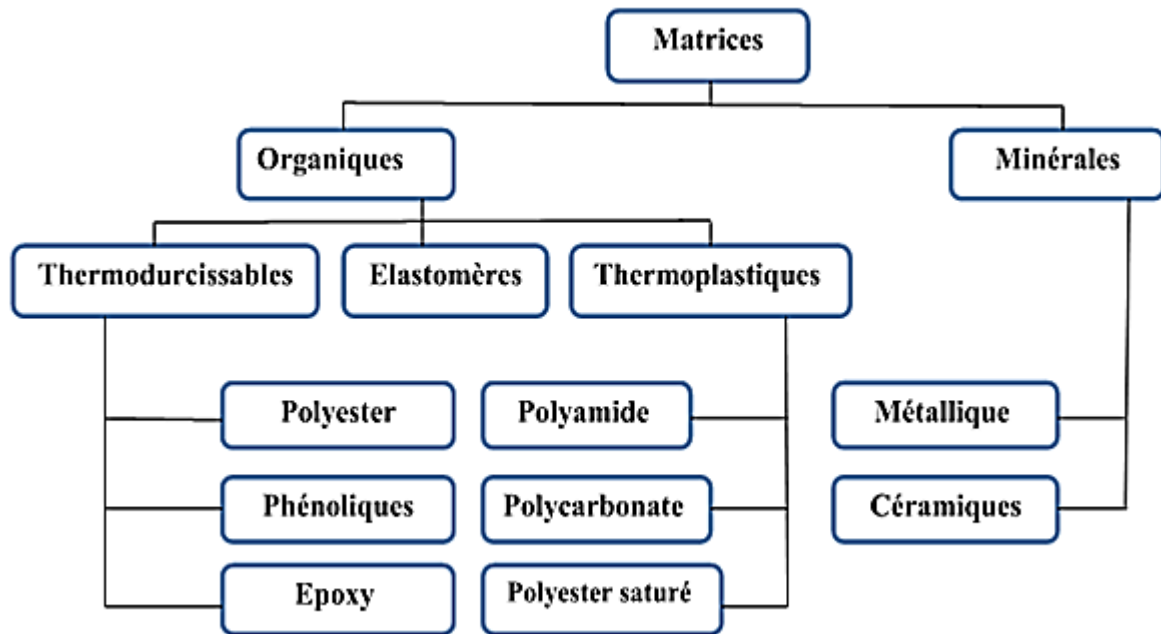


Figure I.7 : Différents types de matrices utilisées dans les composites.

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

a) Résines thermodurcissables:

Les thermodurcissables sont des polymères qui ne peuvent être mis en forme qu'une seule fois mais possèdent des propriétés mécaniques (traitement thermique ou physico-chimique). Et thermomécaniques élevées, Ces résines ont donc la particularité de ne pouvoir être mises en forme.

Qu'une seule fois. Les principales résines thermodurcissables utilisées dans la mise en œuvre des matériaux composites sont par ordre décroissant en tonnage. [24]

Puis, elles sont en solution sous forme de polymère non réticulé en suspension dans des solvants. Les résines polyesters insaturées, les résines de condensation (phénoliques, amioplastes, furaniques) et les résines époxy sont des résines thermodurcissables. Les matériaux les plus performants ont des caractéristiques mécaniques élevées et une masse volumique faible. [25] Ces caractéristiques sont présentées dans le tableau :

Tableau I.2 : Caractéristiques des résines thermodurcissables.

Résines	T_f (°C)	ρ (Kg /m ³)	ϵ_t^R (%)	σ_t^R (MPa)	σ_c^R (MPa)	E (GPa)
Polyesters	60 à 100	1140	2 à 5	50à85	90 à 200	2,8 à 3,6
phénoliques	120	1200	2,5	40	250	3 à 5
Epoxydes	290	1100 à 1500	2 à 5	60à80	250	3 à 5

a.1) Les résines époxydes :

Les résines les plus utilisées après les résines polyesters insaturées sont les résines époxydes.

Elles ne représentent cependant que 5 % du marché composite, à cause de leur prix élevé (de l'ordre de cinq fois plus que celui des résines polyesters). [20]

Du fait de leurs bonnes caractéristiques mécaniques, les résines époxydes, généralement utilisées sans charges, sont les matrices des composites à hautes performances (constructions aéronautiques, espace, missiles, etc.).

Les caractéristiques mécaniques générales des résines époxydes sont les suivantes :

- Masse volumique 1 100 à 1 500 kg/m³.
- Module d'élasticité en traction 3 à 5 GPa.
- Contrainte à la rupture en traction 60 à 80 Mpa.
- Contrainte à la rupture en flexion 100 à 150 MPa.
- Allongement à la rupture 2 à 5 %.
- Résistance au cisaillement 30 à 50 MPa.

b) Résines thermoplastiques :

Ce sont des polymères pouvant être alternativement ramollis par chauffage et durcis par refroidissement dans un intervalle de température spécifique du polymère étudié. [26]

Les résines Thermoplastiques présentent l'aptitude à l'état ramolli, de se mouler aisément par plasticité

Les résines thermoplastiques ont des propriétés mécaniques faibles. Ces résines sont solides et nécessitent une transformation à très haute température. Les polychlorures de vinyle (PVC), les polyéthylènes, polypropylène, polystyrène, polycarbonate polyamide sont quelques exemples de ces résines thermoplastiques.

De même que pour les résines thermodurcissables, les matériaux les plus performants ont des caractéristiques mécaniques élevées et une masse volumique faible : ces dernières sont présentées dans le tableau :

Tableau I.3 : Caractéristiques des résines thermoplastiques. [25]

Résines	T_f (°C)	ρ (Kg /m ³)	ϵ_t^R (%)	σ_t^R (MPa)	σ_c^R (MPa)	E (GPa)
Polyamide	65 à 100	1140		60à85		1,2 à 2,5
Polypropylène	900	1200		20à35		1,1 à 1,4

c) Résines thermostables :

Ce sont des polymères présentant des caractéristiques mécaniques stables sous des pressions et des températures élevées (>200°C) appliquées de façon continue. Cette propriété est mesurée en déterminant la température que peut supporter la résine durant 2000h sans perdre la moitié de ses caractéristiques mécaniques. [20]

II.4 Matrice polymère à base de fibres naturelles :

Les matrices polymères les plus utilisées dans les composites à fibre naturelles sont des thermoplastiques tels que le polypropylène. [26]

Les matrices thermoplastiques (macromolécules linéaires ou légèrement ramifiées) sont les plus utilisées compte tenu de leur facilité de mise en œuvre et de leur faible coût. Elles se présentent sous forme semi cristallines. Ces macromolécules sont formées à partir de monomères de fonctionnalité moyenne voisine de 2. Leur recyclable et leur thermo réversibilité constituent des avantages très importants. Il existe aussi des thermoplastiques à usage spécifique qui peuvent résister à des températures de l'ordre de 200°C voire plus.

Les principales familles de thermoplastiques sont les polyoléfines (les polyéthylènes, les polypropylènes), les plastiques à base de polychlorure de vinyle, les acryliques et les polystyrènes. [9]

II.4.1 Matrices thermoplastique :

Les thermoplastiques les plus couramment utilisées sont :

- PET : les polyesters saturés thermoplastique.
- PE : le polyéthylène.

- PA : les polyamides.
- PC : les polycarbonates.
- PEEK : les polyéthers éther cétone.
- PS : polysulfures.
- PP : polypropylènes.
- Les poly acétals (polyoxyméthylène).

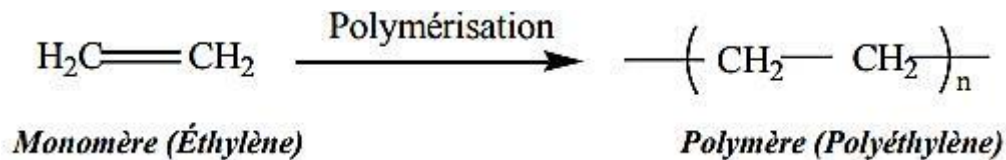
La matrice thermoplastique utilisée dans ce travail est le polyéthylène.

II.4.1.1 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 contenant uniquement des carbones hybridés de types sp^3 . Sa molécule se présente sous forme de chaînes contenant 1000 à 2000 monomères. [27]

La formule chimique du polyéthylène est:



Partiellement cristallin, le polyéthylène contient deux phases:

- Une zone amorphe dans laquelle les chaînes sont disposées de manière désordonnée.
- Une zone cristalline dans laquelle les chaînes est disposée de manière ordonnée ; formant ainsi des cristallites. Les chaînes dans les zones cristallines se regroupent sous forme de lamelles (fibrilles lamellaires) de quelques entaines d'Angströms. Ces lamelles sont typiquement arrangées comme des sphérolites. [28]

II.4.1.2 Les différents types de polyéthylène :

Il existe différents types de polyéthylène

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 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. [29]

II.5 Polyéthylène à haut densité (PEHD):

Comme son nom l'indique, le Polyéthylène est issu de la polymérisation de l'éthylène ($\text{CH}_2 = \text{CH}_2$), en une structure complexe de formule générique : $-(\text{CH}_2 - \text{CH}_2)_n-$. Il appartient à la famille des polyoléfines, ces derniers sont uniquement composés de carbone et d'hydrogène ; leur formule chimique est du type $(\text{CH}_2)_n$. Ces deux principales familles sont le PEBD (Polyéthylène à Basse Densité) et le PEHD (Polyéthylène à Haute Densité). La valeur de la masse volumique peut définir le type de polyéthylène :

- ✓ PEBD (LDPE en anglais) : $0,92 \text{ g/cm}^3 < < 0,94 \text{ g/cm}^3$.
- ✓ PEHD (HDPE en anglais) : $0,94 \text{ g/cm}^3 < < 0,97 \text{ g/cm}^3$.

II.5.1 Histoire et développement:

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. Pendant les années 50, de nouvelles techniques ont été développées pour la production de polyéthylène avec différents catalyseurs,

Et conditions d'opération tel que des productions à basse pression, les systèmes développés furent :

- **Le procédé Standard** : Oil (procédé Zletz), basé sur l'emploi d'un catalyseur à l'oxyde de molybdène, maintenant il est abandonné.
- **Le procédé de Phillips** : utilise un catalyseur d'oxyde de chrome sur alumine de silice.
- **Le procédé Ziegler** : qui emploie un catalyseur de métal alkyl aluminium.

Le polyéthylène produit par les procédés précédemment cités, s'identifie comme polyéthylène linéaire ou polyéthylène à haute densité (PEHD). Comme son nom l'indique, le polyéthylène est essentiellement linéaire dans sa structure. [30]

II.5.2 Propriétés des polyéthylènes hauts densité :

II.5.2.1 Propriétés physiques :

La différence entre le PEHD et le PEBD est le point de ramollissement, puisqu'il se situe au-dessus du point d'ébullition de l'eau pour l'un et au-dessous pour l'autre. Les articles fabriqués, avec le polyéthylène de haute densité, peuvent ainsi être stérilisés à la vapeur [31].

II.5.2.2 Propriétés chimiques:

Le polyéthylène possède une très bonne stabilité chimique :

- Inattaquable par les acides (sauf les oxydants), par les solutions de sels ;
- Résistants aux solvants organiques au-dessus de 80°C ;
- Pratiquement insoluble, à des températures inférieures à 60 °C ;
- Sensible à la fissuration sous contrainte en présence de savon, alcools, détergents ;
- Il refroidi lentement et plus cristallin et moins perméable aux solvants. [32]

II.5.2.3 Propriétés électriques :

Le PE présente d'excellentes propriétés d'isolation électrique quelles que soient sa masse moléculaire et sa cristallinité. Sa faible permittivité relative et son faible facteur de

dissipation diélectrique font de lui un matériau de choix en isolation électrique. [31]

II.5.2.4 Propriétés thermiques :

En l'absence de contrainte, le polyéthylène haut densité peut supporter une température de 110 à 120°C (stérilisation par exemple). Ce comportement est caractérisé par la température de ramollissement Vicat (1kg) ou par la température de fléchissement sous charge qui augmente avec le taux de cristallinité ou le niveau de réticulation. [19]

II.5.2.5 Propriétés mécaniques :

A 23°C, les matériaux semi-cristallins sont au-dessus de leur température de transition vitreuse (environ - 120°C) ; leur phase amorphe est caoutchouteuse, ce qui affecte leurs propriétés mécaniques. [33]

Tableau I.4 : Les propriétés du PEHD. [34]

Propriétés	d'essai Unité	PEHD
PHYSIQUES :		
- Masse volumique.	g/cm ³	0.925-0.956
- Taux de cristallinité. -	%	75 – 80
Masse molaire moyenne	g/mol	10000
MECANIQUES :		
- Contrainte à la Rupture.	MPa	13 – 25
- Module de traction.	MPa	200 – 300
- Module de flexion.	MPa	60 – 400
- Dureté (shore).	Echelle D	41 – 60
THERMIQUES :		
- T° de fusion.	°C	120 - 136
- T° Vicat.	°C	85 – 87
- Tg.	°C	Environ -110
- Plage de T° de résistance.	°C	De - 70à + 60
- Retrait au moulage.	%	1.5 – 3.5
ELECTRIQUES :		
- Cte diélectrique 1MHz.	Ω.cm	2.25 – 2.35
- Résistivité volumique.		> 10 ¹⁸

II.5.3 Caractéristiques du PEHD :

- le polyéthylène PEHD est un matériau blanc ou coloré, conforme aux normes sanitaires FDA (naturel) et avec une bonne résistance aux produit chimiques.

- disponible dans un fini luisant ou autre, il se caractérise par sa rigidité, sa soudabilité et propriétés thermofomables.

- cette formulation de polyéthylène est reconnue pour sa stabilité. [32]

II.5.4 Avantages et Inconvénients du PEHD :

Les principaux avantages et inconvénients du polyéthylène haut densité ce présenté sur le tableau suivant :

Tableau I.5 : Les principaux avantages et inconvénients. [25]

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

II.5.5 Domaines d'application du PEHD :

Le PEHD doit répondre à plusieurs utilisation aux usages très variés on donne ici des exemples pour quelques applications : [35]

• 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. [33]

II.6 Le Renfort :

Souvent sous forme de fibres, le but des renforts dans les matériaux composites est essentiellement d'accroître leurs propriétés mécaniques (rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc.) et d'améliorer des propriétés physiques, tels les comportements au feu et à l'abrasion, la tenue en température ou les propriétés électriques. Les caractéristiques recherchées dans les renforts sont une masse volumique faible, une compatibilité avec les matrices et une facilité de mise en œuvre. Les renforts constitués de fibres se présentent sous les formes suivantes : linéique (fils, mèches), tissus surfaciques (tissus, mats), multidirectionnelle (tresse, tissus complexes, tissage tri directionnel). [36]. La classification des types de renforts couramment rencontrés est indiquée sur la Figure I.7

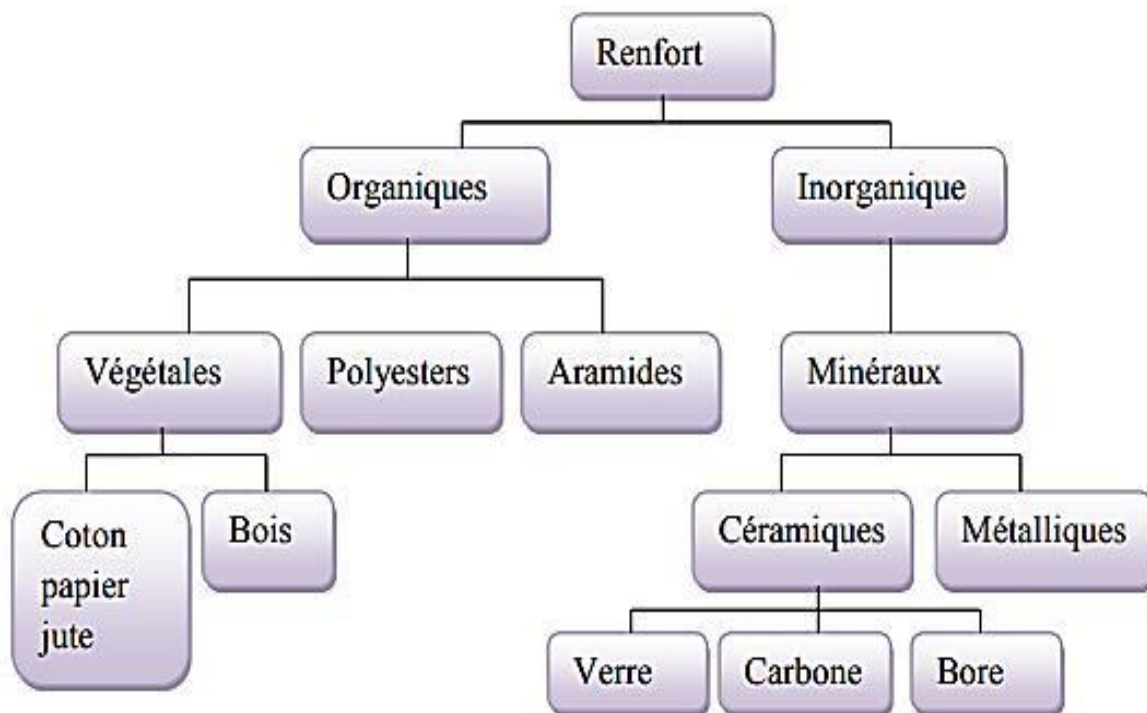


Figure I.8 : Types de renforts.

II.7 Les fibres naturelles :

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. [37]

II.8 Composites renforcés par fibres naturelles de lin:

Comme nous l'avons constaté, l'utilisation de polymères renforcés de fibres présentent de nets. [38]

Avantages : une résistance importante, une faible densité, une bonne résistance à la corrosion, et peu de frais de maintenance. Toutefois ces matériaux par leur nature peuvent difficilement être considérés comme écologiques, et sont difficilement recyclables. Les fibres de verre et de carbone sont synthétisées à partir de ressources pétrochimiques non renouvelables. De plus, leur transformation est énergivore et peut générer des composés toxiques pour le transformateur.

Enfin, leur gestion de fin de vie est complexe et peu viable économiquement. Or les débris dus à la construction et démolition représentaient près de 10% à 30% des entrées de déchets dans les décharges. Qui plus est, l'augmentation du prix des dérivés des matières fossiles et une prise de conscience écologique des populations conduisent à un véritable mouvement de « mise au vert » de l'industrie, que ce soit dans le développement de nouveaux bioplastiques ou bien de nouveaux emballages, et ce dans tous les domaines, aussi bien l'automobile que le génie civil.

II.9 Enjeux des fibres naturelles comme renfort :

Les fibres naturelles semblent être une alternative de moindre impact environnemental que les fibres issues de matières fossiles, grâce à leur faible densité, leur faible coût et leurs propriétés spécifiques compétitives. Le terme « fibres naturelles » regroupe les fibres organiques d'origine végétale (cellulosique) et animale (protéinique), et les fibres minérales comme l'amiante. Toutefois dans le cadre de ce travail, les fibres naturelles désigneront plus spécifiquement les fibres végétales. Parmi les fibres végétales se distinguent les fibres provenant des poils séminaux des graines comme le coton ; les fibres libériennes extraites de

tiges de plantes comme le lin, le chanvre ou le jute ; et les fibres issues de feuilles comme le sisal, de troncs ou d'enveloppes de fruits comme la noix de coco. Les fibres végétales comme le jute, sisal ou la coco sont très abondantes dans les pays en voie de développement comme l'Inde, le Sri Lanka et certains pays africains, mais ne sont pas toujours exploitées de façon optimale. Ces fibres sont utilisées pour la production de textiles, de fils, de cordes, de nattes

Ou de papier, ainsi que des articles variés comme les décors de mur, nappes, sacs à mains ou portefeuilles. Toutefois ces applications habituelles des fibres naturelles sont de plus en plus remises en question par l'introduction de matières synthétiques plastiques comme le nylon. Il y a donc un réel besoin de diversification des débouchés de ces fibres.

II.10 Fibres végétales :

a) Définition de la fibre végétale :

Les fibres végétales sont des structures biologiques fibrillaires composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine. En proportion relativement faible d'extractibles non azoté, de matière protéique brute, de lipide et de matières minérales.

Les proportions de ces constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante. [39]

b) Classification des fibres végétales :

Il existe plusieurs critères de différenciation des fibres:

- Suivant l'organe de la plante dont elles sont issues, les fibres végétales peuvent être classées en fibres de tiges (Kénaf, jute, lin, ramie), et de feuilles (sisal, abaca, paille de graminée).
- Suivant leur teneur en holocellulose (cellulose et hémicellulose) et en lignine, on peut distinguer les fibres ligneuses (dures et rigide provenant de matériels ligneux tels que le bois d'œuvre, les résidus de l'industrie du bois et les fibres non ligneuses (douces, souples, issues de végétaux non ligneux souvent annuels relativement moins riches en lignine tels que le kénaf, le chanvre, le sisal, le jute et le lin).

Suivant leur longueur, les fibres végétales peuvent être groupées en deux catégories :
Fibres longues, dites libériennes, provenant des tiges et d'écorce de tiges de plantes annuelles.

Elles sont douces, tandis que les fibres longues issues de feuilles ou de troncs d'arbre sont plus dures et plus rigides à cause de leur richesse en lignine. Et fibres courtes ou étoupes qui sont associées aux fibres longues.

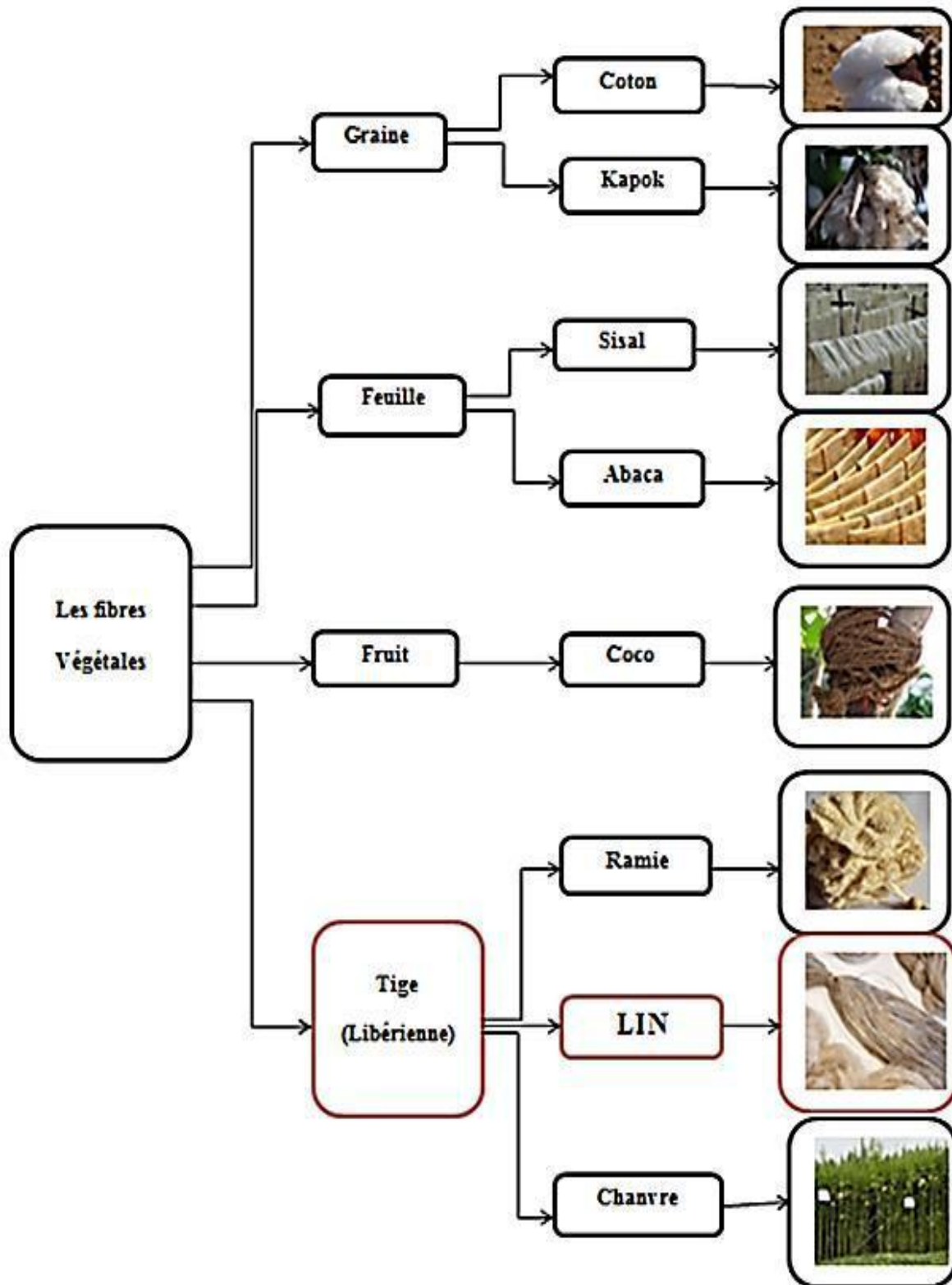


Figure I.9 : Classification des fibres végétales selon l'origine.

c) Les Propriétés des fibres végétales :

➤ Propriétés morphologiques :

Les Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales se présentent sur le tableau suivants :

Tableau I.6 : Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales.

Fibres	Longueur de la fibre (mm)	Diamètre de la fibre (µm)	Angle micro fibrillaire (°)
Coton	35	10-45	-
Lin	4-77	5-76	10
Chanvre	5-55	10-51	6.2
Kénaf	2.5-4.5	14-33	-
Jute	2.5	5-25	8
Sisal	900	8-50	20
Rami	900-1200	20-80	7.5
Noix de coco	03-1	12-24	45

➤ Propriétés mécaniques :

Le tableau I.6 ci-dessous présente les propriétés mécaniques des fibres naturelles en comparaison avec certaines fibres de renforcement conventionnelles.

Tableau I.7 : Propriétés mécaniques des fibres naturelles en comparaison avec des fibres de renforcement conventionnelles. [39]

Fibre	Densité (g/cm ³)	Allongement(%)	Résistance à la traction (MPa)	Module de Young (Gpa)
Coton	1.5-1.6	7.0 - 8.0	287-597	5.5-12.6
Jute	1.3	1.5 - 1.8	393-773	26.5
Lin	1.5	2.7 - 3.2	345-1035	27.6
Chanvre	-	1.6	690	-
Ramie	-	3.6-3.8	400-938	61.4-
Sisal	1.5	2.0 - 2.5	511-635	128 6.4-
Coco	1.2	30.0	175	22.0
Verre E	2.5	2.5	2000-3500	4.0-6.0
Verre S	2.5	2.8	4570	70.0
Aramide	1.4	3.3 - 3.7	3000-3150	86.0
Carbone	1.4	1.4 - 1.8	4000	63.0-67.0

III. Les fibres de lin techniques :

Afin de comprendre le matériau mis en jeu dans le composite et d'améliorer l'ancrage entre les fibres et la résine, il convient dans un premier temps de s'intéresser à la plante de lin et à la structure microscopique des fibres. Dans ce thème, nous utilisons le fibre de lin.

III.1 Fibre de lin :

a) Définition du lin :

Le lin est une plante annuelle dicotylédone de la famille des Linacées. Elle fut l'une des premières espèces végétales cultivées par l'homme. A travers le monde, environ 200 variétés de lins sauvages se maintiennent naturellement. Toutefois ces lins sont « courts » et branchus, vivaces ou sensibles aux maladies, pauvres en fibres ou avec des fibres fragiles. Le lin cultivé est issu de sélections successives de l'espèce *Linum usitatissimum*, du latin « le lin le plus utile », par l'homme depuis l'époque gallo-romaine dans le but d'une utilisation textile. Les multiples variétés de *Linum usitatissimum* actuellement cultivées ont été optimisées selon les régions de culture et les produits à élaborer.

Donc, le lin cultivé est une plante annuelle de la famille des linacées cultivées principalement pour ses fibres, mais aussi pour ses grains oléagineux. [25] Le lin ne produit pas de déchets, toute la plante est utilisée. La graine est pressée pour faire de l'huile, base des peintures ou des résines. Les tourteaux, riches en anti-cholestérol, seront consommés par les animaux. Les fibres longues sont exploitées dans l'industrie textile et les fibres courtes partent essentiellement en papeterie (65%) ou en débouchés techniques comme renfort de différents matériaux comme des tableaux de bords de voitures. La paille sert à 80% pour la confection de panneaux agglomérés, à 15% pour la litière des chevaux et le reste au paillage écologique des massifs pour limiter le développement des mauvaises herbes. [38]

b) Origine du lin :

Le lin (*Linum usitatissimum L.*), la plus ancienne fibre textile au monde, a été cultivé depuis l'antiquité dans le but de confectionner des tissus et des cordages, jusqu'à son apogée au 17^e siècle. Bien qu'ayant subi la concurrence du coton au 19^e siècle, le lin reste cultivée dans de nombreuses régions du monde. Avec le chanvre, le lin est la plante à fibres la plus cultivée en Europe. 80% de la production mondiale de lin est européenne, la France en produit 50% et concentre la majeure partie des surfaces agraires dédiées au lin textile. La disponibilité

de la ressource, ainsi que son caractère locale, s'inscrivent parfaitement dans une logique de réduction des impacts environnementaux en réduisant en particulier l'importance du transport.

Le lin est plante annuelle comprenant de multiples variétés issues d'une sélection permanente. En France, il est cultivé sur une zone côtière allant de la Normandie au et comprenant le bassin Parisien. Un climat tempéré et humide est nécessaire à une culture optimale ainsi que des terres riches et meubles. De plus, les terres se doivent de recevoir une certaine quantité de précipitations et posséder de bonnes réserves hydriques. [15]



Figure I.10 : Plante et fibre de lin.

c) Les propriétés de lin :



Propriétés chimiques :

- **Action de blanchiment:** Il est difficile de blanchir le lin (lin) par rapport au coton, qui contient une énorme quantité d'impuretés, telles que la pectine et la gomme.
- **Effet des acides:** Le lin n'est pas affecté par les acides faibles mais est endommagé par les acides concentrés.
- **Effet des alcalis:** le lin résiste bien aux solutions alcalines.
- **Effet des solvants organiques:** haute résistance.
- **Effet des insectes:** Le lin n'est pas attaqué par la teigne, les vers ni les scarabées.
- **Effet des micro-organismes:** attaqué par des champignons et des bactéries, une rosée douce se nourrit sur les tissus de lin.

- **Durabilité:** Pas une bonne affinité pour les colorants. Les colorants directs et de cuve conviennent à la fibre de lin. [40]



Propriétés physiques et textiles :

- Bonne résistance mécanique en raison d'une plus grande cristallinité des fibres et la disposition des microfibrilles dans l'axe de la fibre.
- Fibre lourde qui donne du tombant au tissu. - Faible élasticité -Grande finesse : se froisse facilement.
- Moins bonne affinité tinctoriale que le coton car l'épaisseur des parois de la fibre empêche une bonne pénétration du colorant.
- Mauvais pouvoir adiathermique, moins bon que le coton. (Les rayons lumineux pénètrent facilement la matière)
- Reprise en eau de 12 à 20 %
- Bon pouvoir absorbant.
- Jaunit à la lumière.
- Attaqué par les moisissures.

Il s'agit d'une fibre végétale issue d'une culture demandant peu d'engrais et de pesticides. [25]

d) Caractéristiques :

- Sa qualité de fibre naturelle en fait une étoffe anallergique, isolante et lui donne la propriété d'être un régulateur thermique (isolant l'hiver, respirant l'été).
- Résistante à la lumière et à l'eau, elle peut s'utiliser dans des pièces humides (salle de bains) ou s'exporter à l'extérieur de la maison (« lin outdoor » dans coussins, housses de fauteuil, nappes de terrasse).
- Mélangée à d'autres fibres, elle se prête à des textures variées (stretch avec élasthane, transparence du « lin dévoré » avec viscose et polyester, « maille de lin » souvent associée à de la laine). [41]

e) Utilisation :

- **Vêtements :** costumes, robes, jupes, chemises etc.
- **Articles d'ameublements :** nappes, torchons, draps de lit, couvertures, papier peint /revêtements muraux, traitements pour fenêtre, etc.
- **Produits industriels :** bagages, toile, etc.

- Utilisé en mélange avec le coton. [25]

III.2 Evolutions récentes dans le marché des fibres de lin:

Ces dernières années les composites renforcés par fibres de lin longues ont fait l'objet d'un intérêt accru par la communauté scientifique. Cette observation pourrait s'expliquer par la chute de prix du lin fibre en 2009 qui en ont fait soudainement un matériau de remplacement du verre très intéressant aussi bien écologiquement qu'économiquement. [38]

III.3 Influence des fibres sur le comportement du composite:

Il apparaît des différentes études que le comportement en traction des composites n'est pas linéaire. En effet les fibres de lin longues ne se comportent pas seulement comme des charges de faible densité, mais participent activement aux propriétés mécaniques du composite final. Le comportement général du composite peut directement être relié aux propriétés des fibres de lin, avec une réorientation des micro-fibrilles.

Chapitre II :
Techniques
expérimentales

II.1.Introduction :

Dans ce chapitre, nous exposons les différentes procédés expérimentales de fabrication des échantillons du composite et les différentes techniques expérimentales utilisées pour l'analyse sur notre matériau.

Le présent chapitre résume les travaux effectués dans le laboratoire CP2K afin d'examiner l'effet de la teneur du FL sur les propriétés physiques, thermiques et mécaniques du PEHD grade 5502.

Les étapes de ce chapitre ont été résumées comme suit :

❖ **1^{er} Méthode (Présenter le complexe CP2K):** (POLYMED) en passant en revue sa situation géographique, les quelques dates relatives aux étapes de construction et de démarrage de l'unité PEHD. L'organisation et le découpage du complexe ainsi que les tâches relevant de chaque département. [42]

❖ **2^{eme} Méthode (Fabrication des plaques):** Nous présentons le procédé de fabrication d'échantillons de matrice thermoplastique (**PEHD**) (résine époxyde) renforcée par des fibres végétales (**fibre de lin et poudre de maïs**), Ensuite, les méthodes d'élaborations et caractérisations d'un bio composites

En outre nous avons donné les modes opératoires des différents essais réalisés dans la partie expérimentale, dans le but d'une bonne interprétation des différents résultats expérimentaux.

II.2. Présentation du complexe CP2K (POLYMED) :

II.2.1. Implantation de POLYMED :

Le complexe PEHD est implanté à l'intérieure de la zone industrielle de Skikda, d'une superficie de 166800 m²16, 68 hectares dont 10% bâtis.

Le projet PEHD se trouve sur la coté à 06 km à l'Est du chef-lieu de la wilaya de Skikda et à une hauteur moyenne d'environ 06 au-dessus de la mer.

- ✓ Position géographique limitée comme suit :
- ✓ **Au Nord** : la mer Méditerranée
- ✓ **Au sud** : la route principale de la zone industrielle
- ✓ **A l'Est** : FIR (La force d'intervention et de réserve).



A l'Ouest : CP1K (complexe matière plastique).

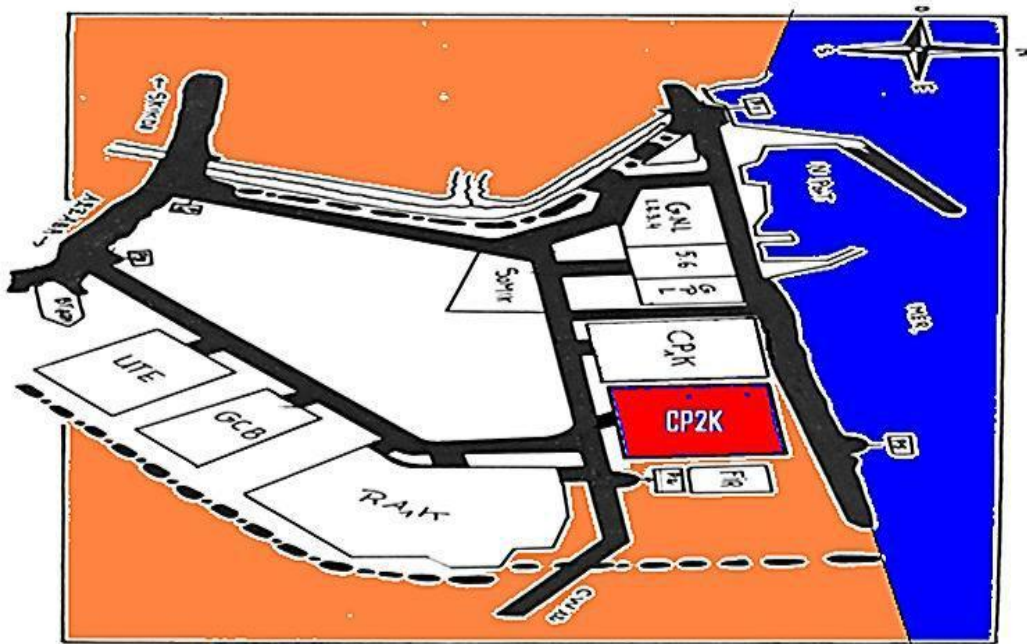


Figure II.1: Position géographique du complexe CP2K.

II.3. Description de l'usine :

Le CP2K a pour but de produire du polyéthylène Haute densité (PEHD) d'une capacité de 130 000 tonnes/an (design), elle comporte une seule ligne de production.

III.3.1. Les matières premières utilisées sont :

- ❖ Ethylène : c'est le réactif principal, il provient du CP1K (actuellement il est importé).
- ❖ Isobutane : il fait partie du milieu réactionnel, il est considéré comme transporteur, provient GL1K située également à proximité.
- ❖ Hexène : 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.
- ❖ Hydrogène : c'est un modérateur de la chaîne ou bien régulateur de la longueur de la chaîne.
- ❖ Catalyseur : il est à base de chrome (Cr). Son nom commercial est MAGNAPORE 963, il provient des USA.

Le complexe est conçu pour la fabrication de polyéthylène à base densité PEHD, il est destiné à l'approvisionnement de l'industrie nationale de transformation plastique et à l'exportation pour ce qui est de l'excédent.

La clientèle nationale est constituée de diverses entreprises publiques telles qu'ENPC, ENCG, et aussi les entreprises de transformation du secteur privé.

II.4. Découpage du complexe :

Le complexe est composé de 04 zones importantes qui sont :

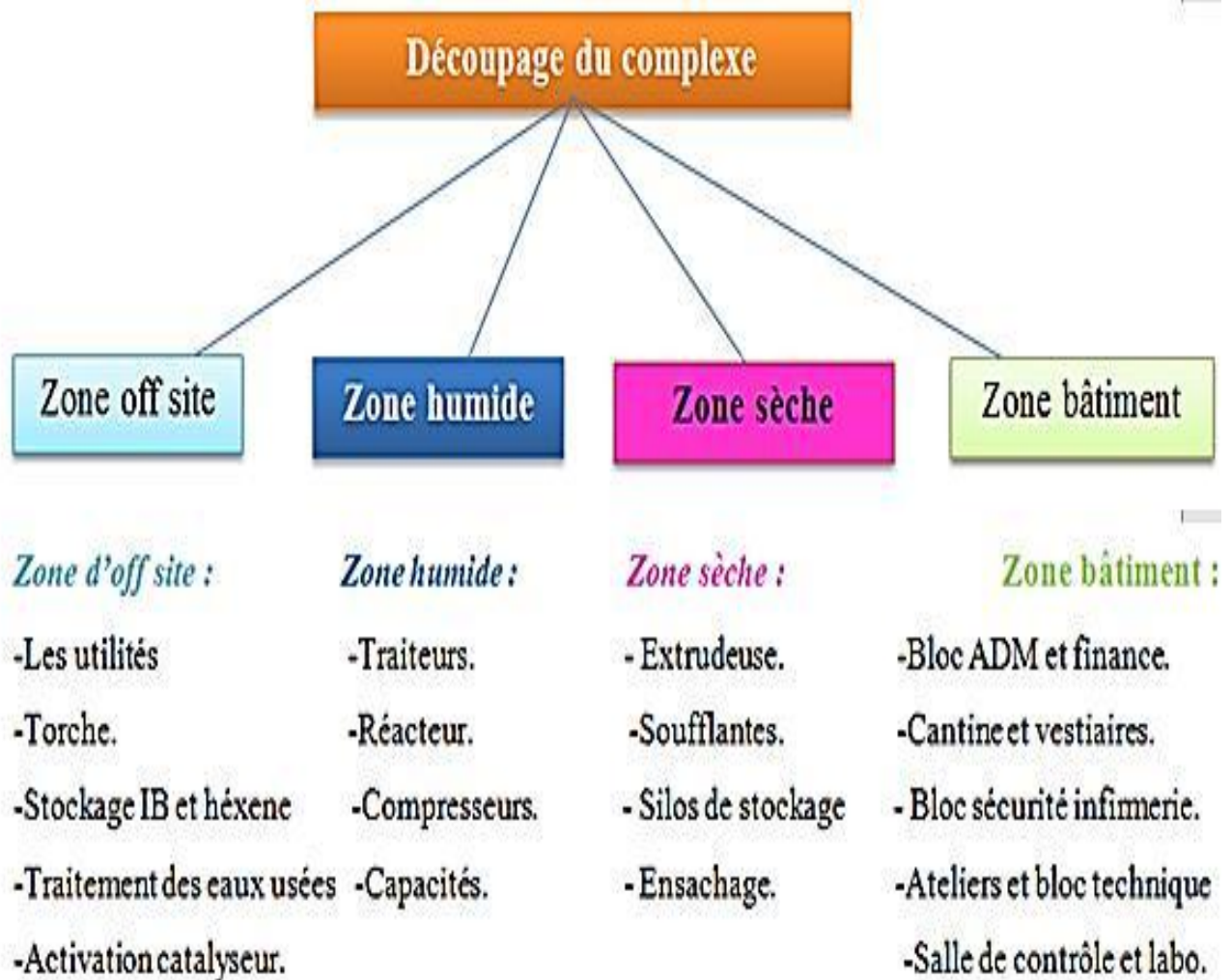


Figure II.2. Découpage du complexe.

II.5. Organisation du complexe CP2K :

Un organigramme résumant l'organisation du CP2K est présenté ci-dessous :

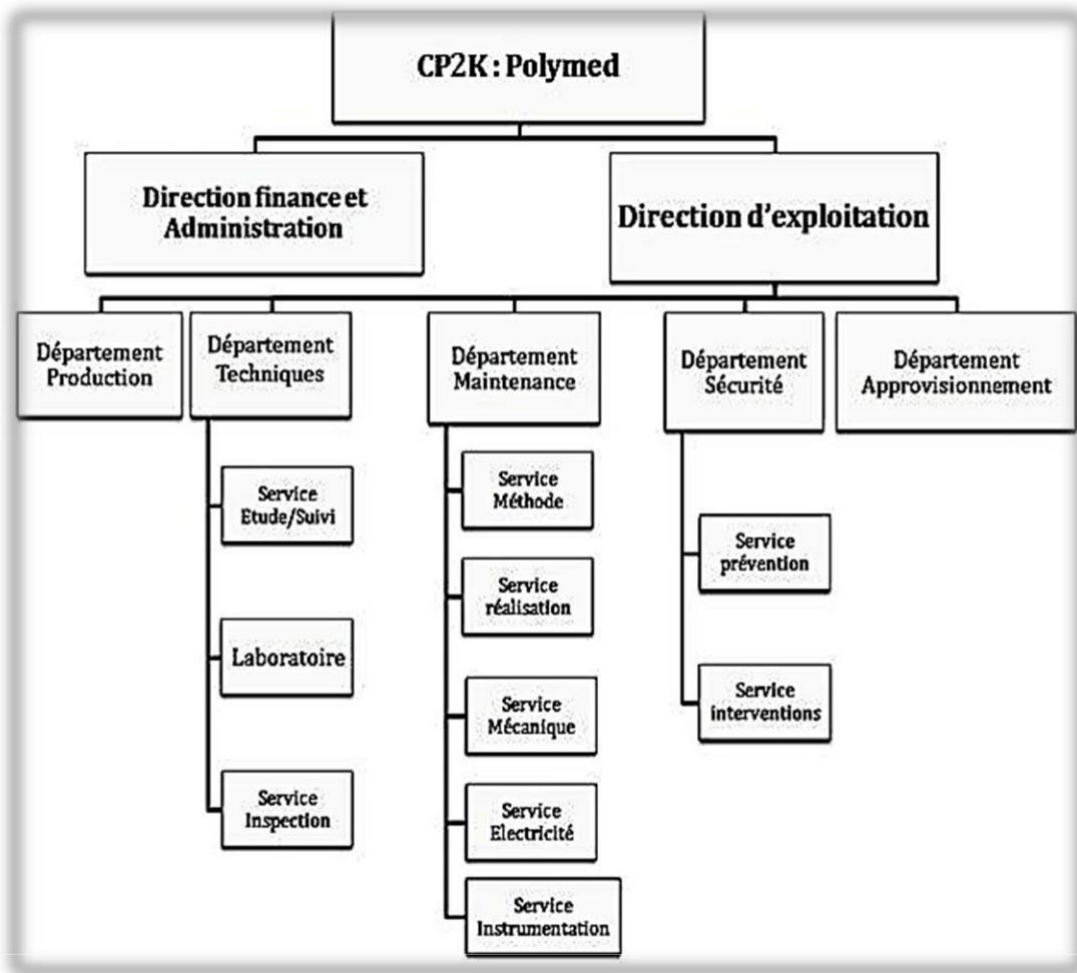


Figure II.3: Organigramme du complexe CP2K.

II.6. Grades du PEHD produits au niveau de CP2K :

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 produits au niveau de CP2K et ses utilisations [43] :

Grade	MI (poudre /granulé)	La densité	L'utilisation
TR402	0,11-0,19/0,8-0,14	0,9430-0,9460	Pipe (Tube eau)
TR418			Pipe (Tube gaz)
TR140	0,33-0,48/0,20-0,36	0,9430-0,9480	Film : usage générale toute sacherie
TR144	0,25-0,38/0,14-0,24	0,9420-0,9470	Film : usage générale toute sacherie
5502	0,55-0,70/0,27-0,43	0,9530-0,9580	Soufflage des bouteille

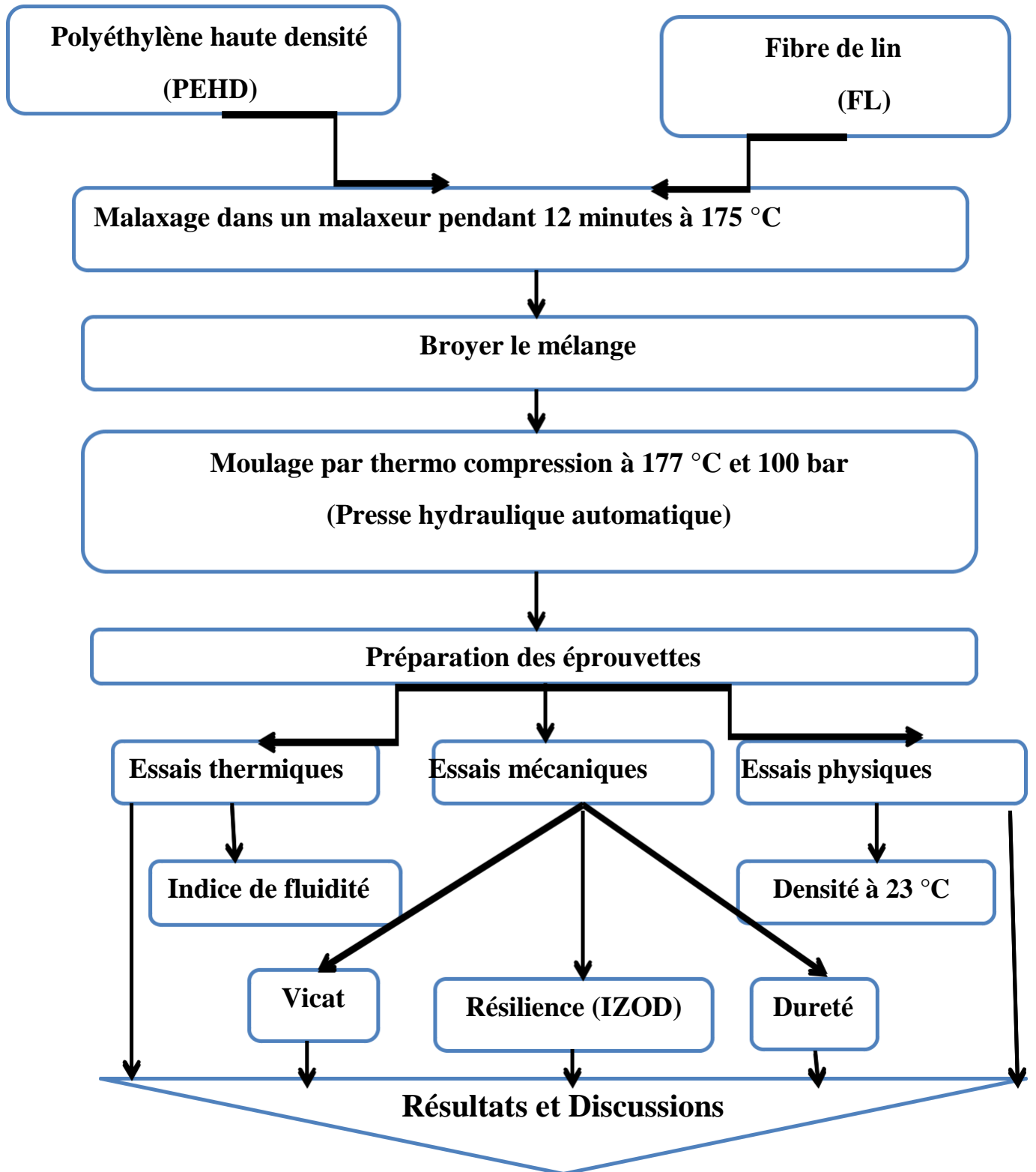


Figure II.4 : Organigramme de réalisation d'un matériau composite (PEHD renforcée par fibre végétale)

II.7. Produits et matériaux utilisés :**II.7.1. Résine (Matrice) :**

La matrice première qui a été utilisée dans cette étude le polyéthylène haute densité (**PEHD grade 5502**) comme résine. Produit par notre complexe CP2K commercialisé sous forme de poudre et granulés d'une couleur blanche, comme l'indique-la (voir figure II.5).



Figure II.5 : Photo représentative du PEHD (5502) sous forme de poudre et granulés.

Ce grade est adéquat pour la fabrication des tubes pour gaz et tuyaux pour eau potable. Ses principales caractéristiques sont données sur le tableau suivant :

Tableau II.2 : Principales caractéristique du PEHD (5502)

Propriétés	Unité	Valeur
Indice de fluidité (2,6 kg /190 °C)	g/10 min	0,6
Densité (à 23°C)	g/cm	0,9555
Dureté	Shore D	80.33
Résilience (à 23°C)	J/m	0,222
Température de ramollissement	°C	123

II.7.2 Charge (Fibres) :

La charge utilisée dans cette étude est de fibre végétale (**fibre de lin**), Le lin (*Linum usitatissimum*) est une plante annuelle cultivée pour ses fibres ou pour des graines oléagineuses selon les espèces. Le lin textile est produit en Belgique et en France, ainsi qu'en Pologne et en Russie. Les tiges d'une hauteur de 1m environ sont coupées et laissées rouir en champs afin de préparer l'extraction des fibres qui se trouvent dans les tiges. Le lin est utilisé dans les procédés de mise en œuvre pour les matériaux composites de structures, (Voir la figure II.6).



Figure II.6 : Photo représentatif la fibre de lin.

Après on a découpé la fibre en très petits morceaux de 3 à 5 mm de longueur pour rendre le mélange homogène comme sur la figure II.6



Figure II.7 : Fibre de lin découpé en très petits morceaux de (3 mm à 5 mm)

II.7.3. Propriétés :

Les propriétés mécaniques de fibre de lin des caractéristiques comparables à celles de la fibre de verre grâce à leur bonne rigidité spécifique. Grâce à la faible densité des fibres naturelles par rapport à la fibre de verre (-40%), les matériaux composites intégrant le lin et le chanvre.

S'avèrent intéressants pour toutes les applications où la légèreté est un élément déterminant.

- ❖ Continuité de la fibre en roving.
- ❖ Mèche plate unidirectionnelle.
- ❖ Très bonne résistance à la traction.
- ❖ Adapté aux procédés de mise en œuvre.

II.7.4. Intérêts :

- ❖ Gain de masse du composite.
- ❖ Imprégnation très bonne.
- ❖ Flexibilité de la fibre.
- ❖ Matière première renouvelable.
- ❖ Traçabilité de la matière depuis sa culture.
- ❖ Cycle de fin de vie des pièces favorable.
- ❖ Ecobilan favorable (neutre face au CO₂)

II.8. Préparation des mélanges PEHD-FL :

Dans un premier temps nous sommes intéressés à l'étude des mélanges PEHD-FL- Mais afin d'aboutir à la proportion optimal en FL ; pour cela la technique utilisée pour la préparation des mélanges PEHD/FL est celle à l'état fondu.

Les proportions des mélanges PEHD/FL utilisées respectivement sont : 100/0,77/23, 75/25, 72,5/27,5(%), Les proportions des mélanges PEHD/mais utilisées respectivement sont : 100/0, 98/2, 99/1, 97,5/2,5.

A ce stade, nous allons préparer trois compositions de PEHD et de fibres lin pour faire six plaques de matériau composite trois plaque dont 2 mm d'épaisseur et trois autres plaques d'épaisseur 3 mm sont représentées comme suit :

Tableau II.3 : Présentation des mélanges PEHD-FL-MAIS

Mélange	1	2	3	4
FL (% en poids)	0	23	25	27,5
MAIS (% en poids)	0	2	1	2,5
PEHD (% en poids)	100	75	74	70



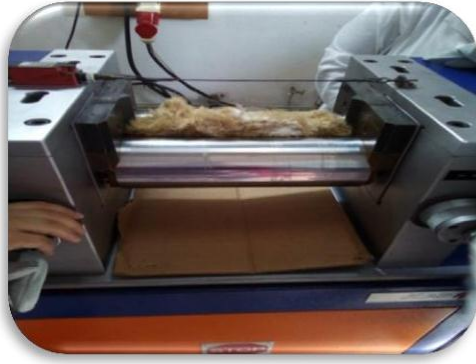
Figure II.8 : Différents pourcentages de fibres de lin dans le PEHD.

II.8.1. Méthode d'élaboration de bio composite :

La fabrication de la matrice thermoplastique mélangée à des fibres de lin passe par deux étapes principales :

1^{er} Etape :

- ✚ Dans un malaxeur (Annexe A) l'opération de mélangeage s'est faite à 190 °C selon les étapes suivantes : Quand la température des 2 cylindres atteint 177 °C, le mélange PEHD+FL+MAIS sous forme de granulés est versé entre les deux cylindres, après un temps de 10 à 12 min il fond et devient comme une plaque de pâte.
- ✚ Le mélange est ramené de temps à autre entre l'interfère, et au moyen d'un cutter on procède à l'extraction de la feuille collée sur le cylindre, s'ensuit le refroidissement de cette feuille à l'air libre.

1^{er} Opération2^{eme} Opération3^{eme} Opération4^{eme} Opération5^{eme} Opération

2^{eme} Etape :

II.8.2 : La thermo- compression :

Cette méthode a été utilisée pour produire des plaques de 2 et 3 mm d'épaisseur à l'aide d'une presse hydraulique de thermo-compression à plateaux de marque IQAP LAP, PLA-30 (Voir l'annexe B), utilisé pour la préparation des éprouvettes qui sont destinées aux essais. Mécaniques (traction, IZOD et dureté), thermiques (température de ramollissement

Vicat) et Physique (densité à 23°C) la matière extrudée lors de l'extrusion est placée en excès dans le moule entre deux feuilles de polystyrène isolant intercalées entre deux plaques métalliques, et pressée thermiquement passant par plusieurs phases comme présenté dans le tableau suivant:

Le tableau II.4 résume les conditions opératoires de confection des échantillons à l'aide de la presse :

Tableau II.4 : Conditions opératoires de la presse pour les mélanges PEHD-FL.

Phase	Temps [min]	Température (°C)	Pression (bar)
1	1	177	10
2	3	177	50
3	7	80	100
4	5	40	50
5	2	30	1



25% FL



27,5%FL



23% FL



Figure II.9 : Plaques du nouveau matériau composite obtenu après la presse

II.8.3. Préparation des éprouvettes :

Pour la réalisation des tests de contrôle composite PEHD/FL, il est nécessaire de préparer des éprouvettes normalisées, qui correspondent au test approprié (IZOD, Vicat, traction, dureté, densité,...).

La préparation des éprouvettes se fait selon des critères et des normes (dimension, Forme,...) à l'aide des appareils (Poinçonneuse et Entailleuse « Notch Vis »).

II.8.3.1.Poinçonneuse :

La figure II.10 représente un appareil qui est une presse pneumatique à découper de marque CEAST type 6053, son principe est de couper les plaques de (150x150x2mm) pour donner des éprouvettes de dimensions (115x25x 2mm) selon la norme ASTM D638-72 pour réaliser le test de traction, ou bien des plaques de (150x150x3mm) pour donner des éprouvettes de dimensions(127x12.7 x3mm) comme décrit la norme ASTM D-256 à fin de faire le test IZOD ou des éprouvettes de dimensions (10 x10x (2 à 3 mm)) selon la norme ASTM D1525 pour la mesure de la température de ramollissement Vicat. On place la plaque au-dessous du moule puis en appuyant sur les deux boutons poussoirs jusqu'à ce qu'il descend et coupe la plaque en donnant une éprouvette avec la forme demandée.



Figure II.10 : Appareillage d'une poinçonneuse « Presse pneumatique à découper ».

II.8.3.2. Entailleuse (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 II.11 : Entailleuse de marque CEAST type 6951.

II.9. Analyses mécaniques :**II.9.1 Essai de résistance au choc (résilience izod) :**

Le teste de résistance au choc nous permet de calculer la résistance (l'énergie consommée lors de la rupture forcée) du produit fini. La méthode la plus courante est connue sous la référence IZOD (ISO 180). Ce test permet de mesurer la perte d'énergie d'un pendule qui lâché en chute libre sur son chemin engendrant la rupture d'une éprouvette en une fraction de seconde, nous pouvons également conclure de ce test la fragilité ou ductilité des matériaux.

L'essai de résistance au choc qui suit la norme ASTM D-256 est réalisé à l'aide d'un appareil de marque CEAST type Resil Impactor, par l'application d'une sollicitation mécanique à grande vitesse de percussion avec une énergie élevée, engendrant la rupture d'une éprouvette en une fraction de seconde.



Figure II.12 : Appareillage pour le calcul de la résilience selon l'essai IZOD [44].

II.9.2. Protocole expérimental pour le calcul de la résilience Izod :

(Norme ASTM D-256)

Le test d'impact permet de mesurer la résistance au choc d'un matériau et ainsi estimer sa ténacité. Le dispositif utilisé est appelé « mouton pendule » de capacité maximale de 5 Joules. Libéré d'une certaine hauteur, le pendule sert à rompre l'éprouvette tout en continuant son mouvement jusqu'à atteindre une hauteur inférieure à la hauteur initiale.

A partir d'une plaque de 3 mm d'épaisseur on confectionne des échantillons de dimensions : $L = 100$ mm et $l = 12,7$ mm sur lesquels une entaille centrale (en V) de 2,5 mm

de profondeur est réalisée. Les figures II.12.1 et II.12.2 montrent les éprouvettes avant et après le test. Pour un souci de reproductibilité des résultats, trois essais sont réalisés et la valeur moyenne est retenue.

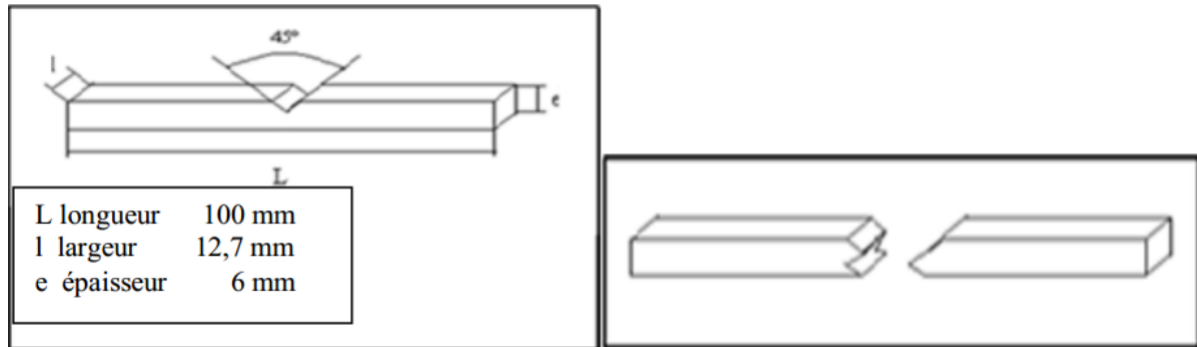


Figure II.12.1 : Eprouvette avant le test. [44] **Figure II.12.2** : Eprouvette après le test. [44]



Figure II.12.3 : Eprouvettes d'essai IZOD

Afin de calculer la résilience, nous utilisons la formule suivant :

Résilience = Travail nécessaire / l'épaisseur

On aura ainsi la formule : **T: en joule**

L'épaisseur : en mm

→ Le symbole général de la résilience est **R en (J/m)**

II.9.3. Test de la dureté (Dureté Shore)

La dureté est la mesure de la résistance d'un matériau à la pénétration d'un corps dur. Une technique très simple et efficace.

Le principe de cet essai 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.

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. Il existe quelque type de la dureté shore : shore A, shore D, shore C, et O, dans ce cas nous utiliserons la dureté du shore D. Elle mesure la dureté des matières plastiques dures. Cette dureté est mesurée sur une échelle de 0 à 100. Plus le nombre est élevé, plus le matériau est dur.

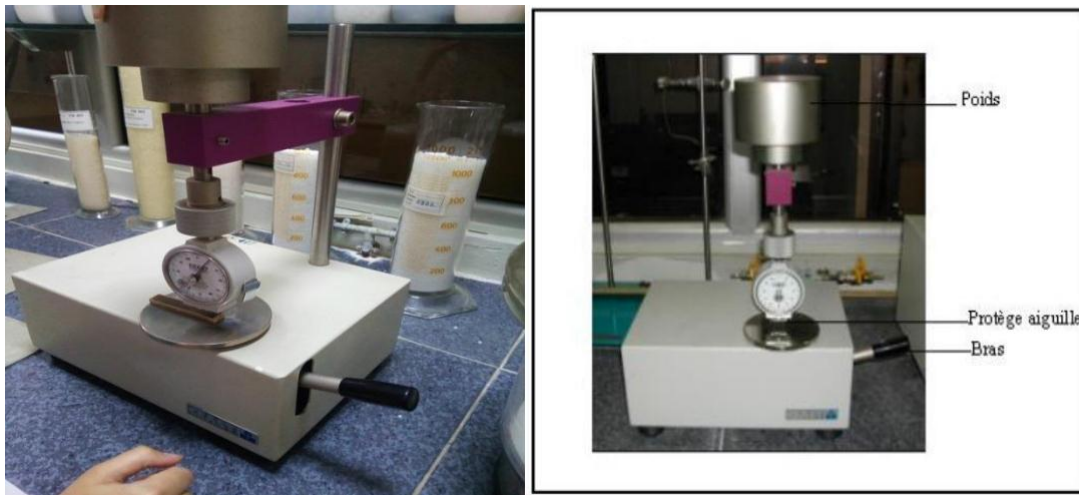


Figure II.13 : Appareillage de mesure de la dureté Shore D. [44]

II.9.3.1 Protocole expérimental :

Selon la norme ASTM D-2240 les échantillons en plaque de 3-2 mm d'épaisseur sont préparés à l'aide de la presse, puis placés sous l'aiguille. En agissant sur le bras du levier jusqu'à 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.

La valeur de la dureté n'est lue qu'après la stabilisation de l'aiguille, trois mesures ont été effectuées sur chaque échantillon dans des points distants d'environ 3 mm les uns des autres et environ 12 mm des bordures de l'échantillon. Les résultats sont exprimés par la moyenne des trois valeurs d'essais.

II.10. Analyses physiques :

II.10. La densité à 23°C :

La densité est mesurée par la technique de la colonne à gradient de densité. Cette colonne est constituée d'un mélange de deux liquides miscibles : eau et éthanol, de composition variable de haut en bas de la colonne

La densité d'un corps est le rapport de sa masse volumique à la masse volumique d'un corps pris comme référence.

La densité à 23° est mesurée par la technique de la colonne à gradient de densité à l'aide d'un équipement de marque CEAST de type 6001 selon la norme ASTM D-1505. Les échantillons à analyser peuvent être coupés sous n'importe quelle forme et doivent avoir des dimensions qui permettent d'avoir la position la plus précise, il faut prendre soin découper les échantillons à partir du centre de gravité d'un cercle rempli avec une épaisseur de 2mm qui est déjà moulé à l'aide d'une presse hydraulique. Les échantillons ainsi rincés par l'isopropanol sont introduit dans la colonne, le repérage de leurs hauteurs nous permette de déterminer les valeurs de la densité moyenne sur trois essais. (Voir figure II.14).



Figures II.14 : Dispositif utilisé pour déterminer la densité.

II.11. Analyses thermiques :**II.11.1 Température de ramollissement (Vicat) :**

Le point de ramollissement Vicat correspond à la température à laquelle une aiguille plate ayant une section de 1 mm^2 pénètre de 1 mm dans une plaque d'échantillon d'une épaisseur 3.15 mm avec une charge de 1 kg et une vitesse uniforme de montée de la température. (Voir figure II.15).

On fait sortir les six stations du bain, on remonte les charges du bain et on place l'échantillon à analyser sous l'aiguille de chaque station puis on applique la charge, on fait descendre les stations dans le bain ; on allume l'appareil, puis on vérifie le programme de la procédure d'essai on fait le réglage des capteurs tout en les ajustant au Zéro, et on attend jusqu'à ce que la température initiale voulu atteinte et on lance l'exécution d'essai ;on attend la température augmente en continue avec une vitesse de $50 \text{ }^\circ\text{C} / \text{heure}$ jusqu'à ce qu'elle se stabilise donc le test est terminé. Un essai a été effectué pour chaque composition du mélange.



Figure II.15 : Appareillage de mesure de la température de ramollissement Vicat. [44]

II.11.2 : l'indice de fluidité (Melt Flow Index: MFI):

Le Melt Flow Index (MFI) est un test de contrôle qualité qui mesure l'écoulement d'une résine à travers une filière. C'est le taux de polymère fondu, en gramme qui est exclu par la filière capillaire en 10 minutes, poussé par une charge spécifique (voir figure II.16)

L'unité est le gramme par 10 minutes. La masse spécifique pour tester les résines polyéthylène est $2,16 \text{ kg}$. Mais on rencontre aussi des essais réalisés avec des masses de 5

kg(MI5), ou 21.6 kg (High LoadMeld Index, HLMI), fonction de la viscosité de la résine à tester. L'essai a lieu à une température de 190 °C.

L'indice de fluidité est une indication de la viscosité du polymère, et donc de sa masse molaire moyenne. Une résine de faible viscosité s'écoulera facilement et aura un fort MFI. Cet indice permet de classer les résines en fonction de leurs applications : pour un type de polymère donné : les résines de MFI élevé seront utilisées pour l'extrusion et celles de MFI faible pour l'injection.

Le MFI est un test fournissant une seule valeur de viscosité dans des conditions spécifiques, et ne permettant pas de savoir comment va se comporter la résine sous d'autres conditions, l'avantage est que c'est un test simple et rapide, c'est pourquoi il est très utilisé.

C'est la mesure de la fluidité d'une résine à l'état fondu qui donne des indications sur : la viscosité du polymère donc de sa masse molaire moyenne et la vitesse d'écoulement et d'extrusion en gramme par 10 minutes; C'est la quantité du polymère fondu à une température de 190 °C poussée par une charge spécifique de 2.16 kg à travers une filière capillaire de diamètre de 2.09mm.



Figure II.16 : Appareillage de mesure du Melt Flow Index. [44]

II.11.2.1. Protocole expérimental :

Cette méthode d'analyse est réalisée conformément à la norme ASTM D-1239, Porter l'appareil plastomère à une température de 190 °C pendant au moins 15 minutes, puis nettoyer le cylindre avec du coton et installer la filière. Verser environ 4 gr du produit à analyser dans le cylindre et introduire le piston avec une légère pression. Préchauffer le produit à analyser sans poids pendant 3 min puis avec poids pendant 3 min et ensuite couper la partie extrudée qui contient des bulles d'air, laisser le produit s'écouler pendant 10 min et couper d'un seul coup la partie extrudée. Finalement peser cette masse qui correspond au MFI de ce produit en gr/10min.

Chapitre III :
Résultats et Discussions

III.1. Introduction

Le but de cette étude est l'élaboration et la caractérisation d'un bio-composite renforcé par une fibre végétale (fibre de lin) à différents taux. Nous avons étudié l'évolution des propriétés mécaniques et rhéologiques des composites PEHD-FL-MAIS en fonction du taux de charge.

A partir des différents tests effectués (Indice de Fluidité, Dureté, Résistance au choc, Vicat et les analyses infrarouge) sur les échantillons préparés, on a pu étudier l'effet du taux de fibre de lin (FL) et la poudre de maïs sur les différentes propriétés des mélanges (PEHD /F) pour trouver le meilleur pourcentage adéquat.

III.2. Propriétés mécaniques:

III.2.1. Dureté Shore D :

La dureté shore mesure la résistance qu'oppose une surface de l'échantillon (matières plastiques et élastomères) à la pénétration de la bille ou la pointe d'un duromètre Shore.

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.

De manière générale, la dureté est la résistance d'un matériau à être marqué par un autre, par une rayure ou pénétration. C'est une technique très simple et efficace.

Les résultats obtenus pour la dureté shore D sont résumés dans le tableau III.1 et sont illustrés dans la figure III.1.

Tableau III.1 : Variation de Dureté Shore D en fonction de fibre de lin.

Pourcentage %	23%	25%	27,5%
Coté 1	51	54	53
Au milieu	52	54	53
Coté 2	52	50	49
Moyenne	51,66	52,66	51,66



La valeur moyenne de la variation de Dureté Shore D de PEHD (grade 5502) est 80,33%

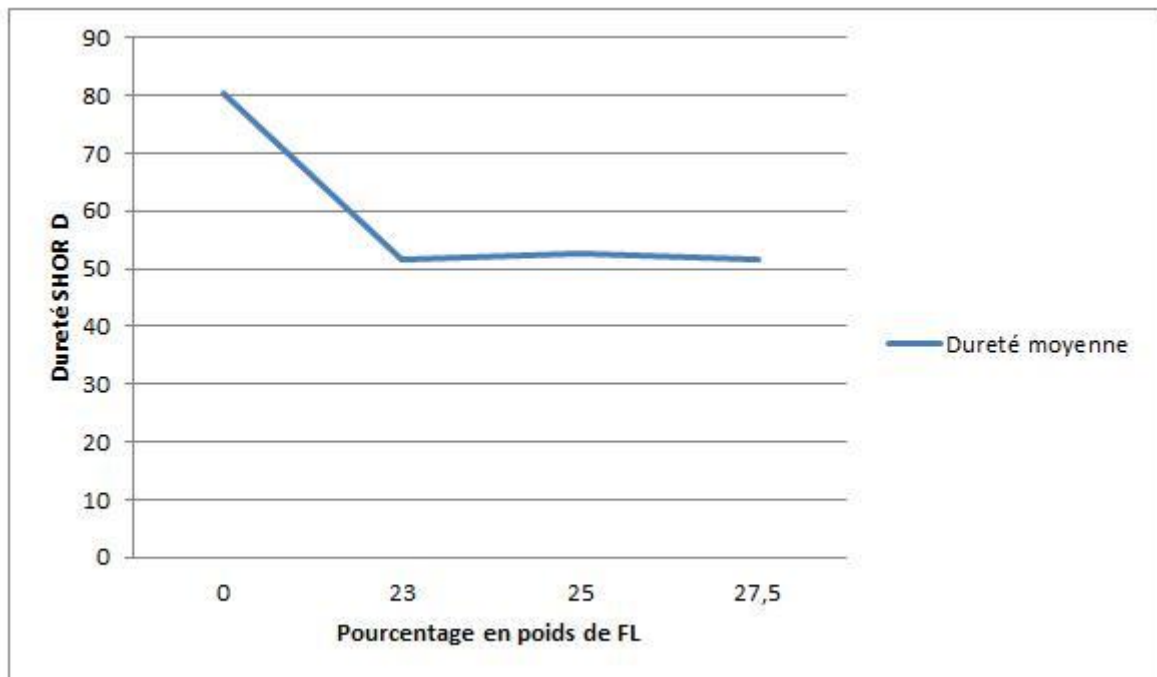


Figure III.1 : Variation de la dureté SHOR D en fonction des pourcentages de fibre de lin et poudre de maïs.

La figure III.1 représente la variation de la dureté en fonction du taux de FL pour les mélanges PEHD-FL-M. D'après cette figure on remarque une diminution progressive observée pour les pourcentages de 0% à 23% (La charge de 23% de fibre de lin contient 2% de poudre de maïs). Puis, la dureté de la charge augmente linéairement à partir de 23% jusqu'à 25%. Cette augmentation peut être expliquée d'une part par la diminution du pourcentage de poudre de maïs qui est égal à 1%. D'autre part ces résultats prouvent qu'il existe une meilleure affinité entre les différents constituants du mélange. Cette affinité conduit à une meilleure adhérence inter -faciale imputée au développement de fortes interactions conjointement entre PEHD-FL-M.

En fin, on remarque encore une petite diminution de 25% à 27,5% qui peut être due à l'augmentation de taux de charge et la poudre de maïs qui est égale dans ce cas-là à 2,5%.

En résumé la meilleure dureté est celle des formulations **entre 23 et 25%**.

III.2.2 La densité

But : la méthode décrit une technique pour déterminer la densité au moyen d'un tube à gradient de densité.

Cette méthode d'analyse est suivie conformément à la norme ASTM- D-1505.

Le principe de l'essai est la détermination de la densité d'un matériau composite par rapport à la densité d'un solvant qui est peu absorbé par la charge.

Les résultats d'analyse de la densité à 23°C pour les différents mélanges sont effectués et résumés dans le tableau suivant :

Tableau III.2 : Résultats de la densité à 23°C pour les mélanges PEHD-FL.

FL (% en poids)	0%	23%	25%	27,5%
Densité à 23°C (g/m ³)	0,9555	>1	>1	>1

Selon nos résultats de la densité nous pouvons considérer que ces mélanges ont une faible densité à 23°C pour les mélanges PEHD-FL. Nous n'avons pas défini la valeur spécifique dans le tableau précédent parce que le principe de l'appareille du laboratoire de CP2K spécifie la valeur uniquement si la densité est inférieure à 1.

III.2.3 LA Résilience au choc Izod :

L'essai de résilience (essai au choc) consiste à rompre, par un seul choc, une éprouvette préalablement entaillée et à mesurer l'énergie W (en joules) absorbée par la rupture. Cet essai permet de déduire dans des conditions expérimentales données, la fragilité ou la ductilité du matériau

Les résultats de la résilience au choc Izod sont résumés sur les tableaux suivants :

Tableau III.5 : Résultats du travail pour les mélanges PEHD-FL-M.

	23%	25%	27,5
R₁	0,204	0,206	0,305
R₂	0,232	0,226	0,248
R₃	0,204	0,268	0,294
R_m(J/mm)	0,201	0,220	0,267

Sachant que la résilience est définie par la lettre R :

La résilience R = le travail en (J) / l'épaisseur en (mm)

L'épaisseur E= 3,17 mm

Les résultats de la résilience sont présentés sur le tableau suivant :

Tableau III.6 : Résultats de la résilience Izod pour le mélange PEHD-FL-M.

	0%	23%	25%	27,5
R (J/m)	70,03	63,40	69,40	<u>84,22</u>

❖ La valeur (0,222 J/mm \longrightarrow 70,03 J/m) qui représente le résultat de la résilience Izod pour le PEHD pure nous l'avons trouvé dans la documentation du complexe CP2K.

❖ Concernant la valeur qui représente le pourcentage 27,5 de fibre de lin (FL) et 2,5% poudre de maïs nous ne sommes pas sûrs de sa validité parce que l'appareille s'est arrêtée après notre test.



Figure III.4 : Variation de la résilience Izod en fonction des pourcentages de PEHD-FL-M.

La figure III.4 représente la variation de la résilience Izod en fonction du taux de fibre de lin (FL) pour les mélanges (PEHD-FL-M). D'après, cette figure on peut remarquer que la résilience mélanges (PEHD-FL-M) à 23% est plus faible par rapport au PEHD neutre ce qui est très évident. Ensuite une faible croissance de cet indice est observée pour le pourcentage entre 23% et 25%, indiquant une amélioration de la rigidité de notre composite qui peut être attribuée à l'apparition d'une faible adhérence entre la matrice et le renfort.

En fin, on note une forte augmentation égale à 0,267 qui correspond au bio-composite renforcé à 27,5% FL chargé avec 2,5 de la poudre de maïs. Quoique cette valeur reste douteuse car juste après notre test la machine s'est arrêtée. Donc, en résumé la résilience est meilleure pour les formulations **entre 23 et 25%**.

III.4. Propriétés rhéologiques:

III.4.1 Indice de fluidité (Melt Flow Index: MFI):

L'indice de fluidité à chaud mesure la masse écoulee à travers une filière cylindrique d'une matière thermoplastique à l'état fondu, dans des conditions définies de température et de pression pendant un temps donné.

La méthode décrit la technique adoptée pour déterminer la vitesse d'extrusion du polyéthylène à travers un trou de dimensions spécifiées dans les conditions prescrites de

pression et température. Cette méthode d'analyse est suivie conformément à la norme ASTM-D-1238.

Le Melt Flow Index est un paramètre très important pour la classification des polyéthylènes. En général, une haute valeur de Melt Flow Index correspond à de bonnes valeurs de traitabilité de la résine ; un Melt Flow Index bas indique au contraire des polymères à haute résistance mécanique. Cette méthode sert aussi à indiquer l'uniformité des propriétés de flux.

Les résultats du test MFI pour les différents mélanges sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau III.3 : Résultats du MFI pour les mélanges PEHD-FL-M.

FL (% en poids)	0	23	25	27,5
MFI (g/10min)	0,6	0,072	0,084	0,07

La figure III.2 montre la variation du Melt Flow Index (MFI) en fonction du taux de fibre de lin (FL) et poudre de maïs pour les mélanges PEHD-FL-M.

D'après nos résultats on remarque que la valeur du MFI pour le PEHD neutre est très élevée par rapport à la variation du celle du mélange PEHD-FL-M. Ensuite, nous remarquons qu'il y a une diminution pour le pourcentage de 0% à 23% (FL) et (2%) poudre de maïs. Cela signifie donc que l'écoulement du mélange PEHD-FL-M est plus difficile par comparaison au PEHD neutre. Cette constatation est évidente car les mélanges PEHD-FL-M ont un poids moléculaire supérieur et de longues chaînes macromoléculaires dues à une augmentation des liaisons.

Concernant la formulation de 23% à 25% (FL) et 1% poudre de maïs, une légère augmentation du MFI est observée. A.K. Bledzki et Bledzki et al [35] ont trouvé un résultat similaire avec la farine du bois. Ils ont attribué ceci, d'une part, à une dégradation thermo-oxidative du polymère (PEHD) lors de la préparation des pré-mélanges de composite dans la vis d'injection mais aussi aux forces de cisaillement élevées qui induisent à des scissions de

chaînes en provoquant ainsi l'augmentation de l'indice de fluidité. Ainsi une faible affinité entre les deux phases (matrice et renfort) est constatée.

En fin, nous observons qu'au-delà de la formulation 25% (FL), l'indice de fluidité diminue encore. Ceci est peut être due au taux de charge plus élevé ce qui provoque une augmentation de l'incompatibilité des deux phases en présence et l'apparition d'une haute résistance mécanique et par voie de conséquence les propriétés rhéologiques du composite deviennent médiocres.^{2&}

On peut conclure que la meilleure formulation se trouve dans l'intervalle **23 -25%**.

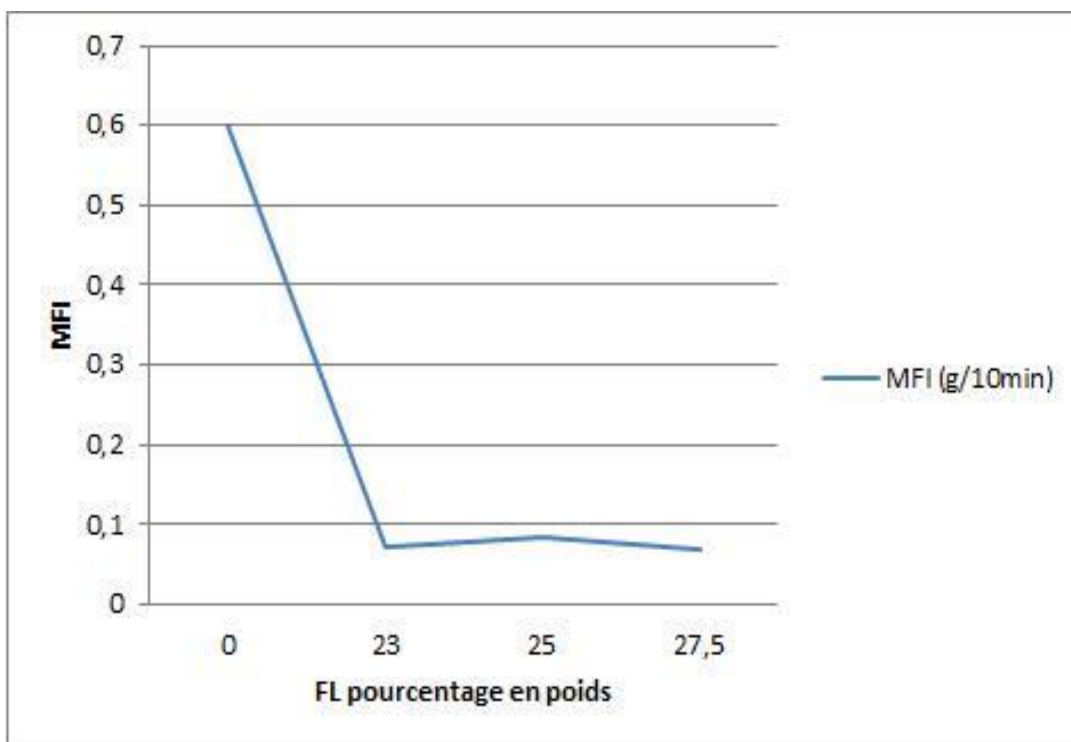


Figure III.2 : Variation du MFI en fonction des pourcentages de fibre de lin

III.4.2 La température du ramollissement (Vicat) :

Cette méthode d'analyse est suivie conformément à la méthode ASTM D-648 qui indique la température effective à laquelle commence le ramollissement du produit, c'est-à-dire au-delà de laquelle la pénétration augmente rapidement.

Cette méthode indique la température effective à laquelle commence le ramollissement du produit, c'est-à-dire au-delà de laquelle la pénétration augmente rapidement. Les résultats de la température du ramollissement Vicat sont présentés dans le tableau suivant:

Tableau III.4 : Résultats du point du ramollissement Vicat pour les mélanges PEHD-FL

FL(%en	0	23	25	27,5
T (°C)	123	126,3	127,4	126,2

La figure III.3 représente la variation de la température VICAT (°C) en fonction du taux de fibre de lin (FL) et poudre de maïs pour les mélanges PEHD-FL-M.

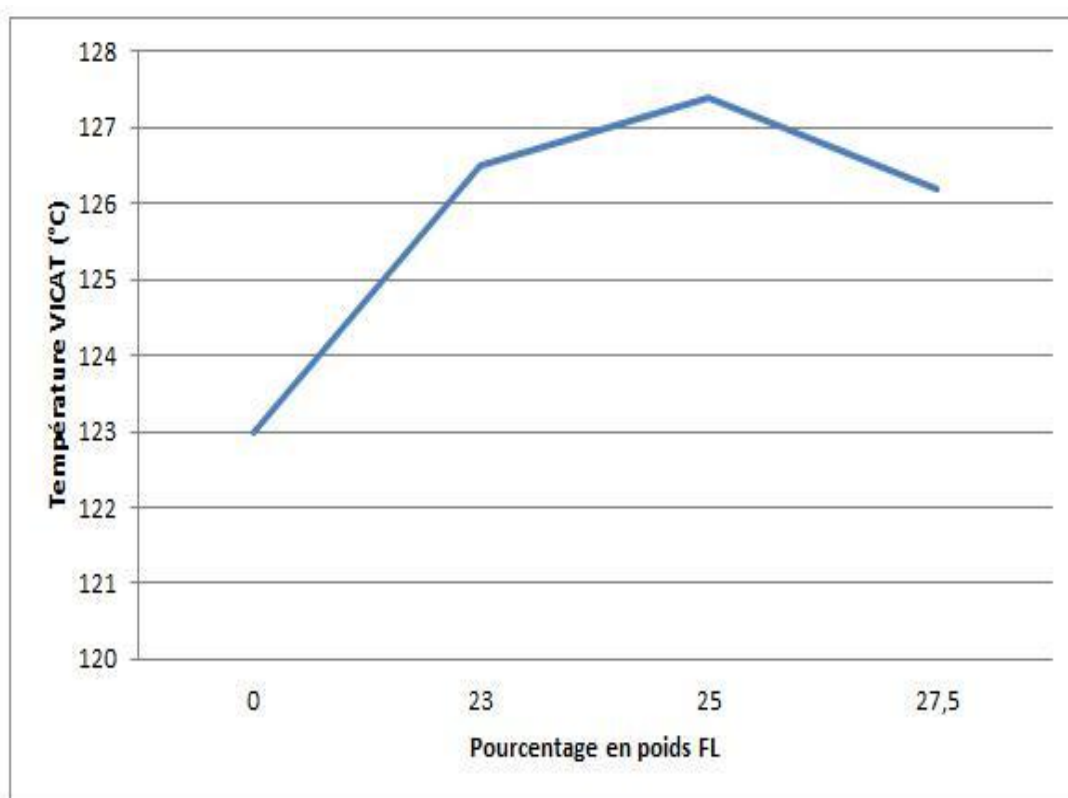


Figure III.3 : Variation de la température Vicat en fonction des pourcentages de fibre de lin

Selon ses résultats la température Vicat augmente progressive pour les pourcentages de 0% à 23% fibre de lin et 2% poudre de maïs, puis encore une augmentation de 23% à 25% fibre de lin et qui représente aussi 2% à 1% poudre de maïs. Ceci est généralement attribué au caractère de flexibilité des chaînes. En fin, une diminution de 25% à 27% fibre de lin qui est due probablement à l'augmentation du taux de charge.

On peut conclure que ces résultats sont en accord avec ceux de l'indice de fluidité. Ainsi la meilleure formulation se trouve **dans l'intervalle 23 -25%**.

III.5 L'analyse par spectroscopie infrarouge :

La FTIR permet de détecter des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques et, ainsi, d'interpréter les fonctions chimiques présentes dans le matériau analysé. Le domaine infrarouge, entre 4000 cm^{-1} et 400 cm^{-1} , correspond au domaine de l'énergie de vibration des molécules. Une fois que l'énergie apportée par le faisceau infrarouge est proche de l'énergie de vibration de la molécule, cette dernière absorbe le rayonnement, permettant ainsi d'enregistrer une diminution de l'intensité réfléchi ou transmise. Par conséquent, on peut identifier une molécule grâce à la bande d'absorption qui caractérise sa composition chimique. Les bandes d'absorption forment ce que l'on appelle «le spectre d'absorption d'un matériau donné». Afin de caractériser les bio-composites obtenues de connaître la modification chimique apportée par les différents traitements, un échantillon de chaque type de pourcentage a été analysé. [45]

Les résultats obtenus par spectroscopie infrarouge sont présentés dans les figures suivantes :

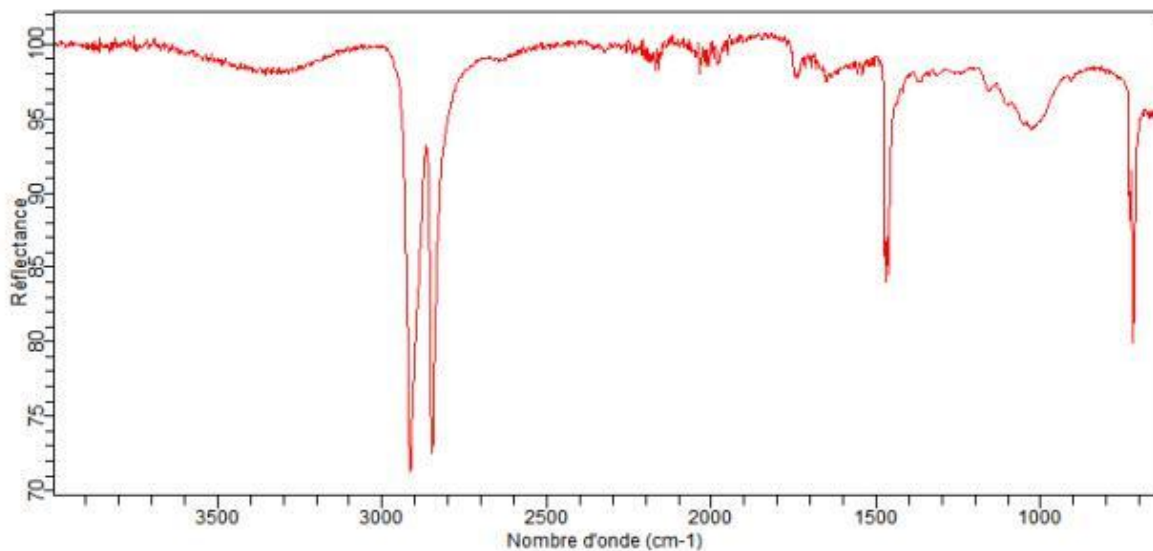


Figure III.5 : Spectre infrarouge expérimental du composite PEHD-FL 23%
(Spectre du type Agilent technologies, Université de Guelma)

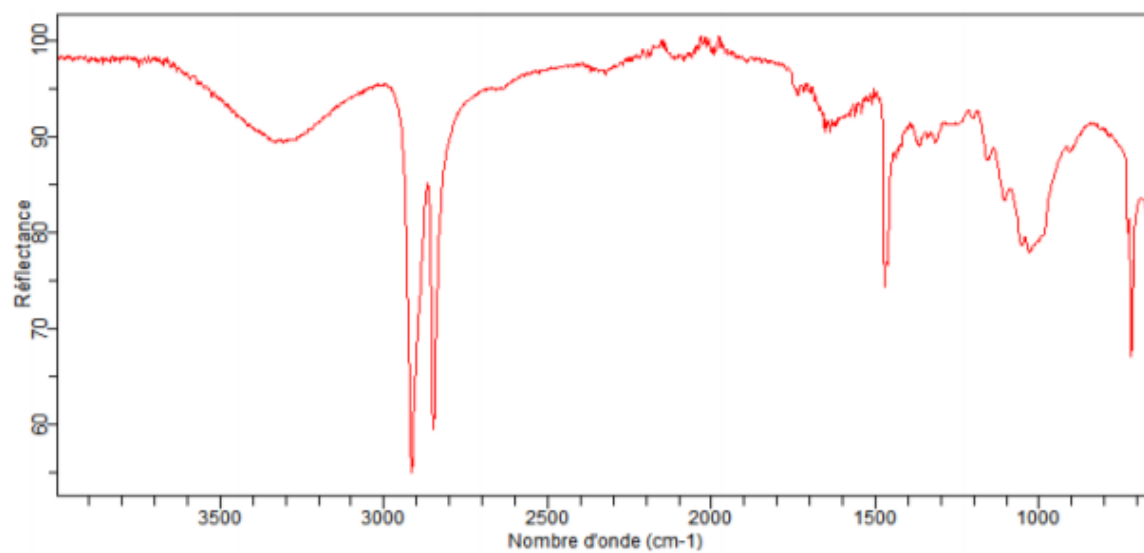


Figure III.6 : Spectre infrarouge expérimental du composite PEHD-FL 25%

(Spectre du type Agilent technologies, Université de Guelma)

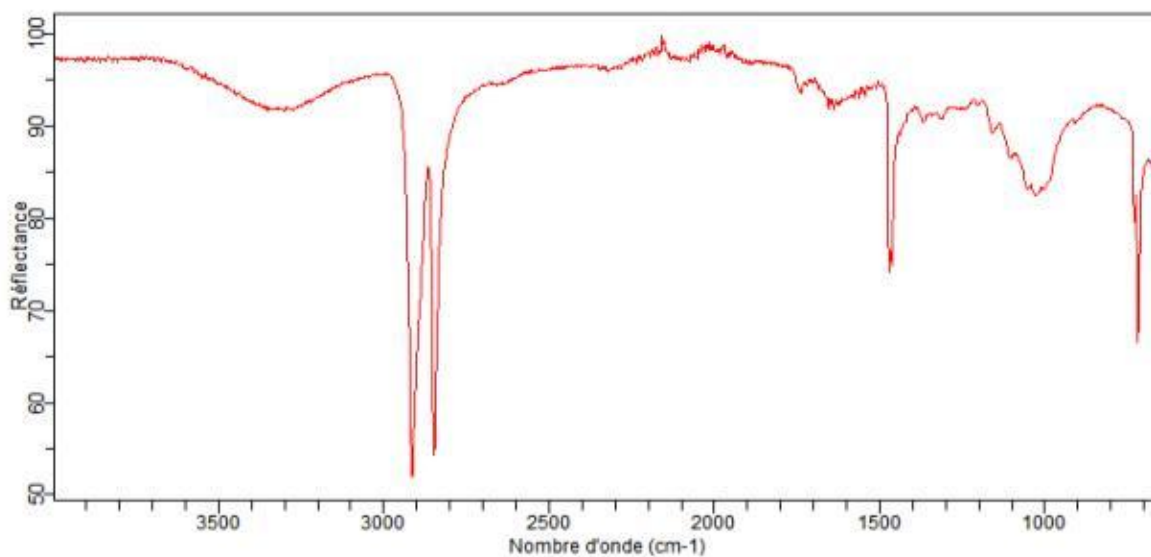


Figure III.7 : Spectre infrarouge expérimental du composite PEHD-FL 27,5%

(Spectre du type Agilent technologies, Université de Guelma)

Les spectres IR (Figures III.5, 6, 7) des trois composite PEHD-FL sont pratiquement les mêmes. La seule différence entre eux réside dans la hauteur de certaines bandes d'absorbance qui est au pourcentage différent de la charge de chaque composite. Les principales groupements fonctionnels détectés dans nos composites sont regroupés dans le tableau III.7. Des résultats similaires ont été cités dans des travaux précédents sur des composites à charge végétales. [45]

Tableau III.7 : Principales groupements fonctionnels des composites.

Groupe fonctionnel et type de vibration	Absorption caractéristiques (cm^{-1})	Intensité
O-H Elong	3000 à 3600	Forte intensité bande large
-C-H Elong sym	2926	Forte intensité
-C-H Elong asym	2830	Forte intensité
O-H (eau liée)	1639	Faible intensité
C=C	1500	Forte intensité
C=O	1739	Forte intensité
-CH₂	1412-1453	Faible intensité
C-O-H	910 - 1257	Bande large
C-O-C (Chaîne cyclique du pyranose)	600 - 710	Forte intensité

La large bande spectrale qui s'étend de 3000 à 3600 cm^{-1} est assignée à la vibration des groupes hydroxyles (-OH) liés de la cellulose. Cette dernière se trouve décalée par la présence des fibres jusqu'à atteindre 3408 cm^{-1} . Ce phénomène est observé dans le cas de compatibilité entre le polymère et la fibre ou nous remarquons une augmentation de nombre de liaisons intermoléculaires O-H.

Les deux pics centrés vers 2926 cm^{-1} et 2830 cm^{-1} traduit les vibrations d'élongation symétrique et asymétriques respectivement des liaisons C-H du groupe $-\text{CH}_2$ des segments de la cellulose, de la lignine et du polymère.

Les spectres révèlent aussi une bande de transmittance centrée à 1739 cm^{-1} , associée aux vibrations d'élongation des groupements carbonyles C=O des groupes acétyles des substances d'hémicelluloses (xylanes) ou pectines se trouvant dans la fibre de lin.

Les pics d'absorption vers 1500 et 1639 cm^{-1} sont désignés respectivement pour la liaison C=C dans la lignine et aux liaisons O-H correspondant à l'eau liée contenue dans la matrice.

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

La bande entre 910 et 1257 cm^{-1} sont attribués aux vibrations du C-O dans le groupement C-O-C présent dans la chaîne anhydroglucose et dans le groupement C-O-H.

La bande de 600 cm^{-1} à 710 cm^{-1} est dues aux vibrations de la chaîne cyclique du pyranose présente dans le glucose de l'amidon de la poudre mais.

Conclusion

D'après les résultats de tous les tests on conclure que :

- Les propriétés mécaniques de nos composites sont meilleures pour les taux de charges entre 23 et 25%. Alors qu' qu'au-delà de cette valeur elles deviennent médiocres.
- les propriétés rhéologiques des composites obtenues ont été évalué principalement par l'indice de fluidité (Melt Flow Index: MFI). En effet, une augmentation légère de cet indice a été observé pour les formulations entre 23 et 25%. Alors qu'au-delà de ce pourcentage la charge devienne plus grande ce qui provoque une mauvaise affinité entre la matrice et le renfort et par voie de conséquence les propriétés rhéologiques du composite commence à se dégrader.
- Du point de vue analyse structurale, les résultats de l'analyse infrarouge à transformé de Fourier n'ont pas mis en évidence des variations notables sur la structure des composites. Ainsi ils ont permis de confirmer la restriction des affinités entre les constituants de nos mélanges à des interactions d'ordre physique uniquement.

Donc les matériaux composites les plus prometteurs sont ceux dont la charge est entre 23 et 25%.

Conclusion
Générale

Conclusion générale

Conclusion général

Cette étude avait pour but d'élaborer et de caractériser un bio-composite PEHD/Fibre de lin, produits par des procédés de transformation classique (injection suivi d'un moulage par compression). Ces composites sont constitués d'une matrice de polyéthylène haute densité recyclé avec des taux de charge de fibre de lin variant entre 23 et 27,5 % en poids, en plus de la poudre de maïs comme additif.

Ce travail à été réparti en trois parties essentielles suivantes :

- ✓ Préparation des échantillons (PEHD-FL-M) dans un malaxeur;
- ✓ Mise en forme des éprouvettes de chaque essai a été fait par moulage sous thermo-compression ;
- ✓ Caractérisation des échantillons (PEHD-FL-M) a été effectuée par les tests : mécaniques, rhéologique ainsi qu'une analyse chimique par spectroscopie infrarouge.

Les résultats de tous les tests qui ont été effectués au sein du laboratoire du complexe CP2K et à l'université de Guelma ont permis de dégager les constatations suivantes :

- Les propriétés mécaniques de nos composites sont meilleures pour les taux de charges entre 23 et 25%. Alors qu' au delà de cette valeur elles deviennent médiocres.
- les propriétés rhéologiques des composites obtenues ont été évalué principalement par l'indice de fluidité (Melt Flow Index: MFI). En effet, une augmentation légère de cet indice à été observé pour les formulations entre 23 et 25%. Alors qu'au delà de ce pourcentage la charge devienne plus grande ce qui provoque une mauvaise affinité entre la matrice et le renfort et par voie de conséquence les propriétés rhéologiques du composite commence à se dégrader.
- Du point de vue analyse structurale, les résultats de l'analyse infrarouge à transformé de Fourier n'ont pas mis en évidence des variations notables sur la structure des composites. Ainsi ils ont permis de confirmer la restriction des affinités entre les constituants de nos mélanges à des interactions d'ordre physique uniquement.

Les objectifs de ce travail ont donc été atteints avec comme matériaux composites les plus prometteurs sont ceux dont la charge est entre 23 et 25%.

Conclusion générale

Pour compléter et développer mieux cette étude nous recommandons les perspectives suivantes:

- Observations de l'état de dispersion de la charge par microscopies optique et électronique.
- Augmenter le nombre de test effectué pour chaque paramètre pour plus de fiabilité des résultats.
- Faire des analyses approfondies à savoir : DSC, DRX, ATG.

Les Références

Références Bibliographiques

- [1] S. Nekkaa, M. Guessoum, N. Haddaoui, Water Absorption Behavior and Impact Properties of Spartium Junceum Fiber Composites, *International Journal*, vol. 58, 2009, pp. 468-481.
- [2] 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.
- [3] C. Saujanya, S. Radhakrishnan, Structure development and properties of PET brelled PP composites", *India Polymer*, vol. 42, 2001, pp. 4537-4548.
- [4] M. A. L. Manchado, M. Arroyo, Thermal and dynamic mechanical properties of polypropylene and short organic fiber composites", *Polymer* vol.41, 2000, 7761-7767.
- [5] 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*, n° 549154, 2012, 9 p.
- [6] 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, n°11, 2010, pp. 729-741.
- [7] M. Souakir, Caractérisations des composites hybrides PEHD/fibre PET/montmorillonite organophile : Étude des effets de la composition et du traitement de surface, *Mémoire Magister, Option Génie des polymères, Université Ferhat Abbas Setif-1-*. 2014. 105 p.
- [8] N. Kadri, Etude des propriétés des composites PEHD/fibres R-PET et PEHD/SEBS-g-MA/fibres R-PET: Effets du taux et du traitement de surface de la fibre, *Mémoire Magister, Option Génie des polymères, Université Ferhat Abbas Setif-1-*, 2014, 91 p.
- [9] Chala Khaoula, Elaboration et Caractérisation D'un Matériau à base de Polyéthylène Basse Densité Recyclé et Chargé Par le Tal, *Master Génie de L'environnement Université Mohamed Khider – Biskra*, juin 2016.
- [10] André Blanc, *Elaboration et Recyclage Des Métaux, Livre De Technique D'ingénieur*.
- [11] Tasnim Kossentini Kallel, *Etude De Mélanges PE/PS Contribution au Recyclage, Thèse Appliquées de Lyon*, 2003.
- [12] Reyne M. geiser m, *Le Guide Pratique De la Récupération et Du Recyclage Des Matières Plastiques*, 1979.

Références Bibliographiques

- [13] Ha c.-s., Park h.-d., Kim Y., Kwon s.-k., Cho w.-j., Polym Adv Technol ,1996, Vol. 7, P. 483.
- [14] Mano E. b. Bonelli C.m.c., Guadagnini M. a., Moyses-Luiz s. J Polym Sci Tech, 1994, Vol.4, P. 19.
- [15] Les Fibres Textiles Naturelles.
- [16] <http://recuperation-fer-metaux.com/impacts-du-recyclage-sur-lenvironnement/>.
- [17] Boughrara Imed, Elaboration et Caractérisation Des Composites : PE/PE -gamma/CaCO₃, Mémoire En Vue De L'obtention Du Diplôme De Master, Université de 20 Aout 1955 Skikda Faculte De Technologie, 2016.
- [18] Anh vu Nguyen, Matériaux Composites à Renfort Végétal Pour L'amélioration Des Performances De systèmes Robotiques, Thèse De Doctorat Université Blaise Pascal – Clermont II, 21 octobre 2015.
- [19] Mekideche Salih, Valorisation Des Déchets Comme Constituants Des Bio-Composites, Mémoire en Vue De L'obtention Du Diplôme De Master, Université De M'sila Faculté De Technologie, 2018.
- [20] Jean Marie, Berthelot, Matériaux Composites, Comportement Mécanique et Analyse Des Structures, Édition tec et doc, 1999.
- [21] <https://fr.wikipedia.org/wiki/Maïs>.
- [22] <https://www.semencemag.fr/mais-biodegradable.html>.
- [23] Boudjema Hayet Latifa, Elaboration de Matériaux Composites Biodégradables Issus De Ressources Renouvelables, Thèse Pour L'obtention Du Diplôme De Doctorat, Université D'Oran 2 Institut De Maintenance et De Sécurité Industrielle.
- [24] Pr. Bey Kamel, Caractérisation d'un Matériau Composite Stratifié à Fibre de Verre/Epoxy en Flexion 3 Points Statique, Master, Université Badji Mokhtar Annaba, 2017-2018.
- [25] Kouahlia. Ilyes. Conception, Elaboration et Caractérisation d'un nouveau Biocomposite à Renfort Végétal, Université de 20 Aout 1955 Skikda Faculte De Technologie, juin 2018.
- [26] Bakhouché Bochra, Caractérisation D'un Matériau Composite Stratifié à Fibre De Verre/Epoxy en Flexion 3 Points Statique, Mémoire Master II, Faculte Des Sciences de L'ingénieur Département De Génie Mécanique, Annaba 2018.
- [27] Bouterfa Meriem, Etude De La Détermination Du Paramètre D'interaction Entre Deux Polymères Par Voie Mécanique "Effet Du Compatibilisant Sur Ce Paramètre, Mémoire en

Références Bibliographiques

Vue de L'obtention du Diplôme de Master, Université Ferhat Abbas Sétif, Faculté de Technologie, 01 /12 / 2011.

[28] Methia Akli, Mr. Rezzoug Mohamed Amine, Etude De La Diffusion De L'irganox 1076 Dans un Polymère Recyclé à Base De PEHD, Master II, Université Abderrahmane Mira – Bejaia, le 02 juillet 2017.

[29] S.Sadoun, Contribution à L'étude Expérimentale D'un Polyéthylène à Haute Densité (PEHD)- Effet De La Température et De La Vitesse De Déformation, Mémoire en Vue de L'obtention Du Diplôme De Master Faculté Des Sciences, Université Badji Mokhtar Annaba, (2007).

[30] <https://www.polyalto.com/fr/catalogue/produits/polyethylene-hdpe>.

[31] M. Fontanille, P. Vairon, Polymérisation. Ed. Techniques De L'ingénieur, Traité Plastiques et Composites", (a3 040).

[32] J-P.Trtignon, J.Verdu, A.Dobraczynski & M.Piperaud, Livre De Matières Plastiques, ensam, paris, 1997.

[33] M. Carrega et Coll, Matériaux Polymères, 2e édition. Dunod, Paris, 2007.

[34] Benakli Imène, Hamani Fazia, Etude Des Bio composites à Base de Polymère Biosourcé PHBV et Fibres Alfa, Mémoire en Vue de L'obtention du Diplôme de Master, Université a. Mira – Bejaia Faculté de Technologie Département de Génie des Procédés, 2016.

[35] U.h. Nilsson, R.C. Dammert, A. Campus, A. Sneck, H. J. Jansson, Morphology of Polyethylene for Power Cable Insulation: Effects Of Antioxidant And Crosslinking, Ie, International Conference On Conduction And Breakdown In Solid Dielectrics, Pp. 365-367, Vasteras Sweden, 1998.

[36] Negoudi Abdelhakim, Khinech Sayah, Etude de Comportement Mécanique des Composites Biosourcés, Mémoire en Vue de L'obtention du Diplôme de Master, Université Kasdi Merbah Ouargla Faculté des Sciences Applications, 2015.

[37] 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.

[40] Anne Hallonet, Développement et Caractérisation d'un Matériau Composite à Base de Fibres de Lin, Application au Renforcement de Structures en Béton par Collage Externe, Thèse de Doctorat de L'universite de Lyon, 08/07/2016.

[39] <https://www.textileschool.com/amp/2632/linen-fiber-from-flax-plants-and-the-linen-fabrics>.

Références Bibliographiques

- [40] [https://fr.wikipedia.org/wiki/lin_\(textile\)](https://fr.wikipedia.org/wiki/lin_(textile)).
- [41] Ait-Aoura Ali, Chikbouni Salah, Modélisation De L'influence D'une Charge Minérale et D'un Cycle de Recyclage Sur La Diffusion de L'irganox 1076 Dans Un Emballage Alimentaire à Base de Polyéthylène Haute Densité, Mémoire en Vue de L'obtention du Diplôme de Master, Université Abderrahmane Mira - Bejaia Faculté de Technologie, 03 juillet 2017.
- [42] S.Djeribi, F.Baiba Salah, Modélisation Du Procédé De Fabrication Du Polyéthylène Haute Densité (PEHD) Dans L'unité CP2K-SKIKDA, Mémoire Master II Faculté Des Sciences Université 8 mai 1945 Guelma, juin 2016.
- [43] Présentation De L'unité [documentation de cp2k].
- [44] Boulechfar Chérifa, Elaboration Des Nanocomposites à Renfort Lamellaire Inorganique, Mémoire Master II, Université Mentouri Constantine, 2007.
- [45] Effet du Traitement Thermique des Fibres Sur les Propriétés des Composites Bois-Polymère". De la Maîtrise en ingénierie, Université du Québec en Abitibi- Témiscamingue, Mars2016
- [46] Jehan Waeytens & Simone Napolitano & Thomas Doneux, Caractérisation de Polymères par Analyse Infrarouge à l'échelle Nanométrique, Article Chimie Nouvelle n° 123 - Décembre 2016.
- [47] Jean Luc Toupe, Optimisation des Propriétés Mécaniques de Composites à Base de Fibres Naturelles: Application à un Composite de Fibre de Lin avec un Mélange de Polyéthylène/Polypropylène d'Origine Postconsommation, Thèse Doctorat en Génie Chimique, 2015.

Les annexes

Annexes



Malaxeur : Annexe (A)

Annexes



La thermo- compression : Annexe (B)

Annexes



La thermo- compression : Annexe (B)

Annexes

Fréquences Caractéristiques d'Absorption des Groupes Fonctionnels en IR			
Groupe Fonctionnel	Type de Vibration	Absorptions Caractéristiques (cm ⁻¹)	Intensité
Alcool			
O-H	(Elong., liaison H)	3200-3600	Forte intensité, Pic large
O-H	(Elong., libre)	3500-3700	Forte intensité, Pic étroit
C-O	(Elong.)	1050-1350	Forte intensité
Alcane			
C-H	Elong.	2850-3000	Forte intensité
C-H	def.	1350-1480	variable
Alcène			
=C-H	Elong.	3010-3100	intensité moyenne
=C-H	def.	675-1000	Strong: Forte intensité, variable
C=C	Elong.	1620-1680	
Halogénure d'alkyl			
C-F	Elong.	1000-1400	Forte intensité
C-Cl	Elong.	600-800	Forte intensité
C-Br	Elong.	500-600	Forte intensité
C-I	Elong.	500	Forte intensité
Alcyne			
C-H	Elong.	3300	Forte intensité, Pic étroit
C≡C	Elong.	2100-2260	variable, inexistant chez les alcynes symétriques
Amine			
N-H	Elong.	3300-3500	intensité moyenne (les amines primaires ont deux bandes; secondaires ont une bande, souvent très faible)
C-N	Elong.	1080-1360	intensité moyenne-faible
N-H	def.	1600	intensité moyenne
Aromatique			
C-H	Elong.	3000-3100	intensité moyenne
C=C	Elong.	1400-1600	intensité moyenne-faible, bandes multiples
Analyses des déformations des C-H hors du plan, permet souvent de distinguer les modèles de substitution			
Plus de détails dans le tableau ci-dessous			
Carbonyle			
C=O	Elong.	1670-1820	Forte intensité
(La conjugaison déplace les absorptions à des nombres d'ondes faibles)			
Ether			
C-O	Elong.	1000-1300 (1070-1150)	Forte intensité
Nitrile			
CN	Elong.	2210-2260	(intensité moyenne)
Nitro			
N-O	Elong.	1515-1560 & 1345-1385	Forte intensité, deux bandes

Annexes

Fréquences Caractéristiques d'Absorption des Groupes Fonctionnels en IR Contenant un Carbonyle (C=O)			
Groupe Fonctionnel	Type de Vibration	Absorptions Caractéristiques (cm ⁻¹)	Intensité
Carbonyle			
C=O	Elong.	1670-1820	Forte intensité
(La conjugaison, déplace les absorptions à des nombres d'ondes faibles)			
Acide			
C=O	Elong.	1700-1725	Forte intensité
O-H	Elong.	2500-3300	Forte intensité, Pic très large
C-O	Elong.	1210-1320	Forte intensité
Aldéhyde			
C=O	Elong.	1740-1720	Forte intensité
-C-H	Elong.	2820-2850 & 2720-2750	Moyenne intensité, deux pics
Amide			
C=O	Elong.	1640-1690	Forte intensité
N-H	Elong.	3100-3500	Non substitués, deux bandes
N-H	def.	1550-1640	
Anhydride			
C=O	Elong.	1800-1830 & 1740-1775	2 bandes
Ester			
C=O	Elong.	1735-1750	Forte intensité
C-O	Elong.	1050-1300	2 bandes ou plus
Cétone			
acyclique	Elong.	1705-1725	Forte intensité
cycliques	Elong.	Cycle à 3 chaînons-1850 4 chaînons 1780 5 chaînons 1745 6 chaînons 1715 7 chaînons 1705	Forte intensité
α,β-insaturés	Elong.	1665-1685	Forte intensité
aryl cétone	Elong.	1680-1700	Forte intensité