

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



Université Mohamed Boudiaf - M'sila  
Faculté de Technologie  
Département de Génie Mécanique



Mémoire de fin d'études  
En vue d'obtention de diplôme  
**De Master**  
**En Génie Mécanique**  
**Option : Génie des matériaux**

*Présenté par :*  
**BEDDIAR Mohammed Ismail**  
**HERAIZ Hocine**

Intitulé

---

✦✦✦✦✦

---

**Élaboration et caractérisation des biocomposites à  
matrice polyéthylène (PE) renforcées par des fibres  
végétales**

---

**Membres du Jury d'examen**

*Président*  
*Promoteur*  
*Examineur*  
*Examineur*

*Dr : ZAOUI M.*  
*Dr : AMROUNE S.*  
*Dr : FARSI Ch.*  
*Dr : MENASRI N.*

*Université de M'sila*  
*Université de M'sila*  
*Université de M'sila*  
*Université de M'sila*

**Promotion 2018**

---

# ***Dédicaces***

*Je profite de cette occasion pour dédier ce modeste travail :*  
*À celle qui m'est chère et qui m'a appris beaucoup. . .Ma mère;*  
*À celui qui m'a appris comment affronter la vie en souriant. . .Mon père;*  
*À Mes sœurs et mes frères ;*  
*À toute ma famille et mes proches;*  
*À tous mes amis chacun par son nom;*  
*À tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin.*

***BEDDIAR M. Ismail***

# ***Dédicaces***

*Je profite de cette occasion pour dédier ce modeste travail :*

*À mes chers parents;*

*À mes sœurs et frères ;*

*À tous mes amis chacun par son nom;*

***HERAIZ Hocine***

# Remerciements

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

Nous tenons à remercier en premier lieu notre promoteur **Mr : S.AMROUNE** pour la confiance qu'il a placé en nous, pour sa permanente disponibilité, son investissement et ses précieux conseils qui nous ont guidés dans l'élaboration de ce travail.

Nous remercions également tous les personnels du **POLYMED de SKIKDA** en particulier ceux de la Laboratoire chacun par son nom.

Nous adressons également nos remerciements à tous les membres du jury **Mr : DJ. LADGEM CHIKOUCHE, Mr : N.MOUSSAOUI et Mr : H.ZEGGANE** qui ont pris le soin de consulter notre document, et de juger notre travail.

Nous adressons également nos remerciements à tous les enseignants qui ont participé à notre formation et l'aide qu'ils nous ont fournie pendant la période d'étude.

# Résumé

Les fibres naturelles ont récemment attiré l'attention des scientifiques en raison de leurs propriétés : faible coût, faible densité, renouvelables, biodégradables et non abrasives. L'étude réalisée dans ce travail avait pour objectif d'élaborer des composites à base de polyéthylène haute densité renforcé par des fibres de palmier avec les pourcentages de 20 et 25 % de fibres végétales non traité et traité avec une solution de 0.5% NaOH pendant 12h ont été incorporés dans le Polyéthylène haute densité TR-402 afin d'examiner l'influence de la teneur des fibres sur la qualité du Polyéthylène haute densité. Des analyses physiques, thermiques et mécaniques ont été réalisées pour voir l'influence des traitements chimique sur le matériau élaboré. Après avoir analysé les résultats obtenus au niveau de l'entreprise POLYMED, nous avons atteint les résultats suivants : Ce matériau biocomposites a une bonne ténacité et une bonne rigidité tout en conservant sa densité et possède une plus grande limite d'élasticité que le PEHD mais une faible partie de la plasticité qui le rend fragile. Et d'autre part l'effet de traitement des fibres avec la solution d'hydroxyde de sodium (NAOH) donne une valeur ajoutée aux différentes propriétés mécaniques.

**Mots-clés :** Propriétés mécaniques, fibres de palmier, polymère, composites, traitement de surface.

## **Abstract**

Natural fibers have recently attracted the attention of scientists because of their properties: low cost, low density, renewable, biodegradable and non- abrasive. In this study, several percentages of treated and untreated vegetable fibers were incorporated into High-Density Polyethylene TR-402 to examine the influence of fiber content on the quality of High Density Polyethylene. Physical, thermal and mechanical analyzes were performed to see the influence of chemical treatments on the material developed. After analyzing the results obtained at the company POLYMED, we have achieved the following results: This bio composite material has good toughness and rigidity while maintaining its density and has a higher yield point than HDPE but a small part of the plasticity that makes it fragile. The effect of treating the fibers with the sodium hydroxide solution (NAOH) gives an added value to the different mechanical properties.

**Key words:** Mechanical properties, palm fiber, composite, polymer, surface treatment.

## ملخص

جذبت الألياف الطبيعية انتباه العلماء في الآونة الأخيرة بسبب مختلف خصائصها: منخفضة التكلفة، منخفضة الكثافة، متجددة، قابلة للتحلل الحيوي. في هذه الدراسة ، تم دمج عدة نسب من الألياف النباتية المعالجة وغير المعالجة في بولي إيثيلين TR-402 عالي الكثافة لفحص تأثير محتوى الألياف على جودة البولي إيثيلين عالي الكثافة. وأجريت التحليلات الفيزيائية والحرارية والميكانيكية لمعرفة تأثير المعالجة الكيميائية على هذه المادة. بعد تحليل النتائج التي تم الحصول عليها في شركة POLYMED ، توصلنا الى النتائج التالية: هذه المادة المركبة المعززة بالألياف لديها صلابة وتماسك جيد مع الحفاظ على كثافتها ولها حد مرونة أعلى من PEHD ولكنها تملك جزء صغير من اللدونة يجعلها هشّة. كما يعطي تأثير معالجة الألياف بمحلول هيدروكسيد الصوديوم (NAOH) قيمة مضافة لمختلف الخصائص.

**الكلمات المفتاحية:** الخصائص الميكانيكية، ألياف النخيل، البوليمر، المركب، المعالجة

السطحية.

# Table des matières

Résumé

Abstract

ملخص

**Introduction générale** ..... 1

## ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

**Chapitre I : Matériaux (Polyéthylène & Fibres végétales)** ..... 2

I.1 Introduction..... 3

I.2 Généralité sur le polyéthylène ..... 3

I.2.1 Comportement mécanique général des polymères ..... 6

I.3 Les fibres naturelles ..... 8

I.3.1 Classification des fibres naturelles ..... 8

I.3.2 Fibres végétales locale ..... 10

I.3.2.1 L'Alfa (Stipa tenacissima L.) ..... 10

I.3.2.2 Le Genêt d'Espagne..... 10

I.3.2.3 Le Diss ..... 11

I.3.2.4 Fibre de palmier dattier..... 12

I.3.3 Structure de la fibre végétale ..... 14

I.3.4 Composition chimique des fibres végétales ..... 14

I.3.5 Propriétés des fibres naturelles ..... 15

I.3.6 Les principaux avantages des fibres naturelles..... 18

I.4 Conclusion ..... 19

**Chapitre II : Les composites à fibres végétales** ..... 20

II.1 Généralité sur les matériaux composites ..... 21

II.1.1 Classification des composites..... 22

II.1.2 Notion de bio composites ..... 25

II.1.3 L'utilisation des fibres végétales comme renforts des polymères.....	26
II.1.4 Présentation générale du comportement des composites à renforts naturels ....	28
II.1.5 La compatibilité fibres/matrice et son effet sur le comportement.....	29
II.2 Synthèse des travaux .....	31
II.3 Conclusion et position du problème.....	34

## **ETUDE EXPERIMENTALE**

<b>Chapitre III : Techniques expérimentales et préparation des échantillons .....</b>	<b>36</b>
III.1 Introduction.....	37
III.2 Produits et matériaux utilisés .....	38
III.2.1 Polyéthylène haute densité (PEHD).....	38
III.3 Les fibres de palmier dattier.....	39
III.3.1 Traitement chimique des fibres.....	39
III.4 Elaboration des biocomposites.....	41
III.4.1 Mise en œuvre .....	41
III.4.2 La thermo- compression .....	42
III.4.3 Préparation des éprouvettes .....	44
III.4.3.1 Poinçonneuse .....	44
III.4.3.2 Entailleuse (Notch Vis).....	44
III.5 Techniques de caractérisation des matériaux élaborés .....	46
III.5.1 Test physique .....	46
III.5.2 Masse volumique (densité à 23°C) .....	46
III.5.3 Tests thermiques .....	47
III.5.4 Indice de fluidité (MFI).....	47
III.5.5 Tests mécaniques .....	49
III.5.5.1 Dureté Shore D.....	49
III.6 Traction uniaxiale .....	50
III.6.1 Différents types d'éprouvettes .....	51

III.6.2 Protocole expérimental .....	51
III.7 Comportement au choc .....	52
III.7.1 Principe des essais.....	52
III.7.2 Les méthodes pendulaires pour sollicitation uniaxiales.....	53
III.7.2.1 Principe des essais.....	53
III.7.2.2 Méthode IZOD .....	54
III.8 Conclusion .....	56
<b>Chapitre IV : Résultats et discussions.....</b>	<b>57</b>
IV.1 Introduction.....	58
IV.2 Test physique .....	58
IV.2.1 La masse volumique .....	58
IV.3 Tests thermiques .....	60
IV.3.1 Indice de fluidité (Melt Flow Index: MFI) .....	60
IV.4 Tests mécaniques .....	62
IV.4.1 Dureté SHORE D.....	62
IV.4.2 Résistance au choc Izod.....	64
IV.4.3 Test de traction.....	66
IV.4.3.1 Résistance à la rupture $R_r$ (Contrainte à la rupture) .....	67
IV.4.3.2 Module et Limite d'élasticité.....	69
IV.4.3.3 Déformation (élongation) à la rupture ( $\epsilon_r$ ).....	71
<b>Conclusion et perspectives .....</b>	<b>74</b>
<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>76</b>

# Liste des figures

## Chapitre I

Figure I.1 : Schéma représentatif de la partie amorphe du polyéthylène à différente échelle microscopique.....	4
Figure I.2 : Schéma représentatif de la structure cristalline du polyéthylène à différente échelle microscopique [7].....	5
Figure I.3 : Diagramme d'état des polymères.....	7
Figure I.4 : Schématisation de l'allure des courbes contrainte-déformation d'un polymère [10].....	7
Figure I.5 : Classification des fibres naturelles [16].....	9
Figure I.6 : Images de la plante d'Alfa [17]. ....	10
Figure I.7 : Images de l'arbuste de Genêt d'Espagne [18].....	11
Figure I.8 : <i>Ampelodesma mauritanica</i> (Diss) : A- fleurissante, B- non fleurissante [20].	11
Figure I.9 : Présentation schématique d'un palmier dattier [21].....	13
Figure I.10 : Schéma de principe de la structure d'une fibre végétale [23]. ....	14
Figure I.11 : Représentation schématique d'une fibre de bois [24]. ....	15
Figure I.12 : Exemples de techniques de mesures des propriétés des fibres. ....	16
Figure I.13 : Effet de la maturité sur les propriétés des fibres de chanvre, d'après Pickering [28].....	17
Figure I.14 : Augmentation des modules des fibres naturelles avec les cycles. ....	18

## Chapitre II

Figure II.1 : Schéma illustratif d'un matériau composite [34].....	21
Figure II.2 : Le marché américain des composites par application en 2000 [38].....	22
Figure II.3 : Classification schématique des différents types de composites.....	23
Figure II.4 : Quelques applications des CMO "haute performance" : (a) un catamaran, (b) le support de la charge utile d'Ariane 5, (c) des skis de compétition [41].....	24
Figure II.5 : Quelques applications des CMC : (a) la tuyère d'un moteur spatial, (b) le disque à aubes d'une turbine (image GE Energy), (c) un disque de frein haut de gamme (image Porsche) [41].....	24
Figure II.6 : Exemples d'applications des composites à matrice métallique [41].....	25

Figure II.7 : Comparaison selon un diagramme Ashby, selon Sobczak et al. [47].....	27
Figure II.8 : Comparaison entre le comportement mécanique de composites chargé talc et de RHP, d'après Premalal et al. [42] .....	29
Figure II.9 : Schématisation des liaisons entre les fibres de chanvre et le PP-g-MA [56].	30
Figure II.10 : Diffractogramme des R-X [53].....	31
Figure II.11 : Courbe de contrainte-déformation .....	33
Figure II.12 : Résistance à la traction de composites de fibres de palmier non traitées (CP) et de fibres de palme traitées (CPT) / HDPE. ....	34

### **Chapitre III**

Figure III.1 : les différentes étapes d'élaboration et caractérisation de matériaux biocomposite FIBRES/PEHD .....	37
Figure III.2 : PEHD grade TR-402 (PE 80) .....	38
Figure III.3 : Les fibres de palmier dattier. ....	39
Figure III.4 : les différents processus du traitement de fibres. ....	40
Figure III.5 : Appareillages et méthodes de préparation de mélange PEHD/FIBRES. ....	42
Figure III.6 : les Appareillages utilisés pour préparer des plaques biocomposite. ....	43
Figure III.7 : Equipement pour la préparation des éprouvettes et des éprouvettes obtenus. ....	45
Figure III.8 : Principe de la mesure de densité à 23°C. ....	47
Figure III.9 : Principe de l'indice de fluidité (MFI).....	48
Figure III.11 : Appareillage de mesure de la dureté Shore D D2240. ....	49
Figure III.13 : Eprouvettes de traction (selon la norme ISO527). ....	51
Figure III.14 : Principe de l'essai de traction.....	52
Figure III.15 : Equipement pour le calcul de la résilience IZOD. ....	54
Figure III.16 : Eprouvette PEHD/FIBRE pour l'essai de choc IZOD. ....	55

### **Chapitre IV**

Figure IV.1 : Variation de la masse volumique des composites PEHD/fibre de palmier en fonction du taux de fibre non traité.....	59
Figure IV.2 : Graphique présente la variation de la masse volumique à 23°C en fonction du taux de fibre pour les mélanges PEHD/FIBRE.....	60
Figure IV.3 : Variation de l'indice de fluidité des composites PEHD/fibre de palmier en fonction du taux de fibre non traitée. ....	61

Figure IV.4 : Graphique présente la variation du MFI en fonction de pourcentages en fibre non traitée et traitée.....	62
Figure IV.5 : Variations de la dureté des échantillons des composites PEHD/fibres de palmier en fonction du taux de fibres non traitée. ....	63
Figure IV.6 : Variation de la dureté SHORE D en fonction des pourcentages en FIBRE. ....	64
Figure IV.7 : Variations de la résistance au choc des échantillons des composites PEHD/fibres de palmier entaillés en fonction du taux de fibres non traitée.....	65
Figure IV.8 : Evaluation de la résilience au choc Izod pour les biocomposites PEHD/FIBRE. ....	66
Figure IV.9 : Courbes contrainte-déformation.....	67
Figure IV.10 : Variation de la contrainte à la rupture des composites PEHD/Fibre de palmier en fonction du taux de fibre non traitée. ....	68
Figure IV.11 : Variation d'élongation à la rupture ( $\epsilon_r$ ) en fonction des pourcentages en fibre non traité et traité. ....	69
Figure IV.12 : Variation du module d'élasticité des composites PEHD /Fibre de palmier en fonction du taux de fibre non traitée. ....	70
Figure IV.13 : Variation de la Module de Young en fonction de variation en FIBRE.....	71
Figure IV.14 : Variation de la déformation à la rupture des composites PEHD/Fibre de palmier en fonction du taux de fibre non traitée. ....	72
Figure IV.15 : Structure typique de (i) fibres cellulosiques non traitées et (ii) et traitées par le traitement alcalin [71]. ....	73
Figure IV.16 : Graphique présente la variation d'élongation à la rupture ( $\epsilon_r$ ) en fonction des pourcentages en fibre traité et non traité.....	73

# Liste des tableaux

Tableau I.1 : Propriétés typiques du LDPE et du HDPE [8].....	5
Tableau I.2 : Propriétés des principales fibres utilisées comme renforts, d'après Baley [29].....	17
Tableau I.3 : Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales comme renforts de matériaux composites.....	18
Tableau III.1 : Principales caractéristiques du PEHD TR-402. ....	38
Tableau III.2 : Les différents pourcentages utilisés. ....	41
Tableau III.3 : Les conditions de travail et les phases de la presse hydraulique .....	43
Tableau IV.1 Résultats de la densité à 23°C pour les mélanges PEHD-FIBRE. ....	58
Tableau IV.2 Résultats du MFI pour les mélanges PEHD-FIBRE.....	60
Tableau IV.3 Résultats de la dureté SHORE D pour les mélanges PEHD/FIBRE. ....	62
Tableau IV.4 Résultats de la résilience Izod pour les mélanges PEHD/FIBRE. ....	64
Tableau IV.5 Résultats de l'élongation ( $\epsilon_r$ ) à la rupture pour les mélanges PEHD-FIBRE. ....	68
Tableau IV.6 Résultats de la limite d'élasticité pour les mélanges PEHD-FIBRE .....	69
Tableau IV.7 Résultats de l'élongation ( $\epsilon_r$ ) à la rupture pour les mélanges PEHD-FIBRE. ....	71

# Introduction Générale

En raison de l'environnement et les questions de durabilité, ce siècle a connu des succès remarquables dans la technologie verte dans le domaine de la science des matériaux par l'élaboration de biocomposites. L'élaboration de matériaux de haute performance à base de ressources naturelles est en augmentation dans le monde entier. Le plus grand défi en travaillant avec les produits de plastique renforcé de fibres composites est leur grande variation dans les propriétés et caractéristiques. Les propriétés d'un biocomposites issus sont influencées par un certain nombre de variables, y compris le type de fibre, les conditions environnementales (où les fibres végétales sont d'origine), les méthodes de transformation, et toute modification de la fibre.

Pour les besoins de notre travail nous avons effectué un stage pratique durant la période de 20 février à 6 mars 2018 au niveau de la complexe CP2K à Skikda , ce stage pratique, nous a permis de prendre connaissance générale et de participer à l'élaboration de notre matériau biocomposites.

Ce mémoire s'articule sur deux grandes parties : une étude bibliographique et un protocole expérimental.

L'étude bibliographique se répartie en deux chapitres :

- **Le premier chapitre** présente une analyse bibliographique sur la matrice polyéthylène (PE) et sur les fibres végétales, ainsi que une présentation de chacun de leur comportement et leurs compositions chimiques et leurs utilisations.
- **Le deuxième chapitre** est consacrées à l'art des composites à matrice polymère ou minérale renforcé par des fibres végétales. Ainsi que une brève synthèse sur les mécanismes d'adhésion fibre/Matrice.

Le protocole expérimental est constitué de deux chapitres :

- **Le troisième chapitre**, comprend les matériaux utilisés ainsi que les techniques expérimentales utilisées.
- **Le quatrième chapitre** est consacré à la discussion de l'ensemble des résultats obtenus à partir des différents tests effectués.

Pour compléter le présent travail. Notre mémoire se termine par une conclusion générale et perspective, des références bibliographiques.

# Chapitre I

Matériaux (Polyéthylène & Fibres végétales)

## I.1 Introduction

Au cours de ce chapitre, nous présenterons les principales caractéristiques des matériaux Polyéthylène et fibres végétales, ainsi que une présentation de chacun de leur comportement et leurs compositions chimiques et leurs utilisations.

## I.2 Généralité sur le polyéthylène

Le 20<sup>iem</sup> siècle est marqué par la naissance des matières plastiques synthétiques. En 1909, le chimiste Baekeland à découvert la résine formo-phénolique. L'exploitation de cette résine dès 1920 a marqué le début de l'ère des plastiques. En 1936, Michael Perrin a réussi à produire huit grammes de polyéthylène de basse densité en améliorant les conditions de synthèse. Sa recherche est devenue le premier brevet de fabrication de polyéthylène. Le chlorure de polyvinyle plastifié a été premièrement fabriqué à l'échelle industrielle entre les années 1940 et 1955. Le premier polyamide « nylon », destiné au remplacement des fibres textiles naturelles, est apparu en Amérique pendant la même période. Depuis la 2<sup>eme</sup> guerre mondiale, le développement de la pétrochimie permettait la naissance de nombreux matériaux thermoplastiques dérivés des hydrocarbures oléfiniques. La fabrication des polymères synthétiques était en essor [1,2].

Les polymères synthétiques trouvent des applications dans presque tous les domaines de notre vie actuelle. Des polymères synthétiques à faible coût se trouvent dans les objets tels que des bouteilles de soda en polyéthylène téréphtalate (PET), des vêtements de sport en nylon (polyhexaméthylène adipamide) et la couverture des fils électriques en polychlorure de vinyle (PVC). Il existe aussi des polymères synthétiques dispendieux destinés aux applications spéciales comme le Kevlar dans les gilets pare-balles et le Téflon dans le revêtement des poêlons.

On distingue deux familles de polymère synthétique [3,4] :

### 1. Polymères thermoplastiques

Les polymères sont constitués des macromolécules linéaires ou ramifiées. Puisque les forces intermoléculaires réunissant les longues chaînes moléculaires des thermoplastiques sont faibles, la malléabilité des thermoplastiques dépend fortement de la température. L'élévation de la température provoque la séparation des chaînes polymères et l'amollissement, voire la fusion des thermoplastiques.

Les thermoplastiques se subdivisent en deux groupes selon la présence ou l'absence de la cristallinité. Certains polymères tels que le polyéthylène et le nylon sont semi-cristallins.

La cristallinité du polyéthylène peut atteindre jusqu'à 80%. Les autres thermoplastiques sont toujours amorphes comme le polystyrène et le polycarbonate. La cristallinité confère aux thermoplastiques des propriétés suivantes : l'opacité, le coefficient d'expansion thermique élevé, la résistance à la fatigue et à l'usure.

## 2. Polymères thermodurcissables

Les matériaux thermodurcissables sont caractérisés par la réticulation des chaînes polymères par des liaisons fortes. Par conséquent, la structure des thermodurcissables est sous la forme de réseaux bi- ou tridimensionnels. La forme des thermodurcissables est insensible à la température, l'élévation de la température entraînerait la dégradation des matériaux sans ramollissement. Les thermodurcissables sont aussi insolubles dans les solvants organiques.

Contrairement aux polymères thermoplastiques qui peuvent être recyclés par fusion et par dépolymérisation, les polymères thermodurcissables sont relativement difficiles à recycler. Par exemple, il est impossible d'extraire les élastomères vulcanisés des pneumatiques par des méthodes thermiques. Les pneus d'automobile usagés et non réutilisables sont souvent broyés en morceaux pour l'utilisation dans la construction des routes ou pour la valorisation énergétique.

Le polyéthylène est le polymère thermoplastique ayant la plus simple structure chimique. Le polyéthylène peut être considéré comme l'assemblage des motifs répétitifs ( $\text{CH}_2\text{-CH}_2$ ), sa formule chimique est donc  $\text{C}_{2n}\text{H}_{4n}$  [1]. Les chaînes du polyéthylène peuvent être linéaires ou ramifiées selon la méthode de synthèse. Comme illustrée sur la Figure I.1, la liaison intramoléculaire du polyéthylène est la force covalente, alors que les chaînes se lient entre elles par la force de Van der Waals.

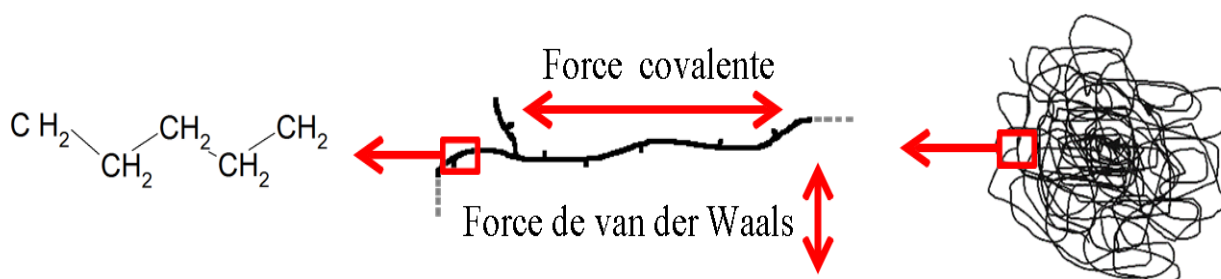
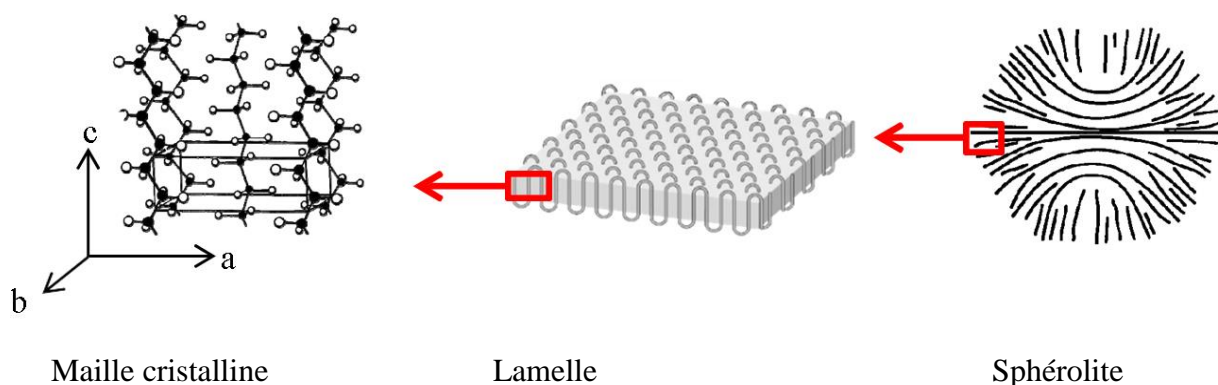


Figure I.1 : Schéma représentatif de la partie amorphe du polyéthylène à différentes échelles microscopiques.

La chaîne du polyéthylène n'est pas rigide car une libre rotation autour de l'axe C-C (Figure I.2) est permise par l'orbital hybride. Les chaînes s'enchevêtrent lorsqu'elles sont suffisamment longues. La masse molaire critique du polyéthylène pour l'enchevêtrement est de 4000 g/mol [5]. Les points d'enchevêtrement peuvent être considérés comme des nœuds déplaçables, qui contribuent aux propriétés mécaniques du polyéthylène [1,6].

Le polyéthylène possède une certaine cristallinité. La Figure I.2 présente la structure des cristaux du polyéthylène. La maille cristalline du polyéthylène est orthorhombique, les trois longueurs des vecteurs de laquelle sont :  $a = 0.741$  nm,  $b = 0.494$  nm et  $c = 0.255$  nm [7]. Au cours de la cristallisation, l'arrangement sur les directions  $a$  et  $b$  est largement plus rapide que celui sur la direction  $c$ , ceci conduit à la formation d'une structure laminaire. L'empilement radial de plusieurs lamelles constitue des sphères appelées « sphérolites ».



**Figure I.2 : Schéma représentatif de la structure cristalline du polyéthylène à différente échelle microscopique [7].**

La cristallinité contribue aux propriétés mécaniques du polyéthylène. Les propriétés du polyéthylène de basse densité (LDPE) et de haute densité (HDPE) sont données au tableau I.1. Le branchement de la chaîne polymère réduit la cristallinité du polyéthylène. Par conséquent, le polyéthylène plus dense possède moins de branchements.

**Tableau I.1 : Propriétés typiques du LDPE et du HDPE [8].**

	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	Degré de cristallinité (%)	Branchement (par 1000 atomes de carbone)	Température de fusion (°C)
LDPE	0.910- 0.925	40-50	20-30 de groupements méthyles 3-5 de groupements n-butyles	105-115
HDPE	0.942-0.965	60-80	0-4 de groupements méthyles et butyles 5-7 de groupements éthyles	125-130

Le polyéthylène a été premièrement utilisé comme isolant pour les câbles électriques. Par la suite, son application s'est étendue vers de vastes domaines comme : les emballages, la construction, l'automobile, l'électronique, etc. Le polyéthylène est actuellement le polymère le plus populaire au monde avec une production globale estimée à 70 millions de tonnes chaque année, cette valeur tendant à augmenter selon la croissance économique [8]. Comme la majorité des polymères synthétiques, le polyéthylène est un produit dérivé du pétrole. Les ressources pétrolières étant non-renouvelables et limitées en quantité, elles s'épuisent de jour en jour, mais le coût d'exploitation et la qualité des huiles des nouvelles réserves de pétrole sont deux facteurs incertains.

### **I.2.1 Comportement mécanique général des polymères**

Les courbes  $\sigma - \epsilon$  schématisques des polymères montrent les différents comportements se succédant à déformation croissante (figure I.4a). A faible déformation, la contrainte évolue linéairement avec la déformation - c'est le domaine élastique. Au-delà, la contrainte n'évolue plus linéairement - le comportement anélastique ou viscoélastique se manifeste alors clairement.

Dans ce domaine, les chemins de charge et de décharge ne sont pas identiques et indiquent qu'une partie de l'énergie a été dissipée. De plus, à contrainte nulle, aucune déformation résiduelle n'est observable au bout d'un temps « raisonnable ». La fin de ce domaine est matérialisée par le seuil de plasticité, à partir duquel le comportement viscoplastique apparaît. Un phénomène d'instabilité plastique se manifeste alors et est associé à une localisation de la déformation.

Les essais de traction uniaxiale sont le plus souvent utilisés pour caractériser un polymère. Lors de cet essai, la présence ou non des trois types de comportement (élastique, anélastique, viscoplastique) dépend de la température (figure I.4b). En effet, à haute température (proche de  $T_g$  : (Température de transition vitreuse) pour un polymère amorphe et entre  $T_g$  et  $T_f$  pour un polymère semi-cristallin (voir la figure I.3)), la courbe présente les trois domaines et la rupture intervient dans le domaine viscoplastique. Lorsque la température diminue ( $T < T_g$  pour les semi-cristallins), la rupture s'opère dans le domaine anélastique et le seuil de plasticité ne se distingue plus. Notons également que l'augmentation de la vitesse de déformation aura la même influence sur l'allure des courbes qu'une diminution de la température.

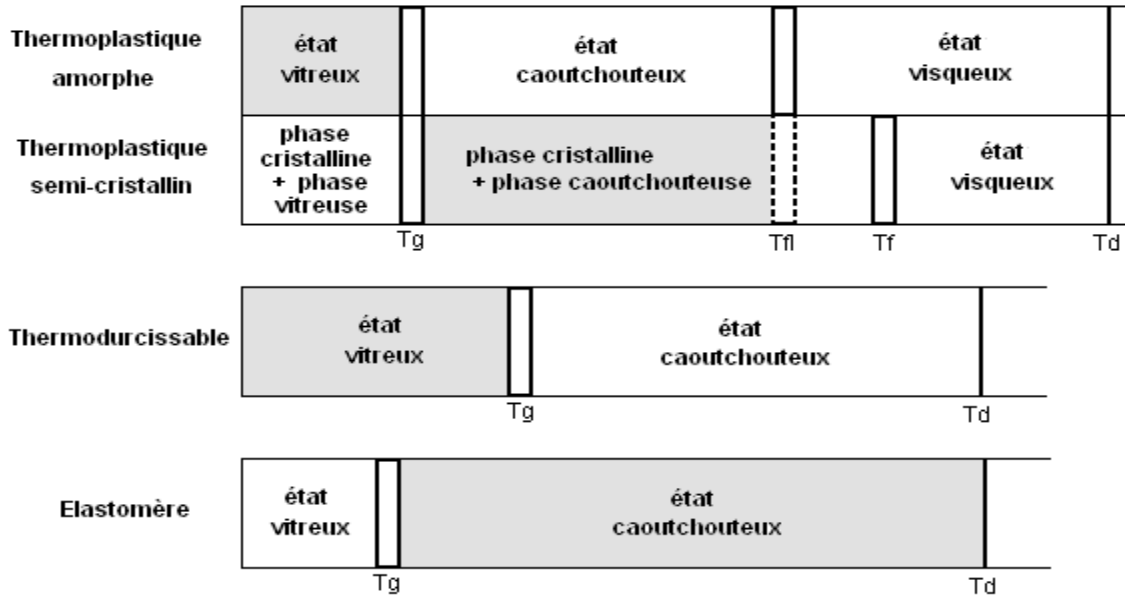
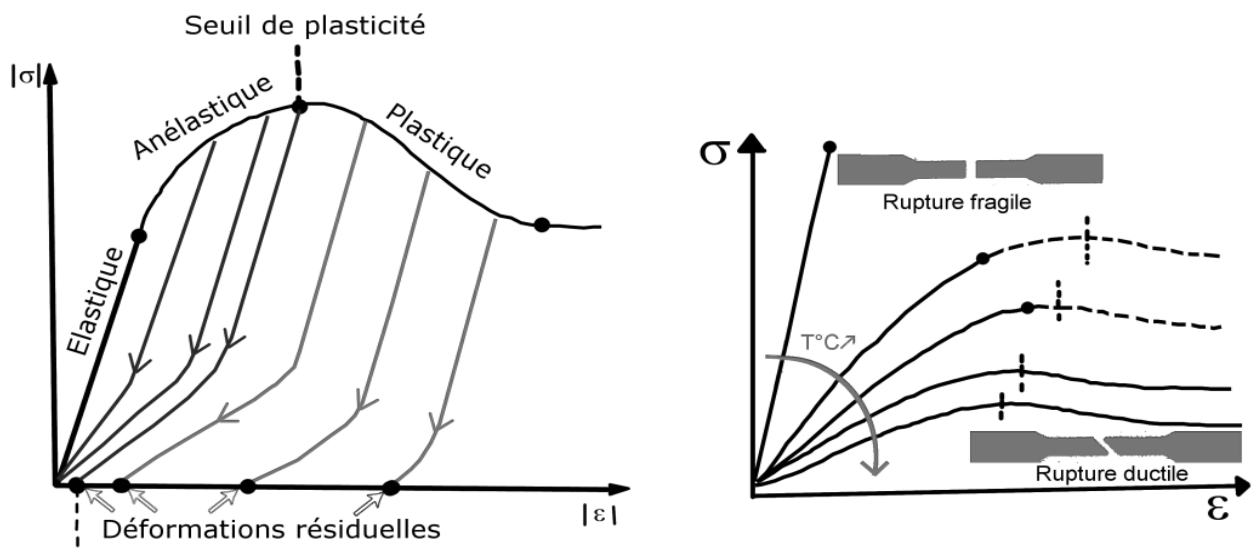


Figure I.3 : Diagramme d'état des polymères

Les lois de comportement des polymères s'écrivent sous la forme générique  $\sigma = f(\varepsilon; \dot{\varepsilon}; p; T)$  où  $p$  est la pression hydrostatique. En fonction du domaine de comportement (élastique, visco-élastique, viscoplastique) identifié sur la figure I.4, une réduction du nombre de paramètres conduit à l'élaboration de lois de comportement simplifiées : généralisation de la loi de Hooke pour l'élasticité, les lois de Newton pour la viscosité. Le domaine de viscoélasticité non-linéaire peut être caractérisé en suivant la démarche proposée par Schapery [9].



(a) Schématisation des profils de décharge

(b) Influence de la température sur l'allure des courbes  $\sigma - \varepsilon$  en traction uniaxiale.

Figure I.4 : Schématisation de l'allure des courbes contrainte-déformation d'un polymère [10].

Les matières plastiques issues de la pétrochimie sont nocives pour l'environnement dû à leur excellente stabilité. Selon une étude menée par Hakkarainen et al. [11], la dégradation significative du polyéthylène de basse densité (LDPE) enfoui dans le sol bioactif nécessite plus de trente-cinq ans, et certains plastiques pourraient rester dans l'environnement.

Pendant plusieurs centaines d'années. Le déchet de plastique engendre non seulement les nuisances visuelles, mais aussi un danger pour les animaux en cas d'ingestion. De plus, la pollution des océans par les matières plastiques constitue déjà une menace pour la vie marine[12].

L'incinération est un moyen facile et pratique pour traiter les déchets plastiques en fin de vie. De même, la biodégradation des plastiques synthétiques par des microorganismes sous certaines conditions est récemment reportée [13]. Malgré ces différences, la décomposition des déchets plastiques transforme les matières organiques en matières inorganiques (de l'eau et le dioxyde de carbone principalement). Le carbone stocké sous forme organique dans le pétrole ne circule pas entre l'atmosphère et la biosphère. Alors le dioxyde de carbone dégagé en surplus, issu de l'utilisation des plastiques, affecte la composition chimique de l'atmosphère et entraîne l'effet de serre planétaire.

Outre les impacts du plastique sur l'environnement, la forte dépendance pétrolière de la fabrication des plastiques est préoccupante puisque le secteur des matières plastiques a été fortement touché par les chocs pétroliers depuis les années 70. Il est primordial de trouver des matières premières alternatives au pétrole pour produire des matières plastiques. Dans ce contexte, les plastiques biosourcés comme l'acide polylactique, le polyhydroxyalkanoate, les dérivés de cellulose et les dérivés d'amidon sont développés [14].

## **I.3 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.

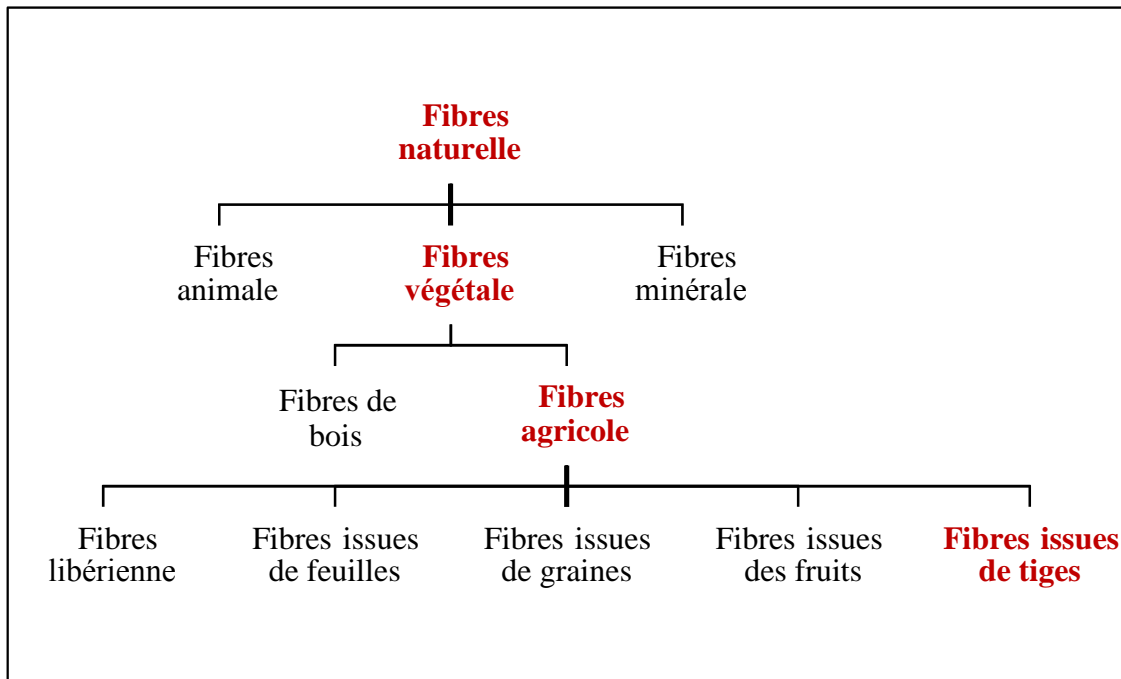
### **I.3.1 Classification des fibres naturelles**

On peut subdiviser les fibres naturelles en trois grands groupes selon leur origine [15].

- **les fibres végétales** qui comprennent les fibres provenant des différentes parties de la plante ;

- **Les fibres animales** qui proviennent des poils, telle que la toison animale, et des sécrétions telle que la soie ;
- **Les fibres minérales** comme l'amiante.

Il existe une grande variété de fibres naturelles qui peuvent être utilisées pour le renforcement ou comme charges (Figure I.4) [16].



**Figure I.5 : Classification des fibres naturelles [16].**

Les fibres faisant l'objet de notre travail suit le chemin coloré en rouge, c'est-à-dire fibres végétales agricole issues de tiges du palmier dattier.

**Les principales catégories de fibres agricoles sont :**

- Fibres libériennes : extraites de la partie extérieure de la tige (lin, chanvre, jute, kénaf, ramie. . .)
- Fibres extraites des feuilles : fibres de sisal, de bananier, de palmier. . .
- Fibres extraites de poils séminaux des graines : fibres de coton, de kapok. . .
- Fibres extraites de l'enveloppe du fruit : fibres de coco. . .
- Fibres extraites des tiges ou des troncs : paille de blé, de riz, d'orge ou d'autres cultures telles que le bambou.

## I.3.2 Fibres végétales locale

### I.3.2.1 L'Alfa (*Stipa tenacissima* L.)

L'Alfa est une herbe vivace typiquement méditerranéenne sa terre d'élection est l'Afrique du Nord, et tout particulièrement les hauts plateaux de l'Algérie et du Maroc. C'est une plante permanente qui ne disparaît pas pendant l'hiver et qui pousse indépendamment formant des nappes. Elle délimite le désert, sa tige est creuse et cylindrique utilisée pour fabrication de la pâte à papier, de cordages, de composites et d'objets de sparterie [17].



Figure I.6 : Images de la plante d'Alfa [17].

### I.3.2.2 Le Genêt d'Espagne

Le Genêt d'Espagne (*Spartium Junceum* L.) ; en Algérie connu sous le nom de 'Tertak'. C'est un petit arbuste à souche ligneuse, aux rameaux flexibles, atteint trois mètres de haut. Ses rameaux cylindriques sont creux, avec très peu de feuilles. Les fleurs sont disposées en grappes. Autrefois, le Genêt était cultivé pour la fibre qui servait à confectionner de la toile.

Les tiges de Genêt d'Espagne sont utilisées en vannerie et produisent des fibres pour la fabrication des cordages et toiles grossières ; tout récemment encore, à l'issue de la seconde guerre mondiale, les services de sécurité des mines utilisaient le caractère antistatique de la fibre de Genêt pour la réalisation de tapis [18 ,19].



Figure I.7 : Images de l'arbuste de Genêt d'Espagne [18].

### I.3.2.3 Le Diss

Connu sous le nom scientifique «*Ampelodesma mauritanica*». Il appartient à la famille des poacées. C'est une grande graminée très répandue dans l'Afrique-du-Nord méditerranéenne et les régions sèches de la Grèce à l'Espagne. Il fleurit entre avril et juin ; les feuilles sont résistantes longues jusqu'à 1 mètre et large de 7 mm, extrêmement rude c'est un matériau très fibreux.



A

B

Figure I.8 : *Ampelodesma mauritanica* (Diss) : A- fleurissante, B- non fleurissante [20].

Cette plante était utilisée auparavant dans la réalisation des habitations anciennes de ces régions en raison de ses qualités mécaniques et hydriques. Elle est très résistante à la traction de l'ordre de 100 MPa, son utilisation est limitée à la confection des couffins, à lier les branches de vignes ou à la confection des balais cantonniers. La plante est utilisée aussi comme tressage et sert comme matériel pour fabrication de papier.

En outre des études récentes ont montré qu'elle peut être utilisée comme additif pour renforcer le béton. Elle est aussi utilisée par les éleveurs de batails comme antiparasitaire et en médecine traditionnelle comme antidiabétique.

#### **I.3.2.4 Fibre de palmier dattier**

Le palmier dattier est typiquement cultivé dans les oasis sahariennes. Celui originaire d'Afrique du Nord, est amplement cultivé de l'Arabie jusqu'au Golfe Persique, où il forme la végétation caractéristique des oasis. Il est cultivé en outre aux Canaries, dans la Méditerranée septentrionale et dans la partie méridionale des Etats-Unis. C'est une plante sensible au froid, qui pousse sur des terrains de n'importe quelle nature, pourvu qu'ils soient fertiles et bien drainés. Dans les régions à climat doux, il est cultivé en plein air, en position ensoleillée, utilisé surtout comme plante ornementale pour son allure élancée et son feuillage.

Il existe plus de 2600 espèces de palmiers. On pourrait croire que c'est un arbre qui possède un tronc alors que c'est un monocotylédone qui ne contient pas de bois ni de tronc mais possède un stipe. De plus, c'est une plante dioïque contenant donc des palmiers mâles et des palmiers femelles. Le palmier a un tronc très élancé, haut jusqu'à 30 m, couvert de manière visible par les gaines des feuilles tombées. Les feuilles, réunies en un nombre de 20 à 30 maximums, forment une couronne apicale clairsemée (voir la figure I.9). Elles sont pennées, longues jusqu'à 6m ; les feuilles supérieures sont ascendantes, les basales recourbées vers le bas, avec des segments coriaces, linéaires, rigides et piquants, de couleur verte [21].

Le palmier dattier se constitue principalement de 10 parties à savoir

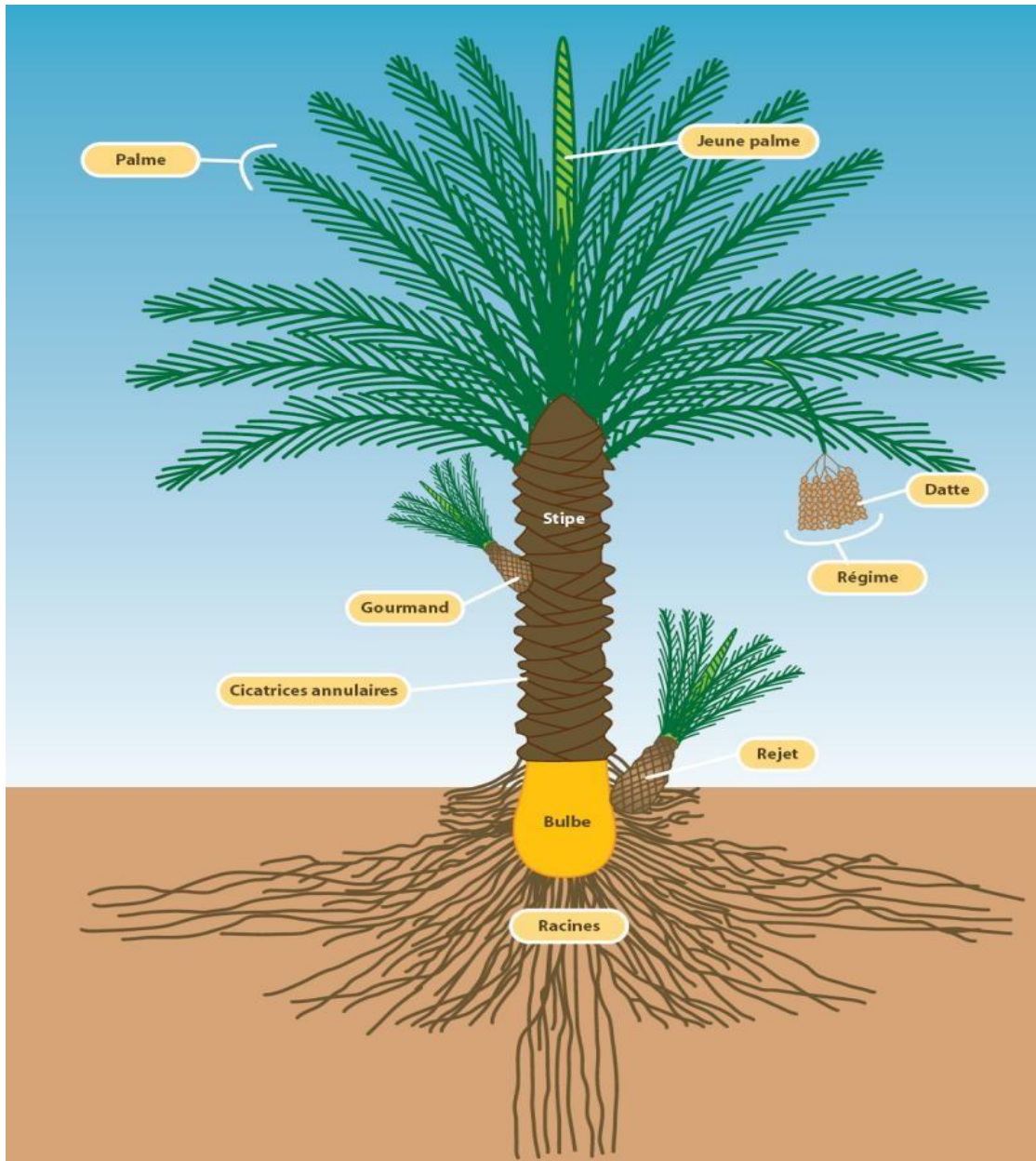


Figure I.9 : Présentation schématique d'un palmier dattier [21].

Le palmier dattier a une structure fibreuse, possédant quatre types de fibres [22].

- fibres de bois de tronc.
- fibres de feuilles au niveau des pédoncules.
- fibres de tige au niveau des tiges des pédoncules et du support dattier (grappe).
- fibres de surface autour de son tronc ou de bases de palmes (pétiole)
- fibres de liffe (entre les Kornafs, le tronc est recouvert d'une bourre fibreuse que l'on appelle le liffe).

### I.3.3 Structure de la fibre végétale

En première approche, une fibre végétale est assimilable à un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose. La matrice est principalement composée d'hémicellulose et de lignine. Les fibrilles de cellulose sont orientées en hélice suivant un angle nommé angle micro fibrillaire.

Habituellement, dans un matériau composite, le taux de renfort et l'orientation des fibres conditionnent les caractéristiques élastiques et à rupture. De même, dans une fibre végétale, les propriétés physiques des fibres naturelles sont principalement déterminées selon la composition chimique et physique, la structure, le pourcentage de cellulose, l'angle micro fibrillaire, la section et le degré de polymérisation.

En simplifiant, pour un pourcentage de cellulose donné, plus l'angle micro fibrillaire sera faible et plus la rigidité et la résistance de la fibre seront élevées ; plus l'angle micro fibrillaire sera important et plus l'allongement à rupture sera important [23].

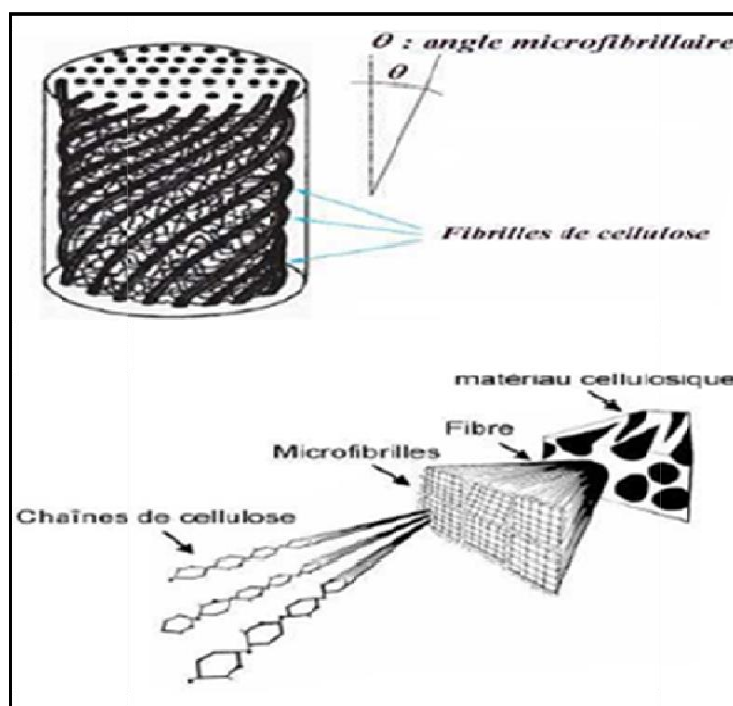


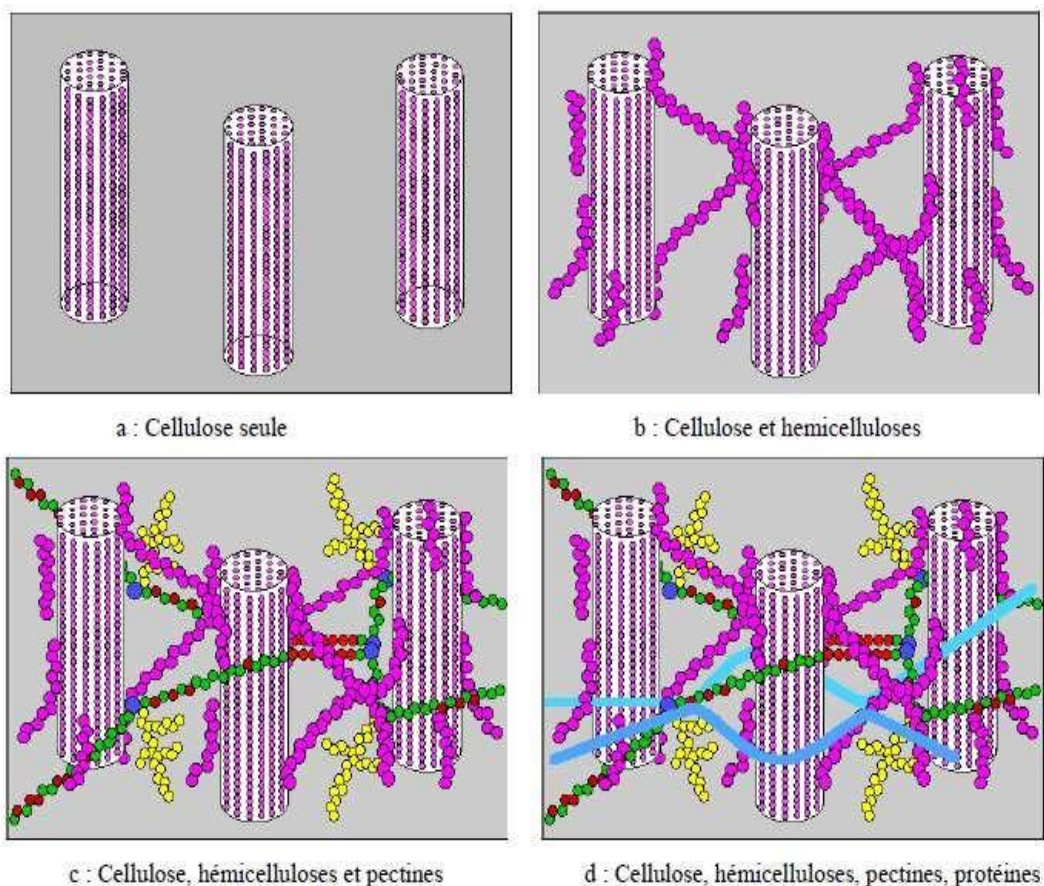
Figure I.10 : Schéma de principe de la structure d'une fibre végétale [23].

### I.3.4 Composition chimique des fibres végétales

La biomasse végétale est constituée de plusieurs macromolécules étroitement liées entre elles au sein de la paroi végétale.

Comme nous l'avons vu précédemment les composées les plus majoritaires sont la cellulose, l'hémicellulose, les pectines et les lignines. Ces différents constituants sont agencés de manière très complexe.

Dans le bois, la cellulose est concentrée à l'intérieur de la fibre. Les parois extérieures de la fibre sont composées principalement de lignines et d'hémicelluloses et les lamelles de jonction inter fibres sont composées presque uniquement de lignine. Un réseau supplémentaire de pectines augmente la complexité de la matrice. Le réseau polysaccharidique peut également être solidifié par un réseau secondaire de protéines.



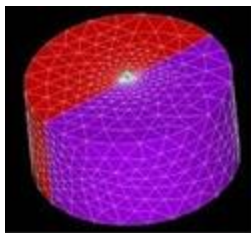
**Figure I.11 : Représentation schématique d'une fibre de bois [24].**

### I.3.5 Propriétés des fibres naturelles

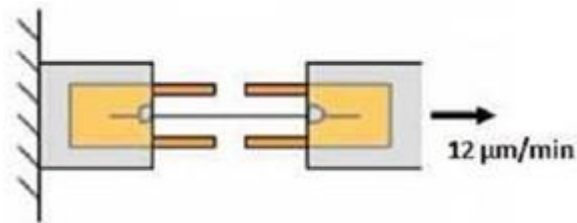
Les chercheurs et les industriels s'intéressent aux fibres naturelles comme alternatives aux fibres synthétiques comme renforts dans des composites puisqu'elles ont le potentiel d'égaliser voir de surpasser les propriétés spécifiques (propriétés ramenées à la densité) des fibres synthétiques

telles que les fibres de verres [25]. Le caractère naturel leur confère cependant une grande variabilité entre les plantes d'une même plantation et explique en partie les nombreuses informations, pas toujours cohérentes entre elles de la littérature. Cette spécificité a été mise en évidence en 1989, par Michell [26] sur des composants issus du bois. Le module de Young maximal de 250 GPa, obtenu de façon théorique pour les cristallites (c'est à dire le composant du bois ayant subi le plus haut niveau d'extraction), est nettement supérieur au module de 70 GPa des microfibrilles de bois, lui-même supérieur au module de 10 GPa du bois.

Les propriétés des fibres naturelles sont donc un grand sujet de débat dans la littérature, puisque à cette variabilité vient s'ajouter un niveau d'extraction de la fibre différent selon les études (faisceau de fibres, fibres unitaire,...), et les techniques de mesure (voir figure I.7) très variables d'une équipe de recherche à l'autre, traction uniaxiale sur fibres unitaires [27] ou nano indentation couplée à un modèle éléments-finis [28].



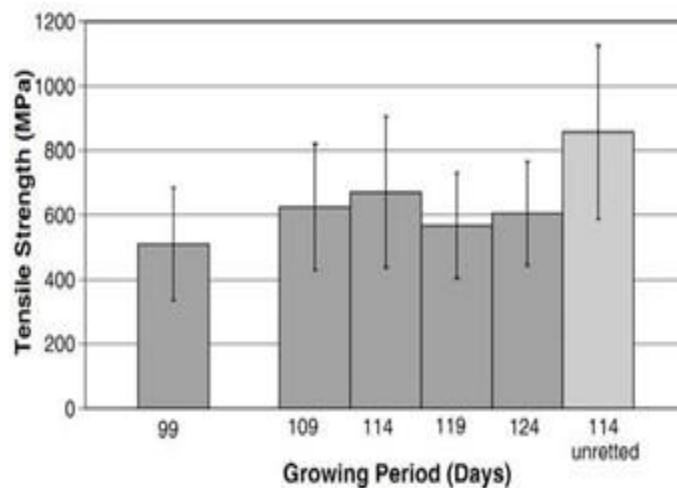
(a) Nanoindentation, d'après Guessasma et al. [28]



(b) Traction sur fibres unitaire, d'après Jin et Gong [27]

**Figure I.12 : Exemples de techniques de mesures des propriétés des fibres.**

En effet, les techniques d'extraction, la méthode de culture et la maturité de la plante avant l'extraction de la fibre conditionnent sa structure et sa composition chimique et donc ses propriétés thermomécaniques. Ainsi, les travaux de Pickering et al. [28] montrent qu'il existe une maturité optimale de la plante permettant d'obtenir des propriétés maximales de la fibre (figure I.8)



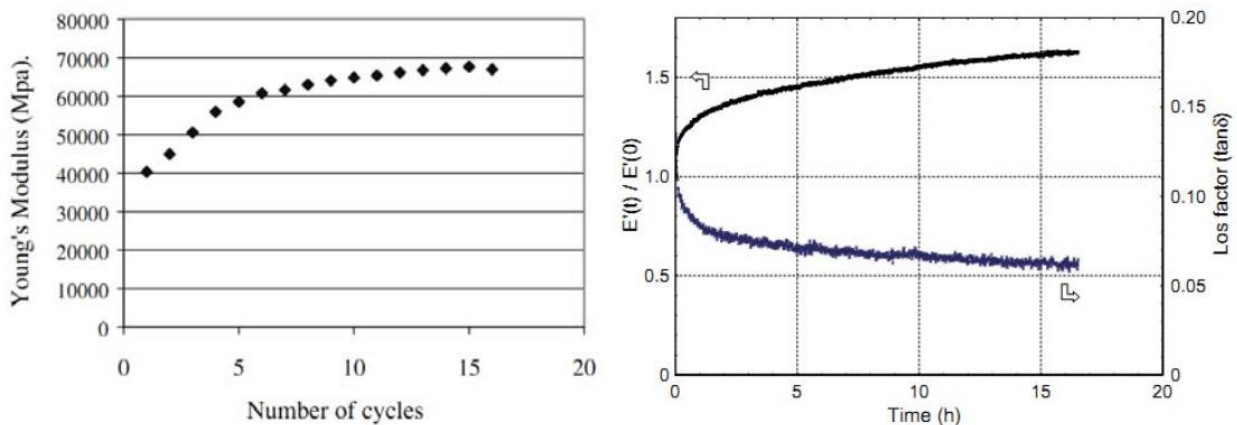
**Figure I.13 : Effet de la maturité sur les propriétés des fibres de chanvre, d'après Pickering [28].**

Le tableau I.2 recense les propriétés des principales fibres utilisées comme renforts dans les composites à matrice polymère. La forte variabilité observée pour les caractéristiques des fibres végétales peut être expliquée par les nombreux facteurs mis en évidence dans cette section (la méthode d'extraction, le vieillissement, la structure et la composition chimique)

**Tableau I.2 : Propriétés des principales fibres utilisées comme renforts, d'après Baley [29]**

	Fiber	E (GPa)	$\epsilon_r$ (%)	$\sigma_m$ (MPa)	Densité
<b>Fibers synthétiques</b>	Verre E	72 - 73	3 - 4.6	2000 - 3400	2,54
	Carbone	230 - 825	0,3 - 1,5	2350 - 3530	1,7 - 2
	Aramide	124	2,9	3620	1,44
<b>Fibers végétales</b>	Lin	12 - 85	1 - 4	600 - 2000	1,54
	Chanvre	35	1,6	389	1,07
	Jute	26,5	1,5 - 1,8	393 - 773	1,44
	Coton	5,5 - 12,6	7 - 8	287 - 597	1,5
	Noix de coco	4 - 6	15 - 40	131 - 175	1,15
<b>Fibers animales</b>	Ver à soie	5 - 16	15 - 18	200 - 650	-
	Araignée	7	30	600	-

Ces propriétés sont généralement obtenues via des essais simples et très peu d'études s'intéressent à l'évolution de ces propriétés lors d'essais cycliques, Baley [31] et Placet [32] ont alors étudié la réponse à des sollicitations dynamiques de charge-décharge en traction sur des fibres de lin et de chanvre respectivement et ont mis en évidence une augmentation du module de la fibre avec les cycles (figure I.9). Cette augmentation est liée aux réarrangements internes de la fibre, c'est à dire à la réorientation de l'angle des brilles de cellulose et / ou au déplacement des molécules d'eau dans la fibre.



(a) fibres de lin, selon Baley [31] (b) fibres de chanvre, selon Placet [32]

**Figure I.14 : Augmentation des modules des fibres naturelles avec les cycles.**

### I.3.6 Les principaux avantages des fibres naturelles

Les principaux avantages des fibres naturelles (Tableau I.3) sont leur coût, leur légèreté, leur disponibilité et leurs propriétés mécaniques spécifiques élevées. Grâce à un compromis idéal rigidité/résistance/légèreté, les composites renforcés par des fibres végétales concurrencent efficacement les matériaux traditionnels contenant des charges ou fibres minérales [33]

**Tableau I.3 : Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales comme renforts de matériaux composites.**

Avantages	Inconvénients
Faible cout	Absorption d'eau
étés mécaniques spécifiques antes (Résistance et rigidité)	Faible stabilité dimensionnelle
Biodégradabilité	Biodégradabilité
Non abrasif pour les outillages	Faible tenue thermique (200°C à 300 °C max)
Neutre pour l'émission de CO2	Fibres anisotropes

Demande peu d'énergie pour être produite	Variation de qualité en fonction de lieu de croissance, de météo ....
Pas de résidu après incinération	Pour des applications industrielles, demande de la gestion
Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres	Renfort discontinu
Bonne isolation thermique et acoustique	
Ressource renouvelable	

## I.4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les principales caractéristiques de la matrice et le renfort, des matériaux polyéthylène et fibres végétales.

D'une manière générale, l'utilisation des fibres naturelles comme renfort de matériaux composites se justifie pour :

- valoriser une ressource locale dans des pays peu industrialisés, les composites à fibres naturelles ouvrant de nouveaux débouchés aux produits agricoles ;
- développer des matériaux et des technologies prenant en compte les impacts sur l'environnement. Les fibres naturelles sont des matériaux de qualité qui se fabriquent et se recyclent naturellement sur terre depuis des millions années (matériaux biodégradables et renouvelables par culture).

Nous allons voir dans le chapitre suivant, un aperçu sur les matériaux composites basés sur ces matériaux (polyéthylène et fibres végétales) et nous verrons également le principal mécanisme d'adhésion entre la matrice et le renfort, avec une synthèse des travaux relatifs à la biocomposites publiées dans la littérature.

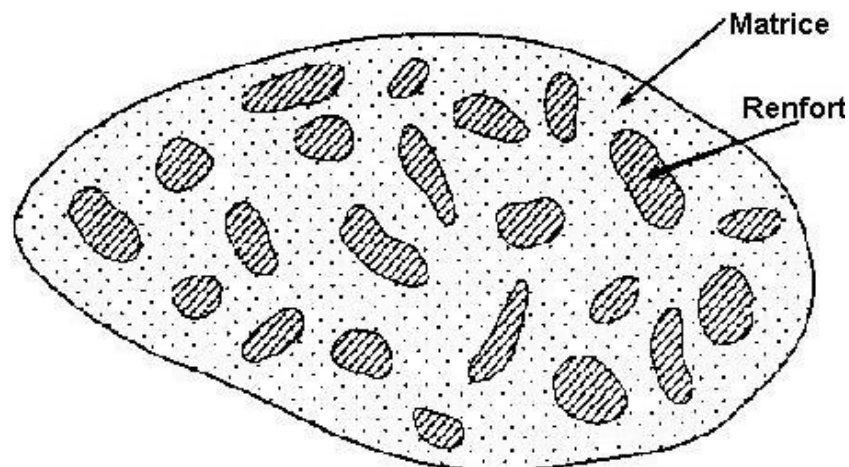
## Chapitre II

# Les composites à fibres végétales

## II.1 Généralité sur les matériaux composites

Les matériaux composites sont définis comme des matériaux multiphasés formés par la combinaison de deux ou plusieurs matériaux différents en forme ou en composition (**la figure II.1**) [34]. Les matériaux composites doivent satisfaire aux critères suivants [35,36] :

1. Les matériaux composites doivent posséder une interface entre les différents composants et présenter des propriétés spécifiques ou synergiques qui ne peuvent pas être obtenues par les composants seuls ;
2. La proportion de composants doit être raisonnablement élevée, c'est-à-dire supérieure à 5% ;
3. Les composants des composites ne doivent jamais être miscibles, l'alliage ayant la microstructure homogène de deux phases issue des métaux fondus n'appartient pas aux matériaux composites.

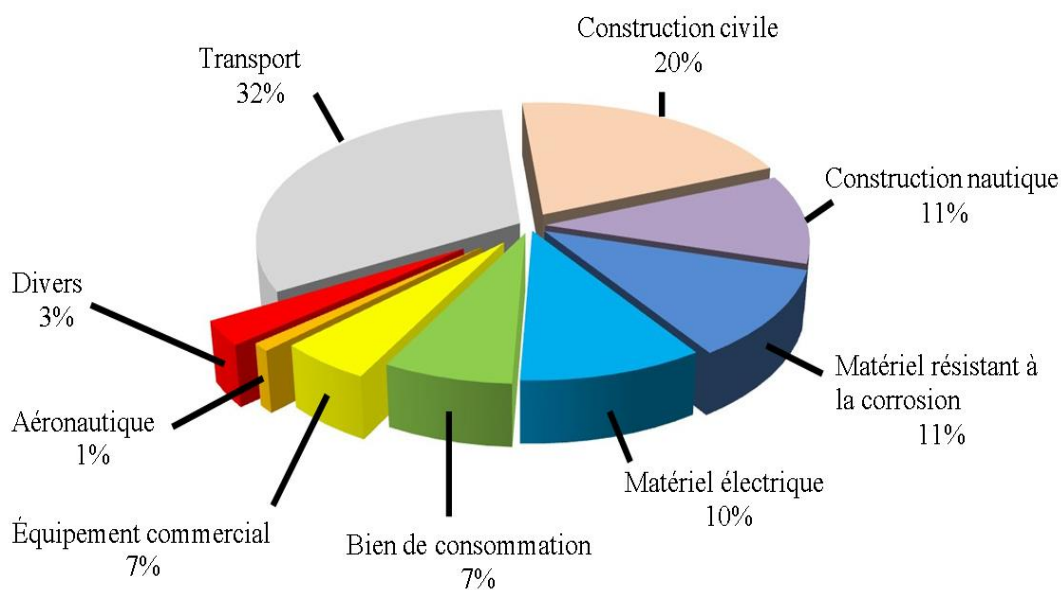


**Figure II.1 : Schéma illustratif d'un matériau composite [34].**

L'idée des matériaux composites n'est pas nouvelle. Les matériaux composites existent déjà dans la nature, le bois est un type de matériaux composites à matrice lignine, renforcé par des fibres de cellulose. Les os sont aussi un exemple car ils sont constitués de la matrice minérale avec des fibres de collagène [37]. L'invention du ciment Portland en 1824 a donné naissance au béton, qui est constitué de cailloux ou sables comme renfort, et de ciment hydraté comme matrice. Le béton est devenu des matériaux composites inorganiques indispensables aux constructions civiles. Les matériaux composites connaissent un essor considérable depuis les années 60, où les industries aéronautiques et spatiales demandaient des matériaux plus rigides et plus légers. À

cet effet, les composites à matrice métallique et à matrice polymère étaient intensément recherchés. Les matériaux composites possèdent des avantages basés sur la combinaison des matériaux : la matrice assure la cohésion de la structure ; l'agent dispersé donne certaines fonctionnalités aux matériaux (le renforcement, le magnétisme, la perméabilité sélective, etc.). L'application des matériaux composites s'est étendue ensuite vers de plus vastes domaines comme : l'automobile, l'équipement de sport, l'armement, l'électronique, etc. [35,37].

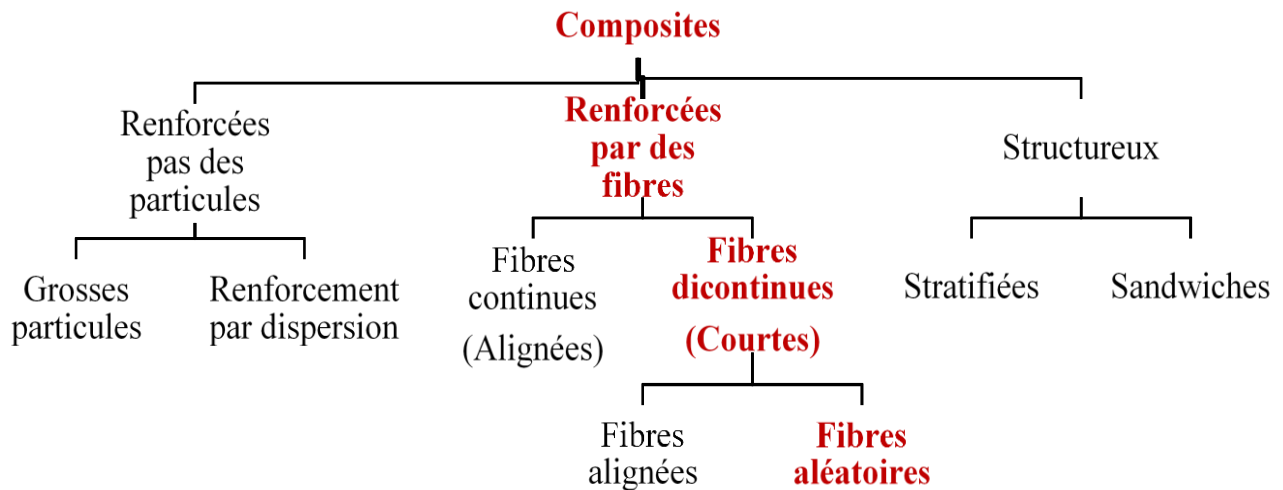
Le marché américain des composites par application en 2000, similaire au marché mondial durant la même période, est illustré à la Figure II.2. Le transport (automobiles) et la construction civile sont les deux domaines qui représentent la moitié du marché des composites. La construction nautique (11%), le matériel résistant à la corrosion (11%), le matériel électrique (10%), les biens de consommation (7%) et l'équipement commercial (7%) sont aussi des domaines d'application importants des composites. Malgré l'importance des composites pour le secteur aéronautique, ce secteur ne représente que 1% du marché.



**Figure II.2 : Le marché américain des composites par application en 2000 [38].**

### II.1.1 Classification des composites

Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites qu'on peut classer soit selon la forme des composants ou suivant la nature des composants [39].



**Figure II.3 : Classification schématique des différents types de composites.**

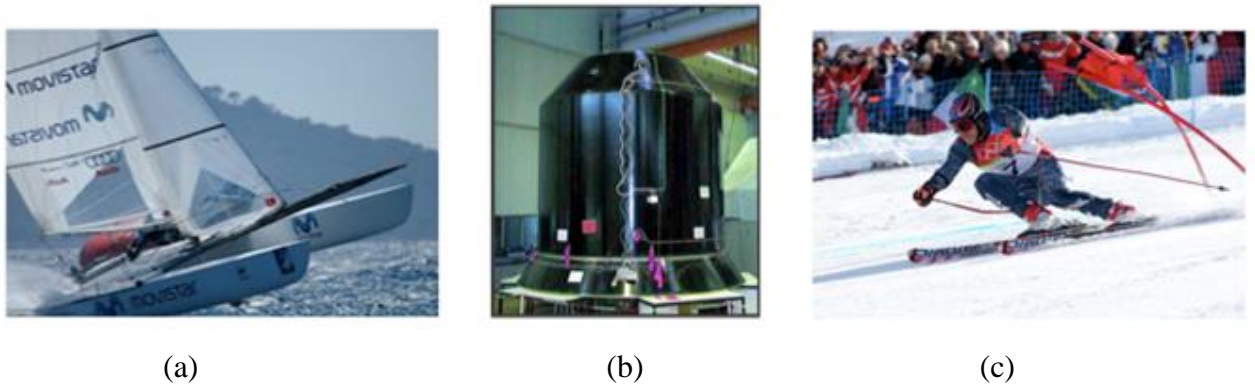
Le composite faisant l'objet de notre travail suit le chemin coloré en rouge, c'est-à-dire composites, renforcés par des fibres discontinues aléatoires issues du palmier dattier.

Selon la nature de la matrice, les matériaux composites peuvent être classifiés comme [36,40] :

### 1. Matériaux composites à matrice polymère

La plupart des matériaux composites d'aujourd'hui sont à matrice polymère. Puisque les propriétés mécaniques des polymères ne sont pas suffisamment élevées pour l'application structurale, il est avantageux de les améliorer par un agent de renfort. Les tubes en PVC renforcés par le carbonate de calcium sont un exemple des matériaux composites à matrice polymère.

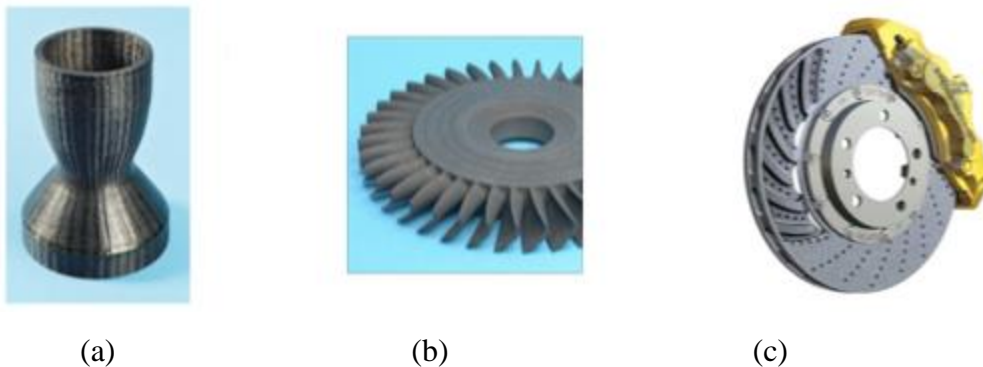
La mise en œuvre des composites à matrice polymère est similaire à celle des polymères synthétiques. Elle peut être réalisée en extrusion ou en injection et elle ne demande pas de haute température ni de haute pression.



**Figure II.4 : Quelques applications des CMO "haute performance" : (a) un catamaran, (b) le support de la charge utile d'Ariane 5, (c) des skis de compétition [41].**

## 2. Matériaux composites à matrice céramique

Les céramiques sont rigides, de faibles densités, résistantes à l'agent chimique et à haute température, mais la grande fragilité limite leur ample usage. L'incorporation d'un matériau ductile à la céramique peut compenser cet inconvénient. Les composites à matrice céramique s'adressent principalement aux applications à très haute température, notamment dans le domaine spatial et aéronautique. Le bouclier thermique des navettes spatiales est composé de carbure de silicium comme matrice et de fibres de carbone comme armature. La combinaison du carbure de silicium et des fibres de carbone répond à la fois aux exigences de résistance mécanique et thermique.



**Figure II.5 : Quelques applications des CMC : (a) la tuyère d'un moteur spatial, (b) le disque à aubes d'une turbine (image GE Energy), (c) un disque de frein haut de gamme (image Porsche) [41].**

## 3. Matériaux composites à matrice métallique

La matrice employée pour ces composites est souvent en métal léger comme l'aluminium ou le titane. Le renfort peut être une céramique ou un métal sous forme de particules ou de fibres.

Les composites à matrice métallique sont des matériaux performants. Ils présentent généralement des propriétés supérieures à celles des métaux monolithiques (plus haut module spécifique et plus faible coefficient d'expansion thermique, etc.). Les composites à matrice métallique sont réservés aux applications exigeantes du fait de leur coût de revient élevé.



**Figure II.6 : Exemples d'applications des composites à matrice métallique [41].**

### **II.1.2 Notion de bio composites**

L'un des grands enjeux du 21<sup>e</sup> siècle est le développement durable. L'homme aura à faire face simultanément à la raréfaction des ressources fossiles et aux risques environnementaux, surtout l'effet de serre et la pollution. Conscient de l'impact environnemental causé par des activités humaines, les matériaux et les produits écologiques ont été développés. Les termes "Bio" ou "Vert" sont introduits aux matériaux composites pour identifier leur aspect écologique.

Le potentiel des matériaux verts est illustré pour les applications dans les secteurs de construction civile et automobile [42]. Les biocomposites contiennent souvent des fibres naturelles combinées avec une résine issue d'une ressource renouvelable, comme l'amidon ou la caséine. L'utilisation des matériaux naturels permet d'économiser l'énergie de la synthèse des matières plastiques et réduit en même temps l'émission des gaz à l'effet de serre.

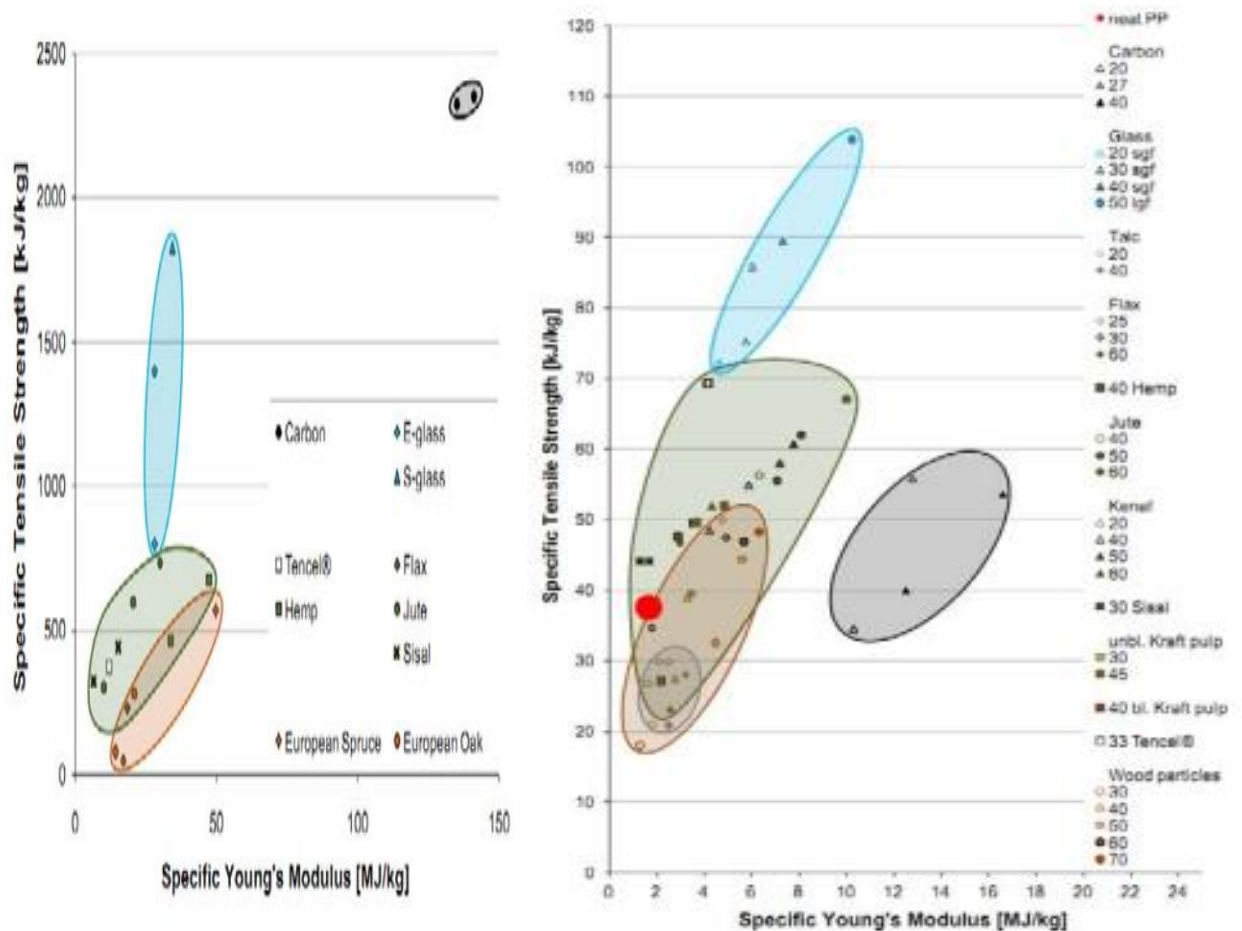
Il existe un type de matériaux intermédiaire entre les matériaux bioressourcés et les matériaux d'origine pétrolière. Ce sont les biocomposites fabriqués avec les matières plastiques souvent recyclées et les fibres naturelles récupérées comme la sciure, la brisure de riz, les copeaux de chanvre, etc. La revalorisation des matières plastiques non biodégradables est aussi une manière de respecter l'environnement. Un exemple de biocomposites est les composites bois-plastique (WPC). Ils contiennent des fibres de bois jusqu'à 70% en volume avec une matrice

thermoplastique (vierge ou recyclé) tel que le polyéthylène, le polypropylène ou le PVC. Grâce à la résistance aux attaques d'insecte et microbiennes, les WPC sont plus avantageux que le bois non traité au regard de la durée de vie. C'est vrai que la durée de vie du bois peut être prolongée par le traitement avec des agents de conservation comme l'arséniate de cuivre chromaté, mais ces substances nocives sont de moins en moins tolérées à cause des réglementations environnementales strictes [42]. Depuis le premier essor du WPC daté en 1990, le marché du WPC en Amérique du Nord est estimé à un million de tonnes avec une croissance de 9,9% en 2005 [43]. Cela manifeste le besoin accru des matériaux écologiques de nos jours.

### **II.1.3 L'utilisation des fibres végétales comme renforts des polymères**

Le contexte environnemental et économique pousse les chercheurs et les industriels à utiliser des ressources renouvelables pour le développement de nouveaux matériaux. En effet l'épuisement des ressources fossiles et les contraintes mondiales grandissantes sur le contrôle des émissions de gaz polluants accélèrent l'utilisation de ressources dites renouvelables qui ont la capacité d'être inépuisable et avoir un bilan carbone neutre grâce à la photosynthèse.

L'une des voies d'étude est le remplacement des fibres synthétiques (fibres de verre, ...) par des fibres issues de la biomasse, quelques travaux dressent le bilan et argumentent cette potentialité d'un point de vue mécanique [44, 45] et environnemental [46] et soulignent leurs forces et leurs faiblesses. Leurs propriétés spécifiques sont intéressantes pour le développement de composites à matrice thermoplastique et comptent parmi leur force (figure II. 7).



(a) propriétés spécifiques des fibres

(b) propriétés spécifiques des composites (le point rouge correspond aux caractéristiques moyennes du PP vierge)

**Figure II.7 : Comparaison selon un diagramme Ashby, selon Sobczak et al. [47]**

Ces discussions suggèrent que ces composites à charges naturelles sont destinés aux applications dont les contraintes mécaniques et thermiques ne sont pas très importantes. Ainsi Bodros et al. [25] arment qu'il est possible de remplacer un laminé polyester / fibre de verre par un composite acide polylactique-L (PLLA) / fibre de lin si la structure supporte essentiellement des contraintes de traction.

L'obtention d'un composite à renforts végétaux nécessite une parfaite maîtrise du procédé de mise en forme (obtention et production), et comme pour les fibres synthétiques, une préparation chimique ou physique des fibres végétales est nécessaire de permettre l'adhésion fibres /matrice. En effet, sans précaution préalable l'utilisation de ces fibres en qualité de renforts risque de créer

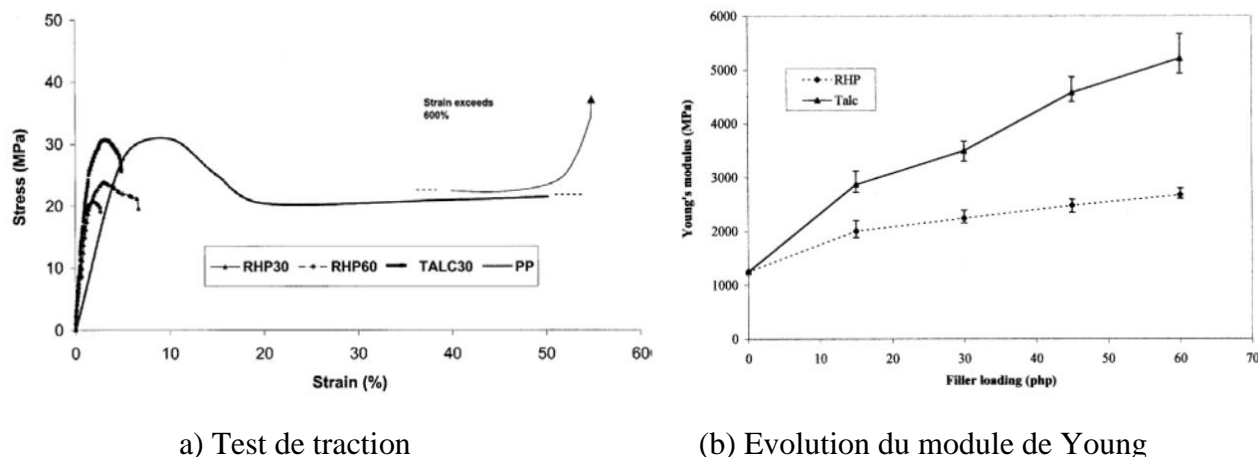
un composite dont les caractéristiques mécaniques sont inférieures aux attentes avec une stabilité dimensionnelle médiocre [48, 49].

Le développement d'un composite à matrice polymère renforcé par des fibres végétales est complexe et de nombreuses contraintes doivent être prises en considération :

- La nature hydrophile des groupes hydroxydes (OH) des fibres de lignocelluloses les rend incompatibles avec la plupart des thermoplastiques engendrant un phénomène d'agrégation réduisant l'efficacité du renforcement.
- Le choix de la matrice est limité. En effet la température de mise en œuvre ne doit pas dépasser 200°C, les fibres naturelles se dégradent vite à hautes températures [50]. Des essais ont été effectués pour améliorer la tenue en température par dépôt d'une couche de monomères sur les fibres [51].

#### **II.1.4 Présentation générale du comportement des composites à renforts naturels**

Au vu du nombre de charges d'origines naturelles (espèce et préparation), les études s'intéressent à nombre important de composites à fibres naturelles différents. Ces études mettent souvent en évidence l'impact de ces charges sur le comportement du composite par rapport à celui de la matrice seule et procèdent à une comparaison, quand cela est possible, avec des charges synthétiques ou minérales comparables. Ainsi, Premalal et al. [42] étudient un substitut possible du talc, et analysent les performances de renforts issus de déchets de l'exploitation du riz (Rice husk (RHP)). Les auteurs montrent que le composite à matrice polypropylène (PP) renforcé par des charges de RHP a le même type de comportement que le PP chargé de particules de talc mais la contrainte d'écoulement et « le module de Young » calculé par les auteurs restent inférieurs à leurs homologues synthétiques (figure II. 8). Les investigations des auteurs montrent que l'adhésion entre les particules de RHP et la matrice était faible expliquant la formation d'agglomérats engendrant la création de vide dans le composite. Les chutes de la limite d'écoulement et du module sont alors attribuées à la qualité de l'adhésion et aux propriétés des charges plus faibles que ceux du talc.



**Figure II.8 : Comparaison entre le comportement mécanique de composites chargé talc et de RHP, d'après Premalal et al. [42]**

### II.1.5 La compatibilité fibres/matrice et son effet sur le comportement

L'amélioration de l'adhésion entre fibres et matrice peut se faire sur plusieurs niveaux (ajout d'un agent de couplage, modification chimique direct de la matrice et/ou traitement de la fibre,...). En règle générale, l'ajout d'un agent de couplage permet d'améliorer la compatibilité entre les phases.

En analysant les différents agents de couplage disponibles dans la littérature, Lu et al. [51] concluent que le PP-g-MA, c'est-à-dire la fonctionnalisation des chaînes de polypropylène avec des groupes fonctionnels anhydride maléique (MA) est celui permettant d'obtenir les meilleures caractéristiques mécaniques de composite PP / fibres issues du bois. Cet agent est donc l'un des plus utilisés. Néanmoins, afin d'obtenir des composites dont les performances sont en hausses, un moyen plus efficace de compatibiliser les différentes phases est toujours à l'étude. Comme par exemple, Bourmaud et al. [52] qui ont exploré l'utilisation de protéines naturelles sécrétées par les moules (le byssus).

Le PP-g-MA joue le rôle de pont (action schématisée sur la figure II.9) entre les fibres naturelles et les chaînes de PP par liaison chimique entre les groupes hydroxyles (OH) de la fibre de cellulose et les groupes MA de l'agent et par enchevêtrement avec les chaînes de PP [53]. Ce travail a été complété plus récemment par une étude de Franco-Marquèz et al. [54] qui soulignent que l'efficacité de l'agent de couplage est liée à sa masse molaire et à son nombre de radicaux libres.

En effet, tous les groupes OH de la fibre de cellulose ne peuvent pas participer à cette liaison. Certains d'entre eux servent de liaison avec les autres composés (lignine, hémicellulose) pour maintenir un faisceau de fibres liées. D'autres peuvent également créer une liaison avec les molécules d'eau et sont responsables de la reprise d'humidité de ces composites [55]. C'est pour cette raison que la fibre végétale subit un traitement avant l'incorporation dans le composite.

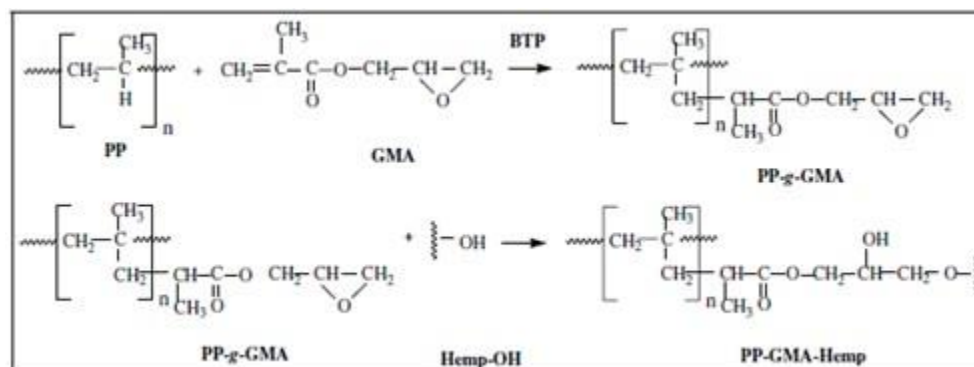


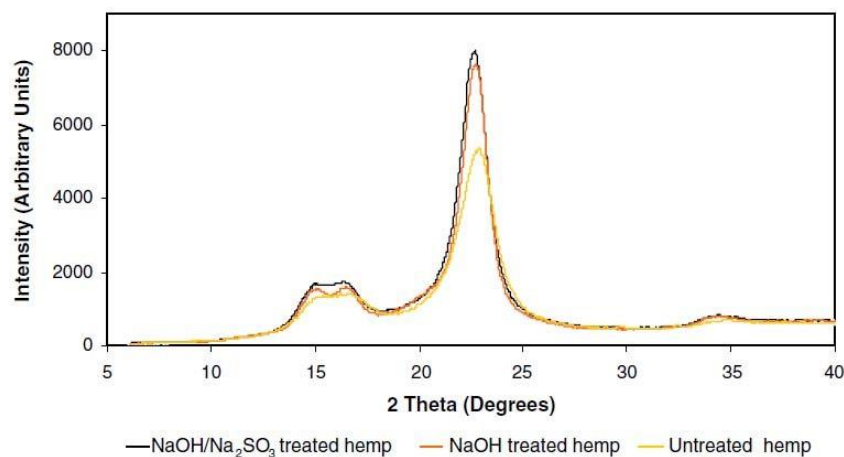
Figure II.9 : Schématisation des liaisons entre les fibres de chanvre et le PP-g-MA [56].

Les propriétés du composite dépendront de la longueur ( $L$ ) et du rapport ( $R$ ) de forme de la fibre ( $R = L / \Phi_{\text{moyen}}$ ), or le diamètre moyen des biofibres est relativement important, en effet les fibres sont maintenues en faisceau par les composés amorphes de la fibre [53]. Dans leur review, George et al. [57] regroupent les modifications faites aux fibres en deux catégories :

**Les modifications physiques** apportées aux fibres ont pour objectifs de modifier l'énergie de surface augmentant la mouillabilité fibres/matrice et/ou de favoriser l'imbrication mécanique entre les fibres et la matrice [57]. Plusieurs techniques peuvent être employées, par exemple, un battage mécanique permet une fibrillation externe qui entraîne une augmentation de la surface de contact. Ce battage peut être couplé ou remplacé par un traitement par décharge électrique de Plasma ou de Coroda [58], augmentant la mouillabilité.

**Les modifications chimiques** de la fibre ou de la matrice consistent à en modifier la surface afin de créer des liaisons chimiques entre fibres et matrice. Un revêtement spécifique peut être ajouté à la fibre, ces couches jouent le rôle d'agent de couplage (ponts) avec la matrice. Parmi les différents traitements possibles, on peut citer les plus communs : le dépôt d'une

couche de Silane, de Isocyanate, ou l'imprégnation par un polymère compatible. L'ajout dans le composite d'un agent greffier à la matrice ou aux fibres (voir figure II. 9), ou encore un traitement en milieu basique (destruction des composés amorphes ...) sont d'autres alternatives. Ces modifications ont deux fonctions, réagir avec les groupes OH de la fibre et s'enchevêtrer avec les chaînes du polymère [57]. L'objectif d'un traitement en milieu basique est donc de supprimer les composés amorphes (principalement lignines et hémicelluloses) pour libérer les groupes OH de la cellulose et diminuer le diamètre des renforts (diminution du faisceau de fibres) provoquant une augmentation de l'indice de cristallinité (figure II.10) et de la surface spécifique.



**Figure II.10 : Diffractogramme des R-X [53]**

Le traitement préalable de la fibre permet alors de libérer certains groupes par destruction des composés amorphes et donc de favoriser l'adhésion et ainsi améliorer les propriétés finales des composites.

## II.2 Synthèse des travaux

Cette section résume quelques travaux intéressants sur notre sujet : l'élaboration et caractérisation de biocomposites matrice polyéthylène renforcé par des fibres végétales.

- Daniella R et al [59] ont récemment travaillé sur la Modification de surface de bagasse de sucre cellulose et son effet sur les propriétés mécanique et l'absorption d'eau de la

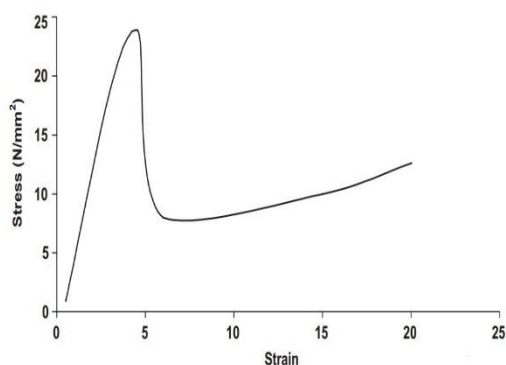
composites cellulose de sucre de bagasse / PEHD .Les résultats de ce travail expérimental ont montré que :

1. les fibres de cellulose de la bagasse de canne à sucre peuvent être utilisées charge renforçant dans les composites de polyéthylène haute densité.
  2. Les fibres de cellulose ont été chimiquement modifiées avec de l'oxychlorure de zirconium dans l'acide solution en vue de réduire l'hydrophilie des fibres, et la modification a été confirmé par spectrophotométrie.
  3. Les résistances à la traction des composites des deux blanchis et de modification n'a été trouvé pour augmenter avec l'augmentation de la teneur en charge. Pour les composites de fibres de cellulose modifiées, un 10% de composite chargé de cellulose ont montré la plus grande résistance à la traction. Cela peut être attribué à la meilleure distribution de la charge dans la matrice et la matrice de remplissage plus forte interaction, par rapport à la cellulose non modifiée.
  4. Les propriétés mécaniques améliorées de la modification de fibres de cellulose/PEHD composites ont été corroborée par images MEB de la surface de la fracture, montrant une meilleure interaction matrice-charge comparés à ceux préparés à partir de fibres de cellulose blanchies.
  5. La tendance à l'absorption d'eau des composites augmente avec l'augmentation de la charge contenu ; cependant, les composites modifiés de cellulose /PE HD ont montré moins d'eau capacité d'absorption par rapport à celles préparées à partir de fibres cellulosiques blanchies, indiquant que la modification de la cellulose réduit l'hydrophilie des fibres de cellulose.
- Chianelli et al [60] Cette recherche porte sur la caractérisation mécanique du recyclage thermo-mécanique des composites à base de polyéthylène haute densité (PEHD) recyclé à partir de récipients en plastique post-consommation d'huile moteur comme matrice et fibres naturel (sisal) comme renfort. Les composites ont été fabriqués par extrusion puis fondu mélangé dans un moule de compression. Les fibres de sisal ne contribuent pas à augmenter la résistance à la traction. Comme la teneur en fibre augmente la perte de ductilité.
  - Moayad et Khalaf [61] Etudié les propriétés mécaniques de (PEHD M624) avec trois composites de charge (lignocellulose (LC) à base ronde de dattier teneur en cultivars de

feuilles, Le carbonate de calcium (CC), fibre de verre (FG)) ont été évaluées par rapport à l'effet de la charge. La charge variait de (5% à 25%) en poids dans le composite.

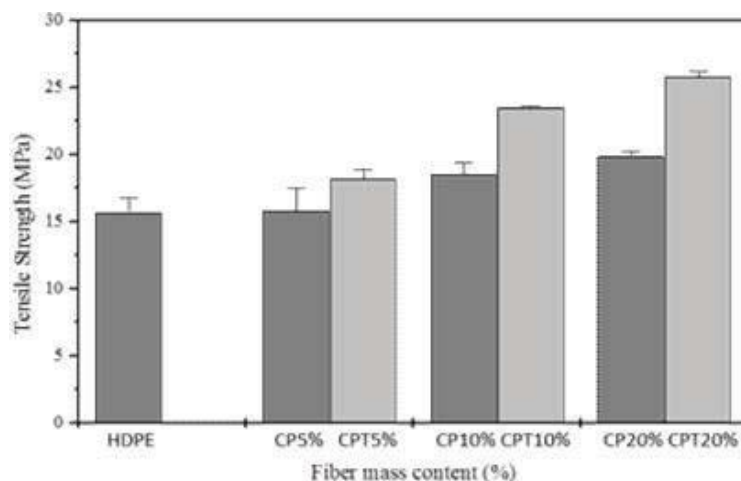
1. Une amélioration évidente des paramètres mécaniques a été enregistrée en fonction du type de remplissage et de la taille du maillage.

2. Remplisseuse de lignocellulose (LC) à base ronde de dattier peut être un candidat potentiel pour la synthèse de composites renforcés naturels. Écologique, basse densité et hautes propriétés mécaniques de le composite en a fait de bons matériaux de renfort pour la synthèse de matériaux composites.



**Figure II.11 : Courbe de contrainte-déformation**

- Daniella et al [62] Le traitement alcalin de surface des fibres de palmier était efficace pour éliminer les produits d'extraction et de l'augmentation de la rugosité, la cristallinité et groupes fonctionnels. Les effets de la modification des fibres ont été évalués sur la base de la morphologie, les spectres infrarouge et X-Ray Diffraction. L'ajout de fibres dans la matrice en PEHD (HI-60070) a été trouvé pour augmenter la force en flexion et le module ainsi que la résistance à la traction. Les composites renforcés de fibres modifiées présentaient de module de flexion et à la traction par rapport à la PEHD pure et dans les composites renforcés par fibres nature.



**Figure II.12 : Résistance à la traction de composites de fibres de palmier non traitées (CP) et de fibres de palme traitées (CPT) / HDPE.**

### II.3 Conclusion et position du problème

Cette revue de la littérature nous a permis de faire une description générale de la thématique en faisant référence aux travaux effectués dans le domaine ce qui nous a permis de mettre le point sur les problématiques liées au contexte de notre étude et surtout au niveau de l'interface matrice/fibre.

- Les fibres naturelles sont abondantes et peuvent provenir de plusieurs sources ; notamment les plantes, les animaux ou les minéraux.

- Les fibres végétales sont le renfort le plus utilisés malgré les difficultés qu'elles présentent sur le plan d'affinité avec les polymères usuels. Les fibres hydrophiles sont incompatibles avec le caractère hydrophobe des polymères. Des traitements chimiques sont mis au point pour résoudre le problème d'incompatibilité entre les deux matériaux. Parmi les produits chimiques qui ont été utilisés dans des expériences de laboratoire pour améliorer le potentielle de l'interface fibre/matrice, il y a l'hydroxyde de sodium, le peroxyde, des acides organiques et inorganiques, le Silane, les anhydrides et les monomères acryliques.

- La méthode de couplage chimique est efficace dans l'amélioration de l'adhérence interfaciale. La surface de la fibre est traitée avec un composé qui forme un pont de liaisons chimiques entre les fibres et la matrice. Le traitement chimique peut éliminer la lignine et l'hémicellulose de la fibre, et renforcer sa rugosité.

- Le traitement de surface des fibres peut également augmenter la résistance mécanique de la fibre, réduire l'absorption d'eau, et améliorer les propriétés mécaniques des composites renforcés.

- Les fibres de palmier dattier ayant des propriétés mécaniques et thermiques significatifs et leurs propriétés varient selon la variété du palmier. En plus, les fibres végétales possèdent une structure poreuse capable d'absorber une grande quantité d'eau. L'incorporation de fibres de palmier dans les matrices thermoplastiques ou thermodurcissables peut améliorer les propriétés mécaniques du matériau.

- **Les objectifs visés par ce travail sont :**

L'élaboration et caractérisation expérimentale de matériau biocomposite à matrice polyéthylène (PE) renforcée par des fibres végétales , nous étudierons les principaux résultats des différents pourcentages de fibres végétales traitées et non traitées incorporer dans la matrice de polyéthylène haute densité TR-402 pour voire l'effet de la teneur des fibres et l'effet des traitements chimique sur le matériaux élaborés . Les différentes techniques utilisées pour la caractérisation : Résilience au choc ; Dureté Shore D ; Densité ; Indice de fluidité (MFI) ; Essai de Traction.

## **Chapitre III**

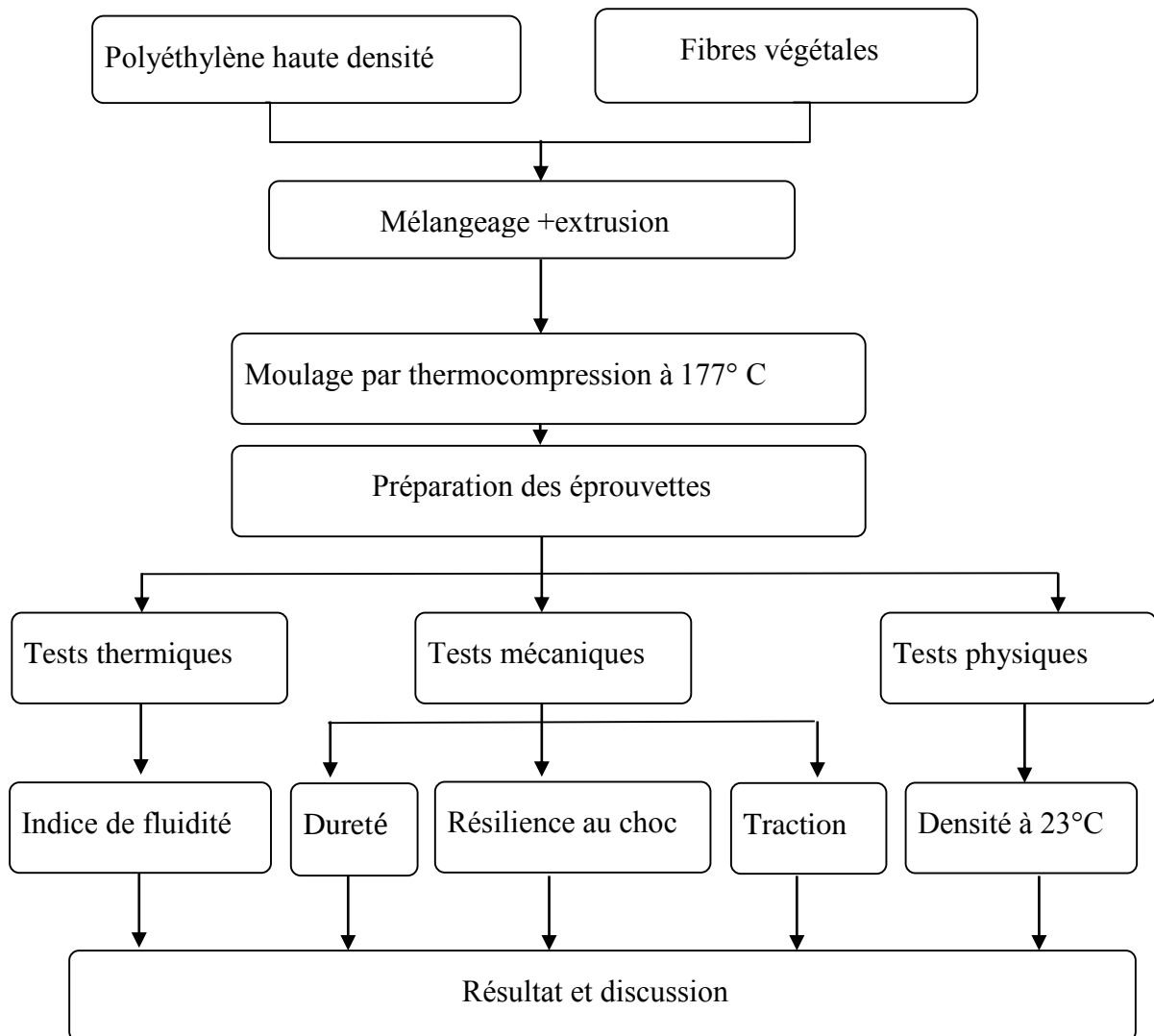
**Techniques expérimentales et  
préparation des échantillons.**

### III.1 Introduction

Le présent chapitre résume les travaux effectués dans le laboratoire CP2K afin d'étudier l'effet du traitement et la quantité de charges sur les propriétés physiques, thermiques et mécaniques des composites de fibres de palmier et la matrice thermoplastique du PEHD grade TR-402.

La préparation des matériaux passe par les étapes illustrées dans le schéma présenté ci-dessous qui explique l'ordre logique dans lequel se déroulent ces étapes, les méthodes expérimentales utilisées dans cette étude et la description détaillée de chacune de ces étapes sont expliquées dans ce chapitre.

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



**Figure III.1 : les différentes étapes d'élaboration et caractérisation de matériaux biocomposite FIBRES/PEHD**

## III.2 Produits et matériaux utilisés

Dans ce travail lors de l'élaboration des différents types de bio composites on a utilisé comme matrice le PEHD grade TR-402 (PE 80) et comme renfort des fibres végétales qui sont issues de palmier dattier.

### III.2.1 Polyéthylène haute densité (PEHD)

La matrice utilisée dans ce projet de fin d'étude lors de l'élaboration des différents types de bio composites est le PEHD grade TR-402 (PE 80), produit par la complexe CP2K sous forme des poudres et granules d'une couleur blanche, comme l'indique la figure (III.2).



(a) PEHD TR-402 sous forme de poudre (b) PEHD TR-402 sous forme de granules

**Figure III.2 : PEHD grade TR-402 (PE 80)**

Ce grade est adéquat pour la fabrication des Pipes pour gaz et tuyaux pour eau potable, ses principales caractéristiques sont données sur le tableau suivant :

**Tableau III.1 : Principales caractéristiques du PEHD TR-402.**

Propriétés	ASTM	Unité	Valeur
Indice de fluidité (2,16 Kg / 190 °C)	D 1283	g/10min	0.09-0.13
Densité (à 23 °C)	D 1505	g/cm <sup>3</sup>	0.942-0.9450
Dureté	D 2240	Shore D	65
Module de flexion	D 790	Mpa	800
Résistance à la traction (à Lim. Élastique)	D 638	Mpa	23
Résistance à l'allongement (à rupture)	D638	%	>600
Impact IZOD (à 23°C)	D 256	j/m	NB
OIT ((Indice temps d'oxydation)	D 3895	Min	>20

### III.3 Les fibres de palmier dattier

Dans un palmier dattier on trouve quatre types de fibres : les feuilles, rachis, les bras de grappe et les mats naturels. Les fibres utilisées dans ce travail proviennent des bras de grappe des palmiers dattier de la région Hodna M'sila, située au centre de l'Algérie. Les bras de grappe sont d'un coût négligeable car elles sont récupérées lors de la récolte des dattes générale au mois de décembre. Au vue que l'Algérie possède plus 18 millions de palmiers dattiers, ces tiges sont en abondance en Algérie, elles sont soit jetées ou brulées chaque année après l'entretien et la récolte des palmiers (figure III.3). Cette ressource naturelle et renouvelable mérite bien d'être valorisée.



(b) Les fibres extraites utilisées dans ce travail



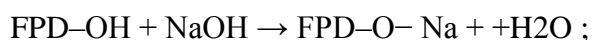
(a) les bras de grappe

**Figure III.3 : Les fibres de palmier dattier.**

#### III.3.1 Traitement chimique des fibres

Les fibres des bras de grappe de palmier dattier ont été traitées chimiquement dans le but de faire disparaître la lignine qui entoure la fibre et obtenir des surfaces rugueuses afin d'améliorer l'adhérence FIBRE/MATRICE. Pour ce faire, les fibres sont émergées dans une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) avec 0,5% pour une durée de 12 heures à la température ambiante. Ensuite, elles ont été rincées à l'eau avant d'être plongées dans l'acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) pendant 5 minutes, puis elles sont émergées dans l'eau distillée pendant 15 min pour avoir un PH neutre, et enfin elles ont été séchées dans une étuve à une température de 70°C pendant une durée de 5 heures (figure III.4).

La réaction de la fibre de palmier dattier avec le NaOH est décrite comme suit :



FPD : fibres de palmier dattier



(a) Fibre en état normal



(b) Découpage de fibres (5mm)



(c) Produit utilisé : l'eau distillée ; Acide -sulfurique ; Hydroxyde sodium



(d) Immersion des fibres dans la solution préparée.



(f) Etuvage 70°C/5heures



(g) Fibres séché et traité

**Figure III.4 : les différents processus du traitement de fibres.**

### III.4 Elaboration des biocomposites

Dans un premier temps nous nous sommes intéressés à l'étude de mélange PEHD/ FIBRE. Afin de connaître l'effet du rapport fibre, d'un autre côté l'effet du traitement chimique sur les fibres qui nous permettent de développer un matériau biocomposite.

La technique adoptée pour faire le mélange PEHD à différent pourcentage de Fibres est celle à l'état fondu, selon les proportions indiquées dans le tableau suivant :

**Tableau III.2 : Les différents pourcentages utilisés.**

Mélange	1	2	3	4	5
Pourcentage de Fibres en poids	0%	20% Traité	25% Traité	20% Non Traité	25% Non Traité

#### III.4.1 Mise en œuvre

Dans un malaxeur thermocinétique (voir la figure III.5c) l'opération de mélangeage s'est faite à 190°C selon les étapes suivantes :

Quand la température des 2 cylindres atteint 190 °C, le mélange PEHD + FBRE est versé entre les deux cylindres, après un temps de 10 à 12 min il fond est 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. À la fin, la feuille est découpée en petits morceaux pour être placée dans un moule pour préparer les plaques des différents tests. La mise en œuvre du mélange à matrice thermoplastique mélangé avec les fibres présenté dans la figure III.5.



**Figure III.5 : Appareillages et méthodes de préparation de mélange PEHD/FIBRES.**

### III.4.2 La thermo- compression

Cette méthode a été utilisée pour produire des plaques de 2, 3 et 6 mm d'épaisseur à l'aide d'une presse hydraulique de thermo-compression à plateaux de marque IQAP LAP, PLA-30 (voire figure II.6a), utilisé pour la préparation des éprouvettes qui sont destinées aux essais mécaniques (traction, IZOD et dureté), thermiques (Indice de fluidité (MFI)) et physique (densité à 23°C).

Le mélange PEHD/FIBRE pré-préparé est placé 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 III.3.

**Tableau III.3 : Les conditions de travail et les phases de la presse hydraulique**

La température initiale (°C)			177
Le taux de refroidissement (°C /min)			15
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

Cette procédure nous permet de donner des plaques en forme carrée (21 x 21 cm) comme représentées dans la figure III.6b



(a) Photo représentatif d'une presse hydraulique Thermo-compression automatique.

(b) Les plaques biocomposites et PEHD obtenues.

**Figure III.6 : les Appareillages utilisé pour préparer des plaques biocomposite.**

### III.4.3 Préparation des éprouvettes

Pour la réalisation des tests de contrôle du PEHD neutre et des mélanges PEHD/NC, 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»).

#### III.4.3.1 Poinçonneuse

La figure III.7a 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. 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.

#### III.4.3.2 Entailleuse (Notch Vis)

L'appareil représenté dans la figure III.7b 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 x12.7 x3mm) 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°.

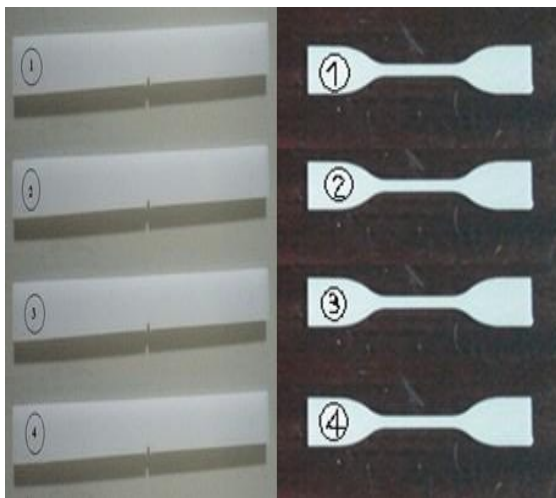
Les éprouvettes préparées à partir des mélanges PEHD/FIBRES de différentes formes et tailles selon leurs utilisations sont illustrées dans les figures III.7d et III.7c.



(a) Poinçonneuse de marque CEAST type 6053



(b) Entailleuse de marque CEAST type 6951



(d) Epreuves PEHD.



(c) Epreuves PEHD/FIBRE.

**Figure III.7 : Equipement pour la préparation des épreuves et des épreuves obtenus.**

## III.5 Techniques de caractérisation des matériaux élaborés

Cette partie décrit les différentes techniques utilisées pour la caractérisation, physique, mécanique et thermique des matériaux élaborés.

### III.5.1 Test physique

#### III.5.2 Masse volumique (densité à 23°C)

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.

Cette colonne est constituée d'un mélange de deux liquides miscibles : eau et éthanol, de composition variable de haut en bas de la colonne, formant ainsi un gradient de densité comprenant les densités extrêmes de la série de matériaux à étudier. L'introduction des billes de densité certifiée avec une précision de  $10^{-4}$  permet d'étalonner la colonne.

- **Protocole expérimental :**

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 de couper les échantillons à partir du centre de gravité d'un cercle rempli avec une épaisseur de 2 mm qui est déjà moulé à l'aide d'une presse hydraulique. Les échantillons ainsi rincés par l'isopropanol sont introduit dans la colonne, Après 15 min lire la hauteur puis calculer la densité selon la formule suivante :

$$\text{Densité à } 23^{\circ} \text{ C} = (Y/Z) * (B - A) + A \quad (\text{III.1})$$

Avec :

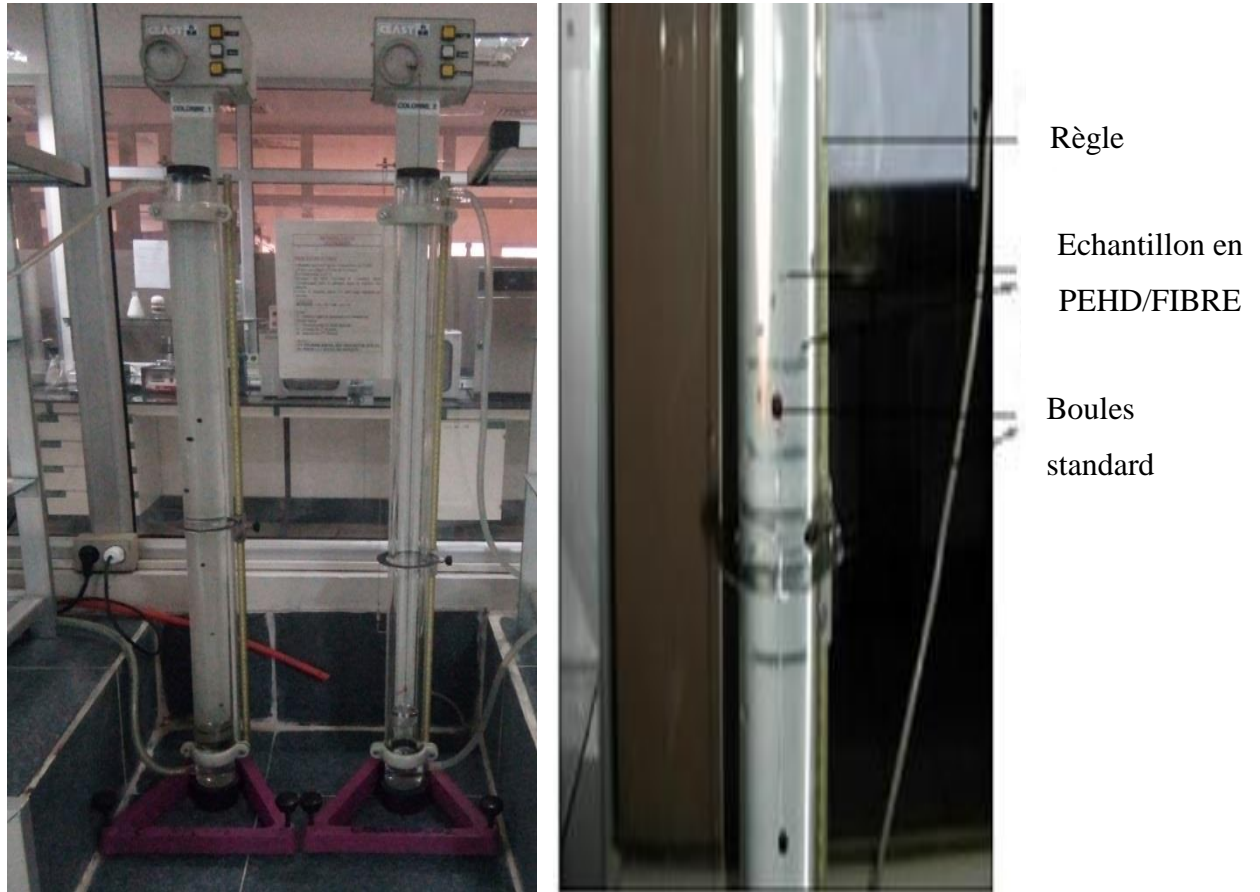
**Y** : distance entre l'échantillon et le flotteur de densité basse.

**Z** : distance entre les deux flotteurs.

**A** : densité du 1<sup>er</sup> flotteur supérieur.

**B** : densité de 2<sup>eme</sup> flotteur inférieur.

Un fichier EXCEL est installé sur le PC pour le calcul de la densité.



(a) Appareillage de deux colonnes à gradient de densité.

(b) Une partie d'une colonne

**Figure III.8 : Principe de la mesure de densité à 23°C.**

### III.5.3 Tests thermiques

### III.5.4 Indice de fluidité (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 (figure III.9)

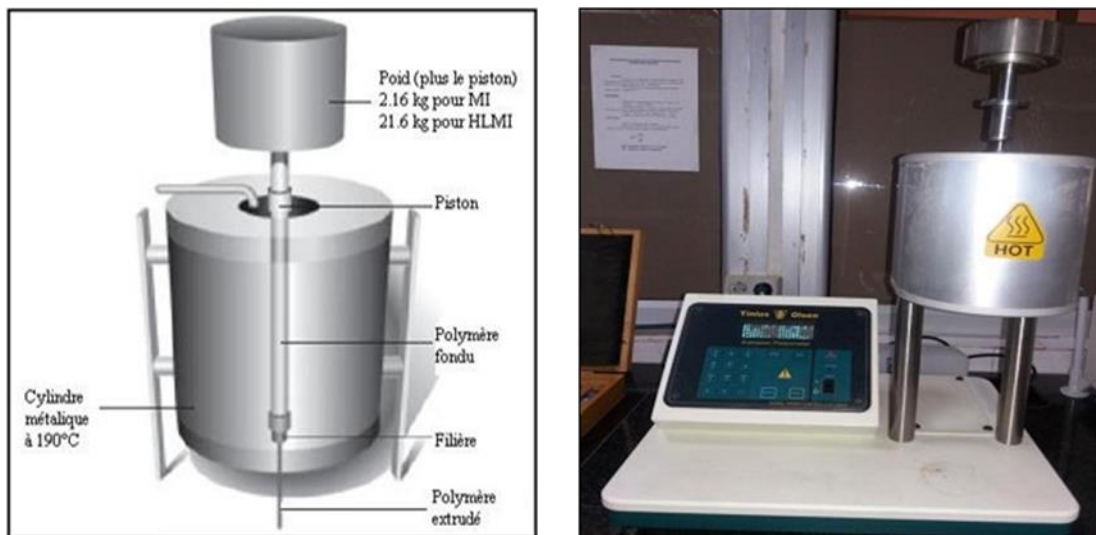
L'unité est le gramme par 10 minutes. La masse spécifique pour tester les résines polyéthylène est 2,16 kg. Mais on rencontre aussi des essais réalisés avec des masses de 5 kg (MI5), ou 21.6 kg (High Load Meld Index, HLMI), fonction de la viscosité de la résine à tester. L'essai a lieu à une température de 190 °C.

Le MFI (MI) 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 MI. Cet indice

permet de classer les résines en fonction de leurs applications : pour un type de polymère donné : les résines de MI élevé seront utilisées pour l'extrusion et celles de MI 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 [63].

Ainsi le MFI c'est la mesure de la fluidité à l'état fondu qui donne des indications sur la vitesse d'extrusion du polymère fondu. En générale, une haute valeur de MFI correspond à une bonne valeur de possibilité de traitement, un MFI bas indique au contraire des polymères à haute résistance mécanique. Ainsi le MFI c'est la mesure de la fluidité à l'état fondu qui donne des indications sur la vitesse d'extrusion du polymère fondu.



(a) Schéma présentatif d'un fluidimètre (b) Appareillage de mesure du MFI.

**Figure III.9 : Principe de l'indice de fluidité (MFI).**

- **Protocole expérimental :**

Cette méthode d'analyse est réalisée conformément à la norme ASTM D-1239. Porter l'appareil plastomètre 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.

### III.5.5 Tests mécaniques

#### III.5.5.1 Dureté Shore D

C'est une propriété complexe à mesurer qui exprime la résistance à la déformation. Elle est déterminée selon des méthodes légèrement modifiées initialement employées dans les essais des métaux, les normes applicables étant les normes ASTM D785 – 51 et ASTM D 2240.

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

Dans une première approche, on peut relier de manière assez simple la limite d'élasticité  $R_e$  avec la surface de l'empreinte : plus l'objet pénétrant s'enfonce, plus la surface  $S$  de pression s'agrandit, donc la force  $F$  étant constante, plus la contrainte diminue. Lorsque la contrainte n'est plus suffisante pour déformer plastiquement le solide à tester, l'objet pénétrant s'arrête, et on a donc :

$$R_e = \frac{F}{S} \quad (\text{III.2})$$

- **Protocole expérimental :** Selon la norme ASTM D-2240 les échantillons en plaque de 6 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.



Figure III.10 : Appareillage de mesure de la dureté Shore D D2240.

### III.6 Traction uniaxiale

Les essais de traction ont été effectués avec des éprouvettes obtenues selon la norme sur une machine de la marque GALDABINI. Les éprouvettes ont été testées à la température ambiante à la vitesse de déplacement de 100 mm/min. Les propriétés en traction (module d'élasticité (E), contrainte au seuil, déformation au seuil) sont évaluées à partir des courbes contrainte-déformation.

**Module d'élasticité** : C'est le rapport de la contrainte de traction à la déformation correspondante dans la limite de contrainte maximale qu'une matière peut supporter. Il représente un critère de rigidité, il s'exprime comme suit :

$$E = \sigma / \varepsilon \text{ (N/m}^2\text{)} \quad \text{(III.3)}$$

**E** : Module d'élasticité (MPa) ;

**$\sigma$**  : Contrainte (N/m<sup>2</sup>) ;

**$\varepsilon$**  : Déformation (%).

**Contrainte** : C'est la charge de traction supportée par l'éprouvette par unité de surface, elle est donnée par l'expression suivante :

$$\sigma = F/S \text{ (N/m}^2\text{)} \quad \text{(III.4)}$$

**F** : Charge de traction supportée par l'éprouvette (N) ;

**S** : Section initiale (m<sup>2</sup>).

**Allongement** : C'est l'augmentation de la distance entre les repères sur la partie calibrée de l'éprouvette produite par une charge de traction. Il est indiqué en pourcentage sous la forme suivante :

$$\Delta r = \Delta l / l_0 \text{ (%)} \quad \text{(III.5)}$$

**$\Delta l = l - l_0$**  : Allongement ;

**$l_0$**  : Longueur initiale de l'éprouvette ;

**$l$**  : Longueur finale de l'éprouvette.

### III.6.1 Différents types d'éprouvettes

Selon la norme ISO527 on a trois types des éprouvettes de traction :

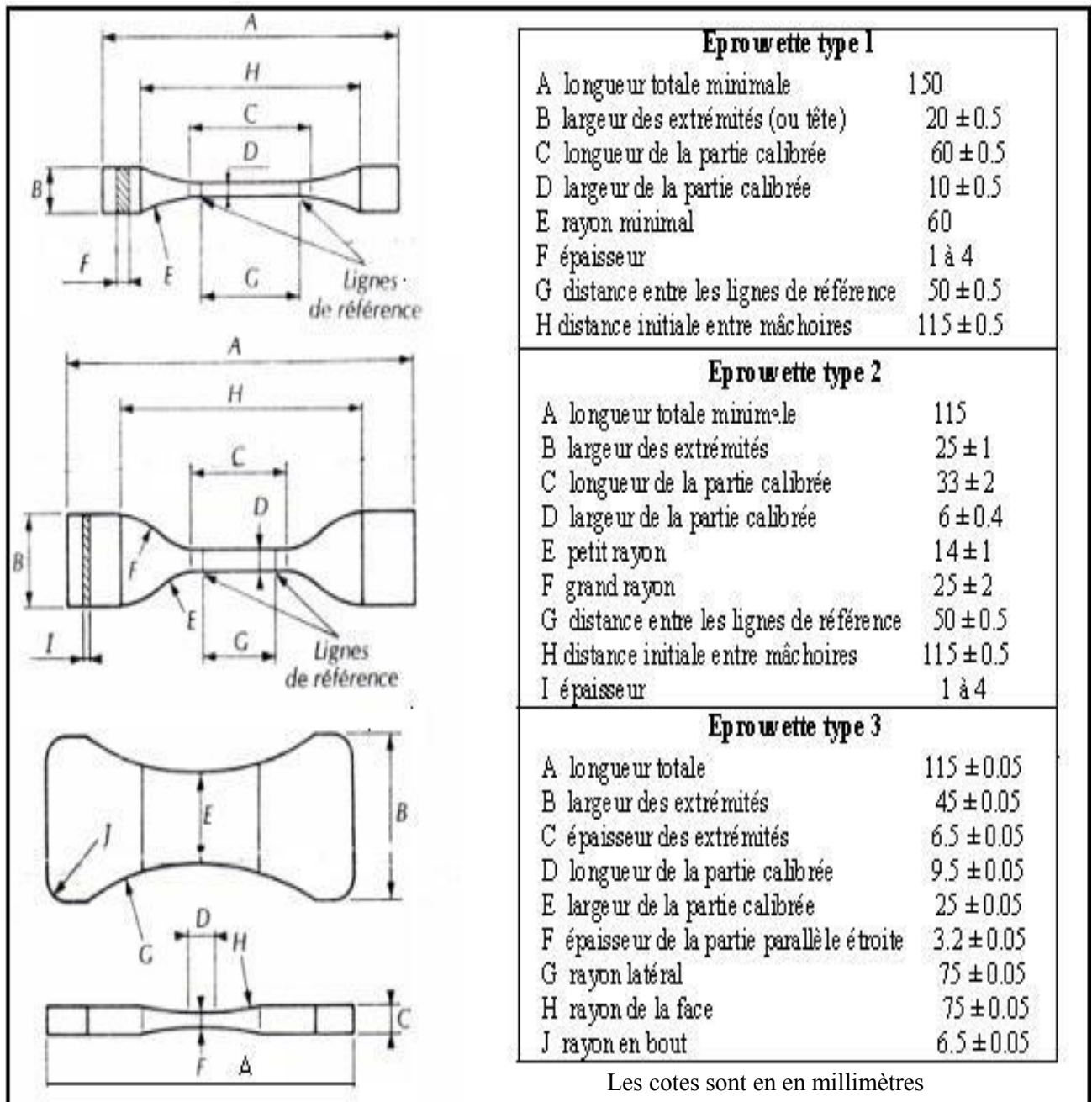


Figure III.11 : Eprovettes de traction (selon la norme ISO527).

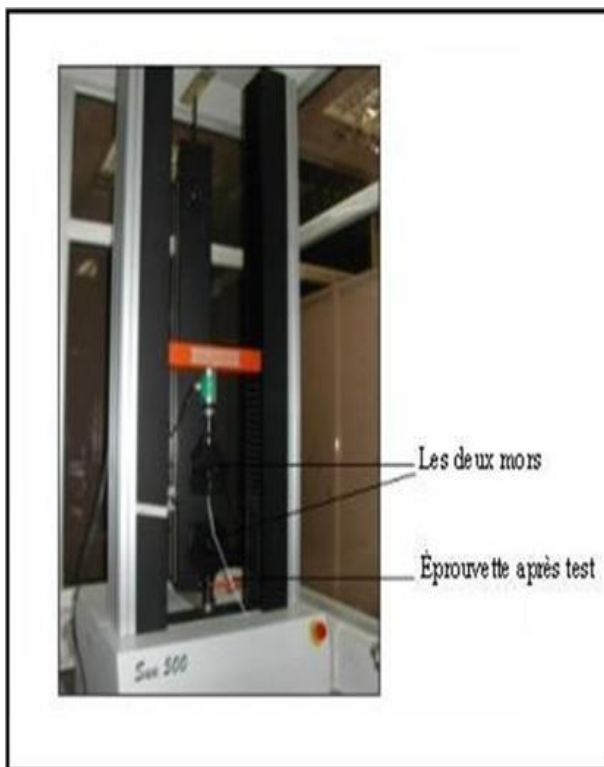
### III.6.2 Protocole expérimental

L'essai est exécuté selon la norme ASTM D-638. Les essais de traction ont été effectués sur une machine de type GALDABINI 25 KN piloté par un logiciel "SUN". Les propriétés en traction sont évaluées à partir des courbes contrainte-déformation.

On allume l'équipement puis on consulte le logiciel pour vérifier tous les paramètres nécessaires, Une éprouvette de type 2 est placée entre les deux mors dont l'un est fixe relié à un capteur de force et l'autre mobile relié à un système d'étirement et soumis à l'effet de traction.

De cet essai on peut tirer la ductilité des matériaux qui est considéré comme l'aptitude d'un matériau à se déformer plastiquement sans se rompre. Elle est caractérisée par l'allongement en pourcentage (plus A% est grand, plus le matériau est ductile.)

- Si  $A\% > 5\%$  les matériaux sont considérés comme ductiles.
- Si  $A\% < 5\%$  les matériaux sont considérés comme fragiles ou «cassants».



(a) machine de traction type GALDABINI



(b) Éprouvette biocomposite à la traction.

25 KN

Figure III.12 : Principe de l'essai de traction.

## III.7 Comportement au choc

### III.7.1 Principe des essais

Le choc résulte de l'application d'une sollicitation mécanique à grande vitesse (plusieurs mètres par seconde) et à énergie élevée, engendrant la rupture d'une éprouvette en une fraction de seconde. Il permet de juger, dans des conditions expérimentales données, de la fragilité d'un ensemble matériau-éprouvette, la fragilité étant d'avantage synonyme de faible allongement que

de faible énergie de rupture. Le résultat dépend du processus de relaxation moléculaire associé au temps de rupture et à la température, ainsi que de la géométrie (entailles) et de l'hétérogénéité (défauts) qui engendrent des concentrations de contraintes.

Tous les équipements actuels de laboratoire et les méthodes normalisées associées découlent directement de l'étude des métaux ; ils correspondent à l'application d'une énergie par percussion (pendule ou chute d'une masse) et à la mesure, dans le meilleur des cas, de son affaiblissement après rupture.

L'entaille que l'on introduit comme amorce de rupture, pour fragiliser les éprouvettes lisses qui fléchissent sans se rompre ou pour apprécier la sensibilité à des défauts générateurs de concentrations de contraintes, introduit de multiples paramètres par sa géométrie (entailles en U ou en V), par son rayon de courbure, sa largeur, sa profondeur et ses conditions de réalisation.

On conçoit que ces techniques aient donné lieu à d'innombrables travaux de commission de normalisations françaises et internationales s'appuyant sur des essais, modifiant les éprouvettes, les entailles, les supports, etc. en s'efforçant vainement de trouver la méthode physique fiable et reproductible avec un mode d'expression universel.

Il y a deux types d'essais suivant l'appareillage et le mode de sollicitation :

- Les méthodes pendulaires pour sollicitation uniaxiales.
- Les méthodes par chutes de masses pour sollicitation multiaxiales.

### **III.7.2 Les méthodes pendulaires pour sollicitation uniaxiales**

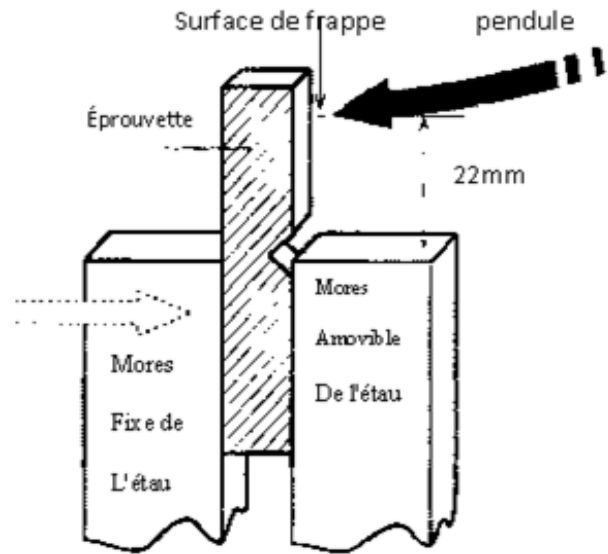
#### **III.7.2.1 Principe des essais**

La résistance au choc caractérise l'énergie absorbée au cours de la rupture d'un barreau lisse ou entaillé, sous l'action d'un percuteur doué d'une énergie cinétique suffisante. On utilise une masse à mouvement pendulaire ; l'angle de remontée du pendule après le choc permet de calculer l'énergie de rupture. Chaque appareil est généralement équipé de plusieurs pendules (marteaux) interchangeables, correspondant à divers niveaux d'énergie. Une gamme de 0.5 à 50 J s'applique à l'ensemble des plastiques.

La géométrie du percuteur dépend du mode de sollicitation. On distingue ainsi trois méthodes (Charpy, Izod ou Dynstat et choc-traction).

### III.7.2.2 Méthode IZOD

La méthode la plus courante est connue sous la référence Izod (ISO 180) qui suit la norme ASTM D-256. Elle est réalisée 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. Cet essai permet de déduire dans des conditions expérimentales données, la fragilité ou la ductilité du matériau.



(a) Machine IZOD marque CEAST type (b) Dispositif IZOD d'essai de choc Resil Impactor.  
(Selon T51-911)

#### Figure III.13 : Equipement pour le calcul de la résilience IZOD.

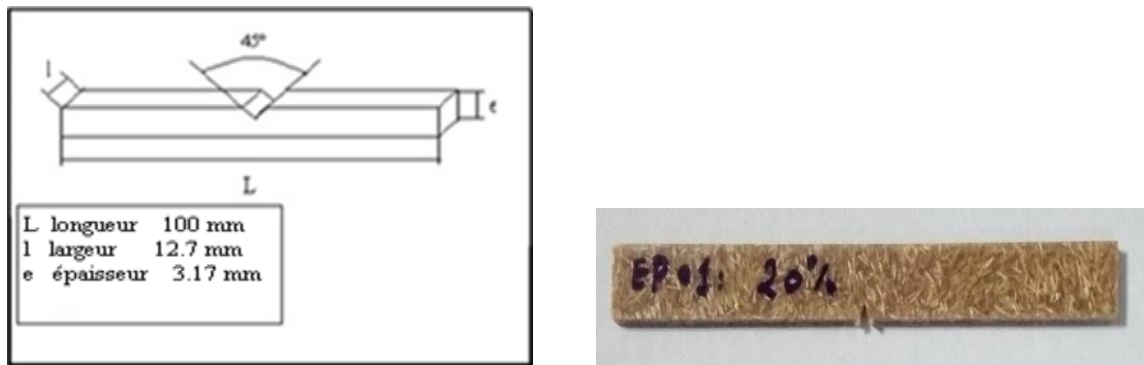
A partir d'une plaque de 3.17 mm d'épaisseur on confectionne des échantillons de dimensions :  $L = 100$  mm et  $l = 12,7$  mm à partir de découpeuse (figure II.7) sur les quels une entaille centrale (en V) de 2,5 mm de profondeur est réalisée. Pour un souci de reproductibilité des résultats, trois essais sont réalisés et la valeur moyenne est retenue.

La caractéristique mesurée est la résistance au choc (résilience), notée  $a$  :

$$a = \frac{A_n}{e} \text{ (J/m)} \dots\dots\dots \text{(III.6)}$$

D'où :

$a$  : la résilience au choc (J/m) ;  $A_n$  : énergie moyenne absorbée (J) ;  $e$  : épaisseur de l'éprouvette (m).



(a) Schéma descriptif de l'éprouvette IZOD (b) L'éprouvette IZOD préparée.

**Figure III.14 : Eprouvette PEHD/FIBRE pour l'essai de choc IZOD.**

Le type de défaillance de chaque échantillon doit être inscrit dans l'une des quatre catégories suivantes : [63]

- **C : (Rupture complète)** Une rupture où l'échantillon se sépare en deux ou en plusieurs morceaux.
- **H : (Rupture incomplète)** Une rupture ou une partie de l'échantillon ne peut pas se supporter au-dessus de l'horizontale lorsque l'autre partie est maintenue verticalement (angle inférieur à 90 ° inclus).
- **P : (Rupture partielle)** Une rupture incomplète qui ne correspond pas à la définition d'une rupture à charnière mais qui a fracturé au moins 90% de la distance entre le sommet de l'encoche et le côté opposé.
- **NB : (Non-rupture)** Une rupture incomplète où la fracture s'étend à moins de 90 de la distance entre le sommet de l'encoche et le côté opposé.

### **III.8 Conclusion**

Le présent chapitre résume les différentes étapes, suivi à fin de montrer les effets de traitement et la teneur des fibres des palmiers sur les propriétés physiques, thermiques et mécaniques du mélange PEHD/Fibres de palmier.

Tout d'abord, dans une première étape de préparation des mélanges (PEHD/FIBRE), on conclue que lorsqu'on incorporait les Fibres dans le PEHD, On constate que la bonne dispersion des Fibres et l'homogénéisation du mélange PEHD/Fibres dépend du taux des fibres et des conditions de mise en œuvre.

Dans une seconde étape, la mise en forme des éprouvettes de chaque essai se fait par moulage sous thermo-compression et plusieurs techniques expérimentales ont été utilisées pour la préparation des éprouvettes normalisées pour les tests de caractérisation.

La dernière étape touche les techniques expérimentales de caractérisation des matériaux élaborés des mélanges (PEHD/Fibres du palmier) par les tests physiques, thermiques et mécaniques.

# **Chapitre IV**

## **Résultats et discussions**

## IV.1 Introduction

A partir des différents tests effectués (Indice de Fluidité, Masse Volumique, Traction, Dureté, Résistance au choc) sur les échantillons préparés, on a pu étudier l'effet du taux des fibres et les traitements chimiques sur les différentes propriétés des mélanges (PEHD /FIBRE).

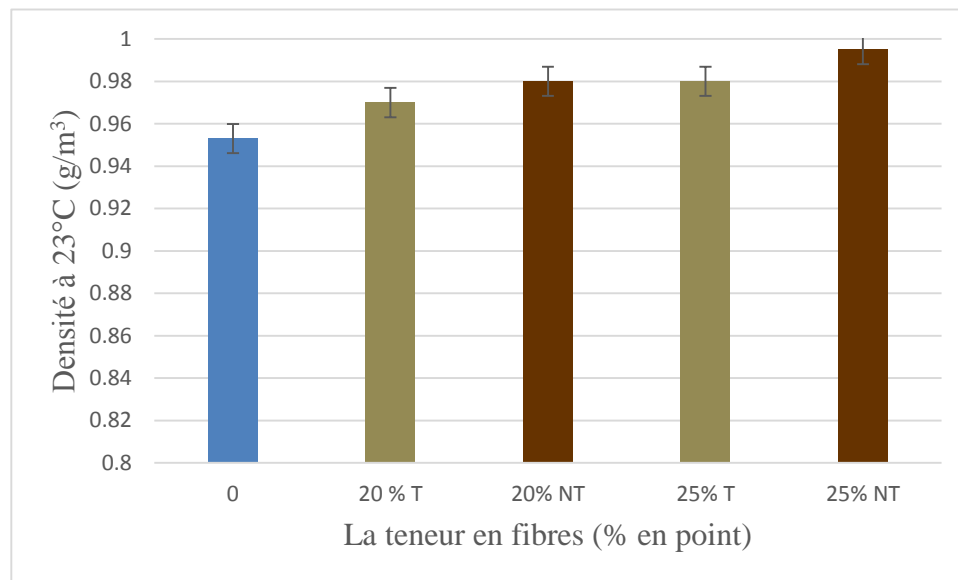
## IV.2 Test physique

### IV.2.1 La masse volumique

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

**Tableau IV.1 Résultats de la densité à 23°C pour les mélanges PEHD-FIBRE.**

	la charge de fibres (wt %)	Densité à 23°C (g/m <sup>3</sup> )		
		MOY	S.D	C.V
PEHD/FIBRE TRAITÉ	0	0.953	0.006	0.006
	20	0.970	0.010	0.011
	25	0.980	0.010	0.011
PEHD/FIBRE NON TRAITÉ	20	0.980	0.566	0.577
	25	0.995	0.574	0.577



**Figure IV.1** Graphique présente la variation de la masse volumique à 23°C en fonction du taux de FIBRE pour les mélanges PEHD/FIBRE.

A partir du résultat montré dans le tableau III.1 et illustrés dans la figure III.1 ci-dessus, nous pouvons conclure ce qui suit :

1. La densité de matériau biocomposite qui chargé par des fibres des palmiers est supérieure à celle de la matrice pure PEHD et elle varie progressivement avec l'augmentation du pourcentage en fibre ce qui est expliqué par l'ajout d'une masse supplémentaire de fibre dans le polymère neutre. .
2. La traitement chimique de fibre permet de réduire la densité du matériau biocomposite.

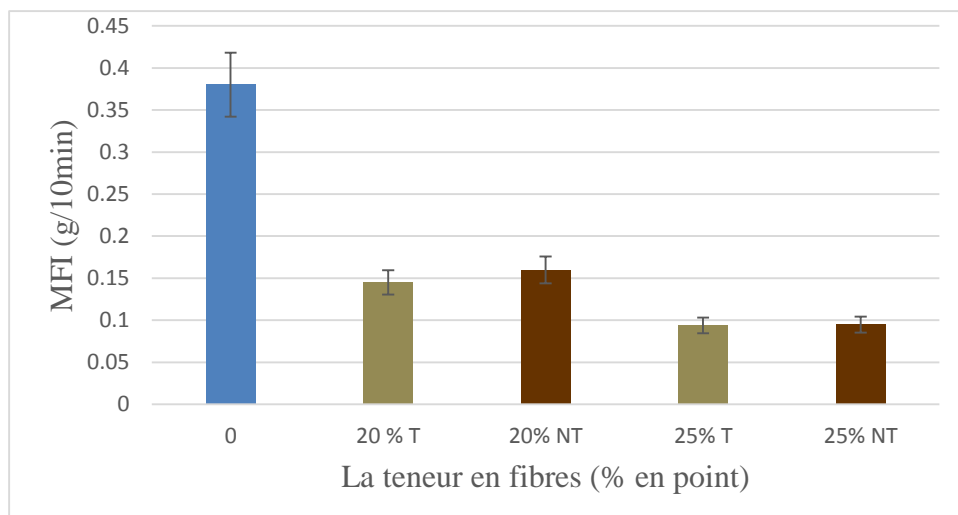
### IV.3 Tests thermiques

#### IV.3.1 Indice de fluidité (Melt Flow Index : MFI)

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

**Tableau IV.2 Résultats du MFI pour les mélanges PEHD-FIBRE**

	la charge de fibres (wt %)	MFI (g/10min)		
		MOY	S.D	C.V
PEHD/FIBRE TRAITÉ	0	0.380	0.010	0.026
	20	0.145	0.006	0.038
	25	0.094	0.012	0.129
PEHD/FIBRE NON TRAITÉ	20	0.160	0.092	0.577
	25	0.095	0.552	0.577



**Figure IV.2 Graphique présente la variation du MFI en fonction de pourcentages en fibre.**

La figure III.2 représente la variation de l'indice de fluidité en fonction du pourcentage en fibre pour les mélanges PEHD/FIBRE.

1. On remarque que pour les pourcentages : 20 % et 25% de fibre l'MFI a diminué donc un écoulement plus difficile par rapport au polymère neutre, ceci est évident car les mélanges PEHD/ FIBRE ont un poids moléculaire supérieur à celui du PEHD neutre, qui est expliqués par l'augmentation du taux de fibre qui augmentent la viscosité du mélange, ce qui entraîne un flux de matière faible et donc un indice de fluidité moins important.

2. Le traitement de fibres contribue à une réduction de 10% de l'indice de fluidité dans la charge de 20%, ce qui indique une amélioration de l'homogénéité de mélange HDPE / FIBRE où la viscosité a été réduite.

## IV.4 Tests mécaniques

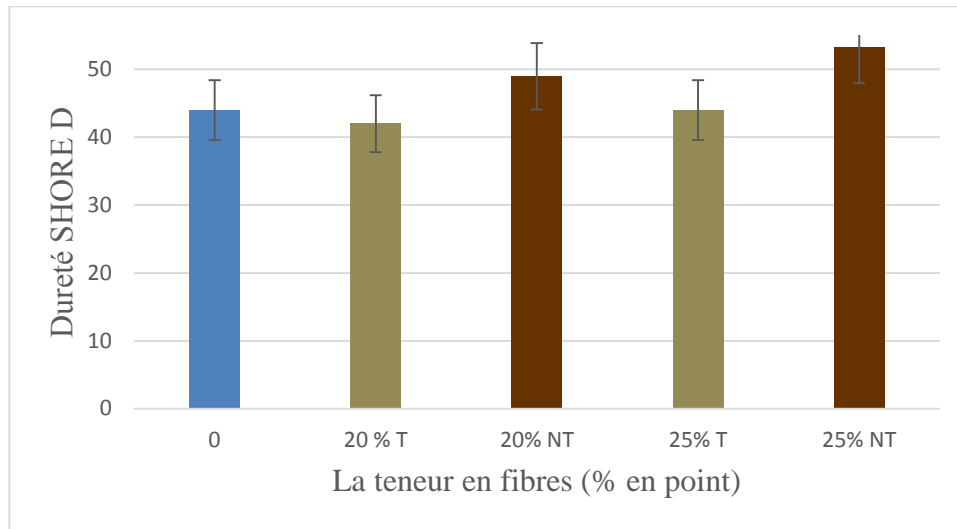
### IV.4.1 Dureté SHORE D

Les résultats de la dureté SHORE D pour les différents mélanges sont les suivants :

**Tableau IV.3 Résultats de la dureté SHORE D pour les mélanges PEHD/FIBRE.**

	la charge de fibres (wt %)	Dureté SHORE D		
		MOY	S.D	C.V
PEHD/FIBRE TRAITÉ	0	44	1	0.023
	20	42	1.732	0.041
	25	44	1	0.023
PEHD/FIBRE NON TRAITÉ	20	49	2.646	0.054
	25	53.333	0.577	0.011

La variation de la dureté SHORE D en fonction des pourcentages en FIBRE est présentée dans le graphique suivant :



**Figure IV.3** Graphique présente la variation de la dureté SHORE D en fonction des pourcentages en FIBRE.

La figure III.3 montre la variation de la dureté en fonction du taux de fibres pour les mélanges PEHD/FIBRE. D'après cette figure on remarque que la dureté pour le PEHD neutre et le mélange de PEHD/FIBRE de pourcentage 25T % en FIBRE sont identiques, tandis qu'on observe une augmentation de la dureté avec le taux du FIBRE pour les pourcentages 20 NT % et 25NT % sauf pour le pourcentage de 20T% on remarque une valeur inférieure de la dureté.

On conclue que :

- l'ajout du FIBRE augmente la dureté du matériau biocomposite.
- Le matériau biocomposite avec des fibres non traitées est un peu plus dur que la fibre traitée.

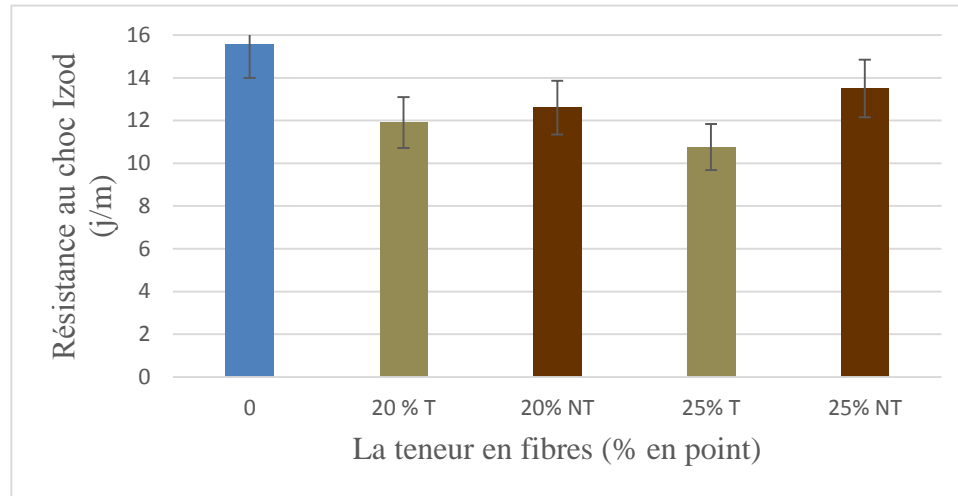
#### IV.4.2 Résistance au choc Izod

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

**Tableau IV.4** Résultats de la résilience Izod pour les mélanges PEHD/FIBRE.

	la charge de fibres (wt %)	Résistance au choc Izod (j/m)		
		MOY	S.D	C.V
PEHD/FIBRE TRAITE	0	15.556	0.015	0.033
	20	11.900	0.015	0.043
	25	10.766	0.021	0.064
PEHD/FIBRE NON TRAITE	20	12.600	0.027	0.072
	25	13.500	0.034	0.083

La variation de la résistance au choc IZOD (résilience) en fonction des pourcentages du FIBRE est présentée dans la figure suivante :



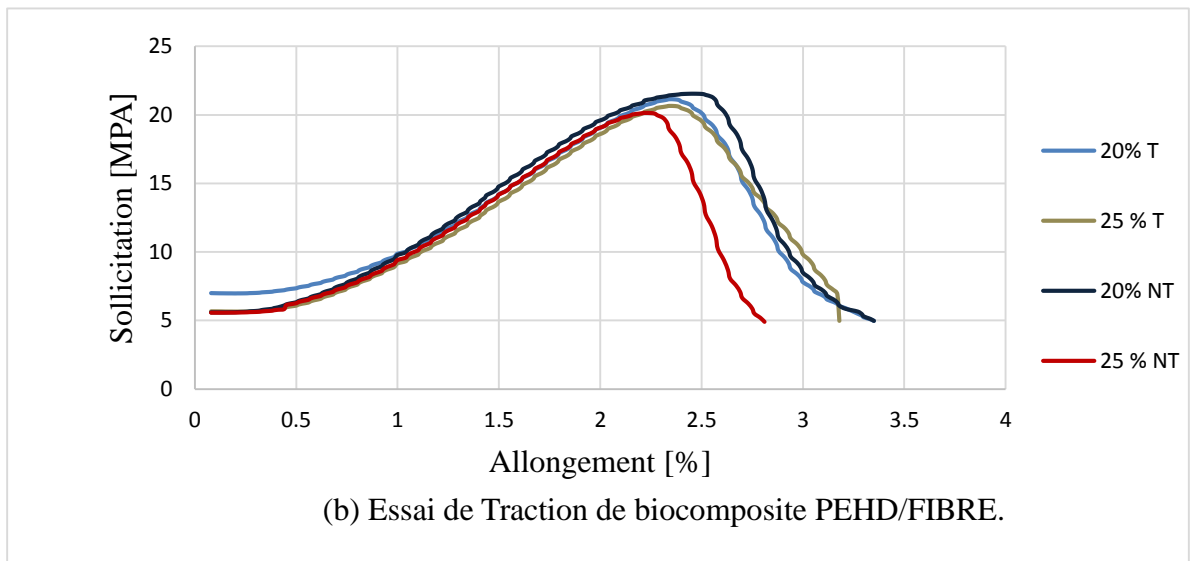
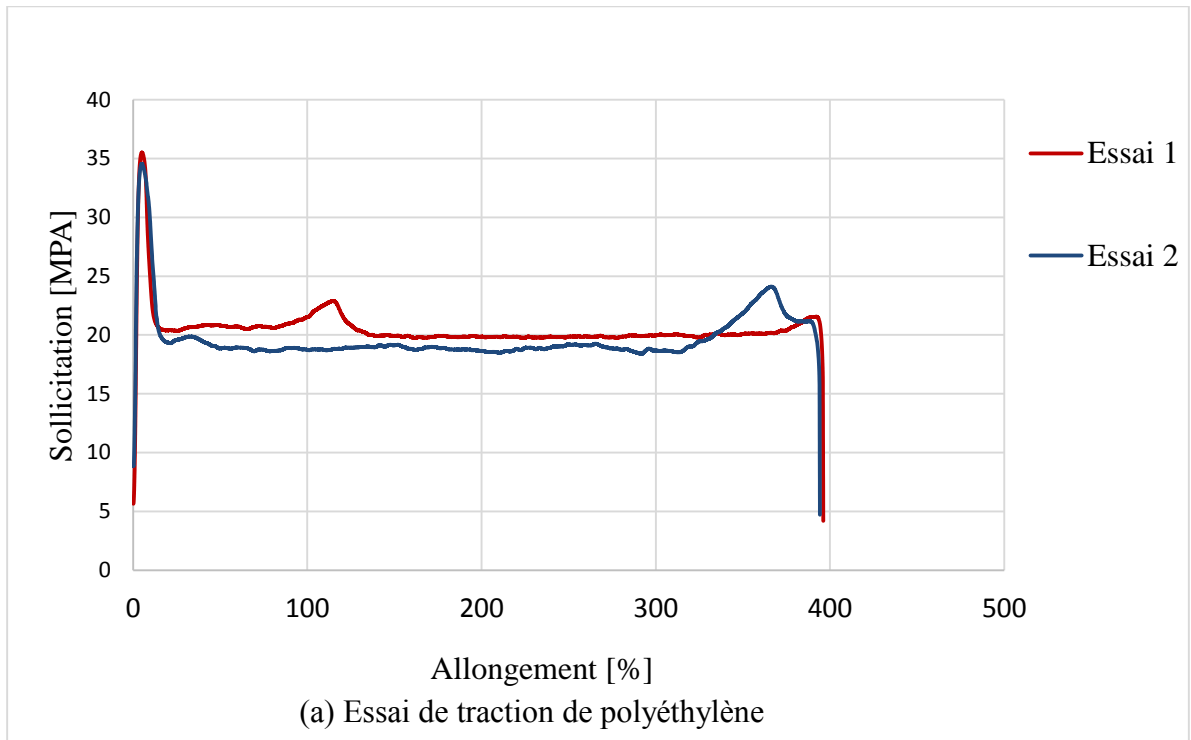
**Figure IV.4 Evaluation de la résilience au choc Izod pour les biocomposites PEHD/FIBRE.**

La figure III.4 représente la variation de la résilience en fonction du taux de fibres pour les mélanges PEHD/FIBRE.

1. Le PEHD est un polymère tenace dont 50% des éprouvettes ont une rupture incomplète où la fracture s'étend à moins de 90% de la distance entre le sommet de l'encoche et le côté opposé avant la rupture.
2. On observe une diminution de la résistance au choc pour les matériaux élaborés par rapport à celle du PEHD vierge, cette diminution est due au manque d'interaction PEHD/FIBRE, dans ce cas une force externe plus faible peut causer le décollement PEHD/FIBRE conduisant à la fragilisation du matériau.
3. La résistance au choc diminue avec l'augmentation du pourcentage de fibres traitées et, d'autre part, augmente avec le pourcentage de fibres non traitées.

#### IV.4.3 Traction

Les courbes contrainte – déformation de PEHD et biocomposites de traction sont présentés dans La figure III.5



**Figure IV.5 Courbes contrainte-déformation.**

L'allongement du polymère est peut dépasser 400% de la déformation avant d'être cassé. En ajoutant des fibres au PEHD, il y a un faible allongement à la rupture où  $\epsilon_r$  est inférieur à 4% qui rendent le matériau biocomposite fragile et cassant. L'effet de l'ajout des fibres est bien visible.

## IV.5 Conclusion

A partir de l'analyse des différents résultats obtenus, on peut déduire les conclusions principales suivantes :

- Ce matériau biocomposites a une bonne ténacité et une bonne rigidité tout en conservant sa densité et possède une plus grande limite d'élasticité que le PEHD mais une faible partie de la plasticité qui le rend fragile.
- Les composites renforcés avec des fibres modifiées présentaient mieux résistance à la traction par rapport aux composites renforcés avec des fibres naturelles, confirmant que la modification sur les fibres de palmes améliore l'adhérence entre les fibres et la matrice.

## **Références bibliographiques**

- [1] Peacock, A. J. Handbook of polyethylene: structures, properties and applications; Marcel Dekker : New York, 2000.
- [2] Bost, J. Matières plastiques, I chimie applications, 2nd Ed ; Technique et Documentation : Paris, 1985.
- [3] Crawford, R. J. Plastics engineering, 2nd Ed.; Pergamon Press: Oxford, 1987.
- [4] La Mantia, F. Handbook of plastics recycling; Rapra Technology: Shrewsbury, 2002.
- [5] Belfiore, L. A. Physical Properties of Macromolecules; John Wiley & Sons: Hoboken, 2010.
- [6] Salem, D. R. Structure Formation in Polymeric Fibers; Hanser Gardner Publication: Cincinnati, 2001.
- [7] Bunn, C. W. Chemical Crystallography: An introduction to optical and X-ray methods; Clarendon Press: Oxford, 1945.
- [8] Gregory, B. H. Polyethylene Film Extrusion: A process manual; Trafford Publishing: Bloomington, 2009.
- [9] R.A. Schapery. Nonlinear viscoelastic and viscoplastic constitutive equations based on thermodynamics. *Mechanics of Time-Dependent Materials*, 1:209-240, 1997.
- [10] J.L. Halary, F. Lauprêtre, and L. Monnerie. *Mécanique des matériaux polymères*. Belin, 2008.
- [11] Hakkarainen, M.; Albertsson, A. C. Environmental degradation of polyethylene, *Adv. Polym. Sci.* 2004, 169, 177-200.
- [12] Wolfe, D. A. Persistent plastics and debris in the ocean: An international problem of ocean disposal. *Mar. Pollut. Bull.* 1987, 18, 303-305.
- [13] Gurevich, Y. L.; Teremova, M. I.; Bondarenko, G. N.; Kargin, V. F.; Khizhnyak, S. V.; Romanchenko, A. S.; Yang, J.; Song, Y. Polyethylene Destruction by the Mixed Culture of Microorganisms. *Adv. Mat. Res.* 2012, 356-360, 1693-1698.
- [14] Mohanty, A. K. ; Misra, M. ; Drzal, L. T. Natural fibers, biopolymers, and biocomposites ; CRC Press: Boca Raton, 2005.
- [15] Doan Thi Thu Loan; Investigation on jute fibres and their composites based on polypropylene and epoxy matrices; Thèse de doctorat, l'université de Dresden, 2006.
- [16] Suganti Ramarad; Preparation and properties of kenaf bast fiber filled (plasticized) poly (lactic acid) composites; Master, 2008.

- [17] S. Boudjaja, A. Harfouche et W. Chettah. « Contribution à l'étude de la variabilité géographique chez l'alfa (*Stipa tenacissima* L.) ». Revue de l'Institut national de la Recherche Agronomique n° 23, 2009, pp. 7-23.
- [18] S. Bouhank. « Effet d'absorption d'eau sur le comportement mécanique des composites PP/ farine cellulosique ». Mémoire de Master, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas Sétif 1, Algérie, 2012, 56 p.
- [19] S. Ikhlef. « Etude du Comportement de Composites PEBD/Farine de Genêt d'Espagne Avant et Après Traitement ». Mémoire de Magister, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas, Sétif 1, Algérie, 2011, 168 p.
- [20] A. Slimani. « Valorisation des potentialités locales pour un habitat écologique en zone de montagne : cas de la région de Yakouren ». Mémoire de Magister, Département d'Architecture, Université Mouloud Mammeri Tizi Ouzou, Algérie, 2012, 126 p.
- [21] Adil Sbiai .Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fbres de palmier dattier : effet de l'oxydation au tempo sur les fbres. Thèse de doctorat, l'université de Lyon, 2011.
- [22] Kriker, A., Debicki, G., Bali, A., Khenfer, M. M., & Chabannet, M. Mechanical properties of date palm fibres and concrete reinforced with date palm fibres in hot-dry climate. *Cement and Concrete Composites*, 2005, 554-564.
- [23] P.R. Blankenhorn, M.R. Silsbee, B.D. Blankenhorn et M. Dicola, "Temperature and moisture effect on selected properties of wood fiber-cement composites", *Cement and Concrete Research*, 1999, Vol. 29, pp. 737-741.
- [24] C Couhert. Pyrolyse flash à haute température de la biomasse lignocellulosique et de ses composés - production de gaz de synthèse'', Thèse de pour obtenir le de Doctorat de l'Ecole des Mines de Paris Energétique.2007.
- [25] A. Ashori. Review paper woodplastic composites as promising green-composites for automotive industries ! *Bioresource Technology*, 99:4661-4667, 2008.
- [26] A.J. Michell. Wood cellulose-organic polymer composites. *Composites Asia Pacific*, Adelaide, 89:19-21, 1989.
- [27] S. Jin and X.L. Gong. Influence du vieillissement en humidité relative sur les propriétés mécaniques des fibres de chanvre. In 20ème Congrès Français de Mécanique, 2011.

- [28] S. Guessasma, M. Sehaki, D. Lourdin, and A. Bourmaud. Viscoelasticity properties of biopolymer composite materials determined using finite element calculation and nanoindentation. *Computational Materials Science*, 44:371-377, 2008.
- [29] K.L. Pickering, G.W. Beckermann, S.N. Alam, and N.J. Foreman. Optimising industrial hemp fibre for composites. *Composites : Part A*, 38 :461-468, 2007.
- [30] C. Baley. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. Technical report, *Technique de l'ingénieur*, référence AM5130, 2004.
- [31] C. Baley. Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase. *Composites : Part A*, 33:939-948, 2002.
- [32] V. Placet. Characterization of the thermo-mechanical behaviour of hemp fibres intended for the manufacturing of high performance composites. *Composites : Part A*, 40:1111-1118, 2009.
- [33] D .T. Vi Vi. « Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non ». Thèse de doctorat, Université de Grenoble (en co-tutelle avec l'université de Hochiminh Ville, Vietnam), 2011, 189 p.
- [34] Lee, S. M. *Dictionary of composite materials technology*; Technomic Publishing Company: Lancaster, 1989.
- [35] Lee, S. M. *Reference book for composites technology*; Technomic Publishing Company: Lancaster, 1989
- [36] Matthews, F. L.; Rawlings, R. D. *Composite Materials: Engineering and Science*; CRC Press: Boca Raton, 1999.
- [37] Martineau, P. *Les matériaux composites et industrie* ; Institut des matériaux composite : Pessac, 1987.
- [38] Strong, A. B. *Fundamentals of composites manufacturing materials, methods and applications*, 2nd Ed.; Society of Manufacturing Engineers: Dearborn, 2008.
- [39] C.Zapata-Massot, « Synthèse de matériaux composites par co-broyage en voie sèche. caractérisation des propriétés physico-chimiques et d'usages des matériaux », Thèse de doctorat, INPT, Toulouse, (France), (2004).
- [40] Chawla, K. K. *Composite Materials: Science and Engineering*, 3<sup>rd</sup> Ed.; Springer: New York, 2012.
- [41] Lionel GENDRE .*Les grandes familles de matériaux composites*.Paris.2011

- [42] Baillie, C. *Green Composites: Polymer Composites and the Environment*; CRC Press: Boca Raton, 2004.
- [43] In North American market for WPC growing at 9.9% annually, *add. Polym.* 2005, 4, 11-12.
- [44] E. Bodros, I. Pillin, N. Montrelay, and C. Baley. Could biopolymers reinforced by randomly scattered flax fibre be used in structural applications? *Composites Science and Technology*, 67:462-470, 2007
- [45] P. Wambua, J. Ivens, and I. Verpoest. Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics? *Composites Science and Technology*, 63:1259-1264, 2003.
- [46] S.V. Joshi, L.T. Drzal, A.K. Mohanty, and S. Arora. Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites? *Composites: Part A*, 35:371-376, 2004.
- [47] L. Sobczak, R.W. Lang, and A. Haider. Polypropylene composites with natural fibers and wood - general mechanical property profiles. *Composites Science and Technology*, 72:550-557, 2012.
- [48] M.J. John and S. Thomas. Review biofibres and biocomposites. *Carbohydrate Polymers*, 71:343-364, 2008.
- [49] T. Hatakeyama and H. Hatakeyama. *Thermal Properties of Green Polymers and Biocomposites*. Kluwer academic publishers, 2005
- [50] S.Th. Georgopoulos, P.A. Tarantili, E. Avgerinos, A.G. Andreopoulos, and E.G. Koukios. Thermoplastic polymers reinforced with fibrous agricultural residues. *Polymer Degradation and Stability*, 90 (2):3030-312, 2005
- [51] J.Z. Lu, Q. Wu, and H.S. McNabb. Chemical coupling in wood fiber and polymer composites : a review of coupling agents and treatments. *Wood Fiber Sci*, 32 (1):88-104, 2000.
- [52] A. Bourmaud, J. Riviere, A. Le Duigou, G. Raj, and C. Baley. Investigations of the use of a mussel-inspired compatibilizer to improve the matrix-fiber adhesion of a biocomposite. *Polymer Testing*, 28:668-672, 2009.
- [53] G.W. Beckermann and K.L. Pickering. Engineering and evaluation of hemp fibre reinforced polypropylene composites: Fibre treatment and matrix modification. *Composites: Part A*, 39:979-988, 2008.
-

- [54] E. Franco-Marquès, J.A. Méndez, M.A. Pèlach, F. Vilaseca, J. Bager, and P. Mutjé. Influence of coupling agents in the preparation of polypropelene reinforced with recycled fibres. *Chemical Engineering Journal*, 166:1170-1178, 2011.
- [55] A.C. De Albuquerque, K. Joseph, L. Hecker de Carvalho, and J.R.M. d'Almeida. Effect of wettability and ageing conditions on the physical and mechanical properties of uniaxially oriented jute-roving-reinforced polyester composites. *Compos. Sci. Technol.*, 60 (6):833-844, 2000.
- [56] M. Pracella, D. Chionna, I. Anguillesi, Z. Kulinski, and E. Piorkowska. Functionalization, compatibilization and properties of polypropylene composites with hemp fibres. *Composites Science and Technology*, 66:2218-2230, 2006.
- [57] J. George, M.S. Sreekala, and S. Thomas. A review on interface modification and characterization of natural fiber reinforced plastic composites. *Polymer Engineering and Science*, 41 (9) :1471-1485, 2001.
- [58] M. Ragoubi, D. Bienaimé, S. Molina, B. George, and A. Merlin. Impact of corona treated hemp fibres onto mechanical properties of polypropylene composites made thereof. *Industrial Crops and Products*, 31:344-349, 2010.
- [59] Daniella et al. Modification de surface de bagasse de sucre cellulose et son effet sur les propriétés mécanique et l'absorption d'eau de la composites cellulose de sucre de bagasse / PEHD.article.2009.
- [60] R. Chianell et all.Mechanical Characterization of Sisal Fiber-Reinforced Recycled HDPE Composites.article.2013
- [61] Moayad N. Khalaf. Mechanical properties of filled high-density polyethylene. *Journal of Saudi Chemical Society*.2011
- [62] Daniella et al .Mechanical Properties of the Palm Fibers Reinforced HDPE Composites. *Journal of Chemical and Molecular Engineering* .Vol:9, No: 7, 2015
- [63] Documentation de l'entreprise.
- [64] S. Ikhlef. « Etude du Comportement de Composites PEBD/Farine de Genêt d'Espagne Avant et Après Traitement ». Mémoire de Magister, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas, Sétif 1, Algérie, 2011, 168 p.
- [65] HARRACHE Rabia .Elaboration et Caractérisations des Composites à Matrice Polymère et à Renforts Végétal et Nanométrie Lamellaire. Mémoire magister.2015

- [66] C.F. Kuan, H.C. Kuan, C.C.M. Ma et C.M. Huang. « Mechanical, Thermal and Morphological Properties of Water-Crosslinked Wood Flour Reinforced Linear Low-Density Polyethylene Composites ». *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 37, 2006, pp. 1696-1707.
- [67] M. Bengtsson et K. Oksman. « The Use of Silane Technology in Crosslinking Polyethylene/Wood Flour Composites ». *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 37, 2006, pp. 752-765.
- [68] Chaoqin Li et al. *Rheological and Mechanical Properties of PC/HDPE/glass fiber Composites*. Research Institute of Polymer Materials, Shanghai Jiaotong University Shanghai 200240, China. 2002.
- [69] M. Abdelmouleh et al. Short natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites: Effect of silane coupling agents and fibres loading. *Article in Composites Science and Technology*. June 2007.
- [70] FADEL Ahlem .Influence des diverses modifications du Genêt d'Espagne sur les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermiques de composites à matrice thermoplastique. *Mémoire de magister université Sétif*. 2014.
- [71] M.M. Kabir, H. Wang, K.T. Lau et F. Cardona. «Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview. », *Composites Part B: Engineering*. Vol.43, 2012, pp. 2883–2892.