

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

UNIVERSITÉ 20 AOÛT 1955 SKIKDA

FACULTE DE TECHNOLOGIE

DÉPARTEMENT DE GÉNIE DES PROCÉDÉS



Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

Master

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie des Polymères

*Elaboration et caractérisation d'un matériau
composite à base de polyéthylène haute densité
(PEHD) et fibre végétale (poudre coquilles de noix)*

Soutenu le 24/06/2023

Réalisé par :

BALASKA Tinhinen

MOREREB Nour Elhouda Aïcha

KASMI Tayeb

Encadré par :

Dr. BELHAOUES Abderrahmane

Mme.SAADI Chahra Zed

Année Universitaire 2022- 2023

Remerciement

*Tout d'abord, nos remerciements **Dieu** à tout puissant pour la volonté, la santé, et la patience, qu'il nous a donnée durant toutes ces années d'étude.*

*Ensuite nous tenons à remercier notre directeur de mémoire, **Mr. BELHAOUES Abd Errahmane**, pour son soutien constant, ses conseils éclairés et sa patience tout au long de ce processus. Sa passion pour le sujet et sa volonté de partager ses connaissances ont été une source d'inspiration pour nous.*

*Nous voudrions également adresser nos remerciements à Mme. **SAADI Chahra Zed**, dont l'expertise et les précieux commentaires ont grandement enrichi notre travail. Leurs conseils avisés et leurs suggestions constructives nous ont permis d'améliorer la qualité de notre recherche.*

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

*Nous tenons également à exprimer notre gratitude envers tout le personnel de l'université de **Ferhat ABBAS sétif-1** pour leur accueil chaleureux et leur précieuse aide.*

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

*Nous exprimons nos sincères gratitudes et remerciements à notre **département de génie des procédés** et à la **faculté des sciences et de la technologie de l'université de Skikda**, pour sa disponibilité et ces précieuses aides pour l'élaboration et la caractérisation de nos composites élaborées.*

*Nos remerciements s'adressent également à tous **nos professeurs** pour leurs générosités et la grande patience dont ils ont su faire preuve malgré leurs charges académiques et Professionnelles.*

Nos profonds remerciements vont également à toutes les personnes qui nous ont aidés et soutenus de près ou de loin.

Merci

Dédicace

Avec joie, fierté et respect, je dédie ce modeste travail à ceux qui, quels soient les termes embrassés, je n'arriverais jamais à leur exprimer mon amour sincère.

À la belle femme, source inépuisable de la tendresse, de la patience et de sacrifice, aoutant de phrase expressive soient-elles ne saurait monter le degré d'amour et affection que j'éprouve pour elle. Elle m'a comblée avec sa tendresse et affection tout au long de mon parcours, elle n'a cessé de me soutenir et de de m'encourager durant toutes les années de mes études. Elle a toujours présente à mes côtés pour moi consoler quand il fallait : Ma chère mère
« **CHAALENE FATIHA** ».

À mon précieux offre du dieu, mon exemple éternel et le personne le plus digne de mon estime et de mon respect, celui qui a su m'inculquer le sens de la responsabilité, de l'optimisme et de la confiance en soi face aux difficultés de la vie, ses conseils ont toujours guidé mes pas vers la réussite, sa patience, son compréhension et son encouragement sont pour moi , le soutien indispensable qu'il a toujours su m'apporter, je lui dois ce que je suis aujourd'hui et ce que je serai demain et je ferai toujours de mon mieux pour rester sa fierté et ne jamais lui décevoir : Mon cher père

« **KASMI ALI** ».

À mes frères et mes amis proches « **Azzedine et Amer** » qui m'ont soutenu à tout moment et qui ont été avec moi dans tous le moment doux et amers. Que Dieu les protège et les guide et je leur souhaite tout le succès dans leur vie, sans oublier mes amis « **Karim et Lokman** » et je remercie également mon ami « **Amir Magroune** » et je lui souhaite tout le succès et la réussite dans sa vie à l'étranger.

À tous mes enseignants depuis primaire jusqu'à mon cursus universitaire.

À tous mes amies que j'ai connu jusqu'à maintenant.

Sans oublier mes binômes « **Tinhinan et Aicha** » pour ses soutiens moraux, ses patiences et ses compréhensions tout au long de ce mémoire.

Enfin, je souhaite dédier ce travail à moi-même. À travers les hauts et les bas, les moments de doute et de fatigue, j'ai fait preuve de détermination, de résilience et de persévérance. Je suis fier du chemin parcouru et de cette réalisation qui témoigne de mon engagement envers l'excellence académique.

Tayeb

Dédicaces

*A*vec un cœur plein d'amour et de fierté que je dédie ce modeste travail à **Mes chers parents**

je ne saurais exprimer ma gratitude et ma reconnaissance. Vous avez su m'inculquer le sens de la responsabilité, de l'optimisme et de la confiance en soi face aux difficultés de la vie. Vos conseils ont toujours guidé mes pas vers la réussite. Votre patience sans fin, votre compréhension et vos encouragements sont pour moi le soutien indispensable que vous aviez toujours su m'apporter. Je vous dois ce que je suis aujourd'hui, ce que je serai demain et je ferai toujours de mon mieux pour rester votre fierté et ne jamais vous décevoir. Que Dieu le tout puissant vous accorder santé, bonheur et longue vie afin que je puisse vous combler à mon tour.

A ceux qui je souhaite beaucoup de réussite et de bonheur...

Ma précieuse petite sœur **HANNA**

Mon frère d'amour **Fadi**

A ceux qui m'ont souhaité toujours la réussite dans ma vie...

Ma grand-mère, Mon chère baba Abdallah et Ouarda

A mes chats **Lucy et Eva**

Enfin, mes gratitudees à **Ouarda, Rabie, Radia, Fouzia, Lamia, Salima, Rabah,**

Pour leurs encouragements permanents.

Que dieu le tout puissant vous préserve tous et vous procure sagesse et bonheur

Cette réalisation est le fruit d'un travail d'équipe et d'un amour indéfectible

Tinhinane

Dedicaces

*A*vec un cœur plein d'amour et de fierté que je dédie ce modeste travail :

A **Ma mère « Soualah chehra zed » et Ma grand-mère.**

Je ne saurais exprimer ma gratitude et ma reconnaissance. Vous avez su m'inculquer le sens de la responsabilité, de l'optimisme et de la confiance en soi face aux difficultés de la vie. Vos conseils ont toujours guidé mes pas vers la réussite. Votre patience sans fin, votre compréhension et vos encouragements sont pour moi le soutien indispensable que vous aviez toujours su m'apporter. Je vous dois ce que je suis aujourd'hui, ce que je serai demain et je ferai toujours de mon mieux pour rester votre fierté et ne jamais vous décevoir. Que Dieu le tout puissant vous accorder santé, bonheur et longue vie afin que je puisse vous combler à mon tour.

A ceux qui je souhaite beaucoup de réussite et de bonheur...

Ma sœur **Rayane**

A ceux qui m'ont souhaité toujours la réussite dans ma vie...

Chers oncles particulièrement Feteh et Brahim

Mama hadja

Mes grands pères

Mes binômes et mes amis Tinhinen et Tayeb

A **toute ma famille et mes amis**

Que dieu le tout puissant vous préserve tous et vous procure sagesse et bonheur

Cette réalisation est le fruit d'un travail d'équipe et d'un amour indéfectible

Ficha

Résumé

L'utilisation croissante des fibres naturelles pour l'élaboration des composites est due à leur coût réduit, leur biodégradabilité, leur disponibilité et leur facilité de mise en œuvre. Généralement, il est nécessaire de modifier la surface de la charge pour créer des liaisons entre celle-ci et la matrice. L'objectif de cette étude est de voir certains aspects liés à l'augmentation de la compatibilité entre le polymère et la fibre naturelle et à l'amélioration de la distribution de la fibre dans la matrice thermoplastique en améliorant les propriétés des composites. Nous analysons l'effet du taux de poudre de coque de noix et de son traitement chimique par NaOH sur les propriétés structurales, mécaniques, rhéologiques, physiques et thermiques des composites PEHD/PCN.

Mots Clés : Fibres naturelles, Coque de Noix, Matériaux composites, Traitement chimique, Matériaux Biodégradables.

Abstract

It is increasing use of natural fiber-based composite materials is due to their low cost, biodegradability, availability, and ease of implementation, among other advantages. Generally, it is necessary to modify the surface of the filler to create bonds between it and the matrix. The objective of this study is to discuss certain aspects related to increasing compatibility between the polymer and natural fiber, as well as improving fiber distribution within the thermoplastic matrix.

In this study, we experimentally examine the impact of the rate of walnut shell flour and its chemical treatment with NaOH on the structural, mechanical, rheological, physical, and thermal properties of PEHD/PCN composites.

Keywords: Natural fibers, walnut shell powder, Composite materials, Chemical treatment, Biodegradable Materials.

ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو مناقشة بعض الجوانب المتعلقة بزيادة التوافق بين البوليمير والالياف الطبيعية وتحسين توزيع الالياف في مصفوفة البلاستيك الحراري، حيث سلطنا الضوء على استغلال النفايات السلولوزية، وقد تم إيلاء اهتمام خاص لالياف قشور الجوز. يحتوي هذا العمل على جزأين رئيسيين اعتنينا أولاً بالمعالجة الكيميائية لالياف قشور الجوز باستخدام هيدروكسيد الصوديوم NaOH. يتناول الجزء الثاني تطوير المركبات القائمة على البولي إيثيلين وتأثير التعديل ومحتوى الالياف على خصائص مركبات دقيق الجوز/البولي إيثيلين، لتحديد خصائص المركبات الجديدة، أجرينا اختبارات توصيف مختلفة، أجرينا توصيف مختلفة، وهي الأشعة الحمراء IRTF، خصائص انسيابية، فزيائية، ميكانيكية.

الكلمات المفتاحية: البولي إيثيلين الالياف الطبيعية، بودة قشور الجوز، مواد مركبة، المعالجة الكيميائية.

Sommaire

Remerciement

Dédicace

Résumé

Table des matières

<i>Liste des Figures</i>	I
<i>Liste des tableaux</i>	IV
<i>Liste des schémas</i>	V
<i>Liste abrégations</i>	VI
Introduction générale	1

Chapitre I : Etat de l'art

Partie 1 : Généralité sur le polyéthylène haute densité

I.1.1. Historique du polyéthylène	4
I.1.2. Le polyéthylène	5
I.1.2.1. Différent types de polyéthylène.	6
I.1.3. Le polyéthylène haute densité	7
I.1.4. Méthode de synthèse de polyéthylène haute densité	8
I.1.5. Structure chimique du polyéthylène haute densité	9
I.1.6. Propriétés du polyéthylène haute densité	9
I.1.6.1. Propriétés physiques	9
I.1.6.2. Propriétés chimiques	10
I.1.6.3. Propriétés thermiques	10

Sommaire

I.1.6.4. Propriétés mécaniques	10
I.1.7. Les avantages et les inconvénients du polyéthylène haute densité	10
I.1.7.1. Les avantages du polyéthylène haute densité.....	10
I.1.7.2. Les inconvénients du polyéthylène haute densité.....	11
I.1.8. Les méthodes de transformation du polyéthylène haute densité	11
I.1.8.1. Extrusion	11
I.1.8.2 Moulage par injection	12
I.1.8.3. Soufflage.....	13
I.1.8.4. Moulage par compression	13
I.1.8.5. Soudage.....	14
I.1.9. Les applications du Le Polyéthylène Haute Densité	14

Partie 2 : Généralités sur les fibres végétales (coquille de noix)

I.2.1. Généralités sur les fibres végétales	16
I.2.2. Comparaison des fibres végétales	20
I.2.3. Caractéristiques physico-mécanique des fibres végétales	21
I.2.4. Historique et Généralités sur les coquilles de noix	22
I.2.5. Structure chimique de coquilles de noix.....	22
I.2.6. Les propriétés des coquilles de noix.....	23
I.2.6.1. Rigidité et résistance mécanique	23
I.2.6.2. Propriétés antibactériennes	23
I.2.6.3. Potentiel antioxydant	24
I.2.6.4. Capacité d'adsorption.....	24
I.2.6.5. Utilisation comme combustible.....	24
I.2.6.6. Utilisation dans les produits cosmétiques	24
I.2.7. Les avantages et les inconvénients des coquilles de noix.....	24

Sommaire

I.2.8. Les applications des coquilles de noix	25
---	----

Partie 3 : Généralités sur les matériaux composites

I.3.1. Historique.....	26
------------------------	----

I.3.2. Définition d'un matériau composite	26
---	----

I.3.3. Les constituants des matériaux composites	26
--	----

I.3.3.1. La matrice	27
---------------------------	----

I.3.3.2. Renforts.....	30
------------------------	----

I.3.4. Classification des matériaux composites	32
--	----

I.3.5. Structure des matériaux composites	33
---	----

I.3.6. Paramètres influençant sur les propriétés du composite.....	34
--	----

I.3.6.1. Influence de l'humidité et de la température sur la fibre naturelle	34
--	----

I.3.6.2. Influence de la quantité de renfort.....	35
---	----

I.3.6.3. Influence de la morphologie du renfort	35
---	----

I.3.7. Les traitements chimiques des fibres végétales	36
---	----

I.3.7.1. Le traitement chimique.....	36
--------------------------------------	----

I.3.7.2. Le traitement alcalin (NaOH)	36
---	----

I.3.8. Domaines d'applications des matériaux composites.....	37
--	----

I.3.9. Avantages et inconvénients des matériaux composites	38
--	----

Chapitre II : Présentation du complexe CP2K

II.1. Historique	40
------------------------	----

Sommaire

II.2. Présentation du complexe CP2K	40
II.2.1. Activités du complexe CP2K	41
II.2.2. Organisation du complexe CP2K.....	41
II. 2.3. Description du complexe CP2K.....	42
II.2.4. Les installations de procédé.....	42
II.3. Fonctionnement du Procédé PHILIPS	43
II.3.1. Les matières premières utilisées	43
II.3.2 Les conditions opératoires de la réaction de polymérisation	43
II.3.3 Les étapes du procédé PHILIPS	44
II.4. Grades du PEHD produits au niveau de CP2K	46

Chapitre III : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

III.1. Matériaux utilisés.....	48
III.1.1. Polyéthylène	48
III.1.2. Coquilles de noix	49
III.1.3. L'hydroxyde de sodium.....	49
III.2. Méthode de préparation	49
III.2.1. Méthode de Préparation de la fibre	49
III.2.2. Modification chimique des farines de noix par mercerisation « la soude NaOH »	50
III.3. Elaboration des composites PEHD/Fibre de noix	52
III.3.1. Préparation des composites PEHD/PCN	52
III.3.2. Malaxage.....	52
III.3.3. Moulage des composites « Moulage par thermocompression »	53
III.3.4. Préparation des éprouvettes normalisée.....	54

Sommaire

III.4. Techniques de caractérisation	55
III.4.1. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier.....	55
III.4.2. Indice de fluidité (MFI)	56
III.4.3. La densité.....	58
III.4.4. Test de Dureté Shore D	59
III.4.5. Essai de traction	60

Chapitre IV : Résultats et discussions

IV.1. Caractérisation par spectroscopie infrarouge à Transformer de fourrier	63
IV.2. Propriétés Rhéologique.....	64
IV.2.1. L'indice de fluidité.....	64
IV.3. Propriétés physique.....	65
IV.3.1. La Densité.....	65
IV.4. Propriétés mécaniques	66
IV.4.1. La dureté	66
IV.4.2. L'essai de traction	67
IV.5. Caractérisation mécanique	69
IV.5.1. Evolution de la contrainte à la traction.....	69
IV.5.2. Evolution de module d'Young.....	69
IV.5.3. Evolution de la déformation à la rupture.....	70
Conclusion générale et recommandation	71
Références bibliographiques.....	73
Annexes	77

Liste des Figures

Liste des figures

Figure :	Titre	Page
Figure I.1 :	Schéma semi-développé illustrant la structure macromoléculaire du polyéthylène.	5
Figure I.2 :	Schéma représentatif du motif du polyéthylène.	5
Figure I.3 :	Polymérisation du polyéthylène.	6
Figure I.4 :	Echelle de variation de la cristallinité et de la densité du PE.	7
Figure I.5 :	Représente le PEHD granulés.	8
Figure I.6 :	Représente le PEHD poudres.	8
Figure I.7 :	Représente la structure chimique du PEHD.	9
Figure I.8 :	Représente la machine d'extrusion.	12
Figure I.9 :	Représente la machine d'injection.	12
Figure I.10 :	Représente le principe du soufflage.	13
Figure I.11 :	Représente la machine de la thermocompression.	14
Figure I.12 :	Représente des fibres de chanvre.	18
Figure I.13 :	Représente des fibres de bois.	18
Figure I.14 :	Schéma illustrant les molécules de cellulose, avec ses liaisons hydrogène.	19
Figure I.15 :	Représente la structure des chaînes des hémicelluloses.	19
Figure I.16 :	Exemple de structure chimique de lignine.	20
Figure I.17 :	Représente des coquilles de noix.	22
Figure I.18 :	Représente la composition chimique de CN.	23
Figure I.19 :	Constituants de base d'un matériau composite.	27
Figure I.20 :	Différentes architectures des renforts de composites.	32
Figure I.21 :	Représente les renforts sous forme de particules et de paillettes.	32
Figure II.1 :	Position géographique du complexe CP2K.	41
Figure II.2 :	Organigramme d'unité CP2K.	41
Figure II.3 :	Photo représente les principales installations de l'unité CP2K.	42

Liste des figures

Figure III.1 :	Photo représentatif du PEHD (5502) sous forme de poudre et granulés.	48
Figure III.2 :	les étapes de la préparation de poudre de coquille de noix.	50
Figure III.3 :	l'opération de tamisage avec une tamiseuse (AS200 basic).	50
Figure III.4 :	Poudre coquille de noix à 250 µm.	50
Figure III.5 :	Modification chimique de la farine de noix par la soude NaOH.	51
Figure III.6 :	Malaxeur (ROULEAUX DE LABORATOIRE) IQAP LAP.	52
Figure III.7 :	l'opération de malaxage par un mélangeur à deux cylindres.	53
Figure III.8 :	Presse hydraulique (ASTM D4703).	54
Figure III.9 :	L'opération de la thermocompression par la presse hydraulique automatique.	54
Figure III.10 :	Appareillage d'une poinçonneuse « Presse pneumatique à découper ».	55
Figure III.11 :	Les éprouvettes préparées sous forme d'haltères par la découpeuse.	55
Figure III.12 :	Spectrophotomètre Perkin-Elmer (FTIR-ATR).	56
Figure III.13 :	Appareillage de mesure du Melt Flow Index.	57
Figure III.14 :	Appareillage de la densité à 23°C.	58
Figure III.15 :	Appareillage de mesure de la dureté Shore D .	60
Figure III.16 :	Machine de traction type Test Kallibrierlabor modèle 918239..	62
Figure III.17 :	Représente les mâchoires utilisées au cours de l'essai de traction	62
Figure.IV.1 :	Représente le spectre infrarouge de PCN modifié par hydroxyde de sodium	63
Figure.IV.2 :	Représente La variation de l'indice de fluidité en fonction de taux de charge PCN traité et non traité.	64
Figure.IV.3 :	Représente la Variation de la densité en fonction de taux de charge traité et non traité	65
Figure.IV.4 :	Représente la Variation de la dureté en fonction de taux de charge traité et non traité	66
Figure.IV.5 :	Représente la Variation de la contrainte en fonction de déformation de la charge traitée et non traitée	67

Liste des figures

Figure.IV.6 :	Représente la Variation de la contrainte en fonction de la charge traitée et non traité	69
Figure.IV.7 :	Représente la Variation de Module de Young en fonction de la charge traitée et non traité	69
Figure.IV.8 :	Représente la Variation d'élongation à la rupture en fonction de la charge traitée et non traité	70

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Tableau :	Titre	Page
Tableau I.1:	Principales propriétés des différents types de PE	7
Tableau I.2:	Représente les propriétés mécaniques du PEHD.	10
Tableau I.3:	Représente la différence entre les fibres végétales	21
Tableau I.4:	Composition Minéral (mg/kg dry mass) de coques de noix.	23
Tableau I.5:	Représente les avantages et les inconvénients des CN.	24
Tableau I.6:	Représente les applications des coquilles de noix.	25
Tableau I.7:	Représente la classification des matériaux composites	33
Tableau I.8:	Représente les avantages des matériaux composites.	38
Tableau I.9:	Représente les inconvénients des matériaux composites.	39
Tableau II.1 :	Les différents grades du PEHD produits au niveau de CP2K.	46
Tableau II.2 :	Les utilisations du PEHD produits au niveau de CP2K.	47
Tableau III.1:	Les caractéristiques essentielles de PEHD 5502.	48
Tableau III.2:	Caractéristiques de l'hydroxyde de sodium.	49
Tableau III.3:	Compositions des différentes formulation	52

Liste des schémas

Liste des schémas

Schéma :	Titre	Page
Schéma I.1:	Classification des fibres végétales selon l'origine.	17
Schéma I.2 :	Représente les différentes familles de matrice.	29
Schéma I.3:	Classification des Renforts.	31
Schéma II.1	Découpage du complexe CP2K	42
Schéma II.2	Représente les étapes du procédés Philips.	44
Schéma II.3	Représente-le procédés Philips.	44
Schéma II.4	Description du procédés Philips.	45

Liste des abréviations

Liste des abréviations

PE :	polyéthylène
PEHD :	Le polyéthylène haute densité
PEBD :	le polyéthylène basse-densité
PEX :	Polyéthylène réticulé
PELBD :	Polyéthylène linéaire à basse densité
PERHD :	Polyéthylène réticulé à haute densité
PEMD :	Polyéthylène à moyenne densité
PETBD :	Polyéthylène à très basse densité
UV :	L'ultraviolet
CN :	Les coquilles de noix
PCN :	Poudre coquilles de noix
NaOH :	Hydroxyde de sodium
C₂H₄ :	La formule brute du polyéthylène
C₆H₁₂O₆ :	la formule brute exacte de cellulose
CP1K :	Complexe Pétrochimique 1 de SKIKDA
CP2K :	Complexe Pétrochimique 2 de SKIKDA
PF :	Procédé PHILIPS
M0 :	M0 : La formulation du PEHD 100%
M1 :	La formulation du PE chargées avec les farines de noix non traite 5%
M2 :	La formulation du PE chargées avec les farines de noix non traite 20%
M3 :	La formulation du PE chargées avec les farines de noix traitées par la Soude 5%.
M4 :	La formulation du PE chargées avec les farines de noix traitées par la Soude 20%.
ASTM:	American society for testing and materials
FITR:	La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier
MFI:	L'indice de fluidité (Melt Flow Index)
ISO:	International organization for standardization

Liste des abréviations

E :	Allongement à Rupture
Σ :	Contrainte à la Rupture
CMO :	Matrice organique
TP :	Thermoplastiques
TD :	Thermodurcissables
CMM :	Matrice métallique
CMC :	Matrice céramique
FRP :	Polymère renforcée de fibres
DSC :	Digital Signature Certificate
DRX :	Diffraction des Rayons X
ATG :	Anti-Thyroglobulin Antibody

Introduction générale

Introduction générale

Les polymères sont largement présents dans notre vie quotidienne, et l'humanité a exploité ces matériaux de manière significative dans divers aspects de la vie moderne.

Ils sont à l'heure actuelle étudiés dans de nombreux domaines comme la chimie, la biochimie, les nanotechnologies, l'électronique, la médecine, les sciences de la vie ou encore les sciences des matériaux, cela pour leurs nombreux avantages. Les polymères sont utilisés aussi dans l'industrie automobile, l'industrie agroalimentaire, la chimie fine, dans le domaine de la santé et même dans le cosmétique.

Le PEHD (polyéthylène de haute densité) est un thermoplastique dont l'usage est largement répandu en raison de ses propriétés mécaniques, chimiques et de sa facilité de transformation. Cependant, le PEHD présente certaines limitations en termes de résistance aux chocs et de rigidité, ce polymère fait partie de la famille des polyéthylènes. Il a cependant la particularité d'avoir une densité moléculaire nettement supérieure à celle du polyéthylène standard, ce qui lui confère des propriétés mécaniques uniques.

La coque de noix est connue comme un matériau naturel polyvalent utilisé dans différents domaines, tels que l'industrie alimentaire (additif, ingrédient), l'agriculture (paillis, litière), l'artisanat (objets décoratifs), les cosmétiques (huile pour soins de la peau et des cheveux) et comme source de combustible. Son utilisation variée contribue à la réduction des déchets et à l'utilisation durable des ressources

L'incorporation des renforts à base de fibres naturelles, telles que les fibres de coques de noix, offre de nouvelles perspectives pour améliorer les performances des polymères. Les fibres de coques de noix, issues généralement de l'agriculture ou de l'industrie alimentaire, sont des déchets de biomasse qui présentent des caractéristiques intéressantes, telles que leur légèreté, leur résistance mécanique et leur biocompatibilité.

Matériaux composites est une combinaison de deux ou plusieurs substances différentes sur une échelle combinatoire : le renfort et la matrice. **Le renfort** est généralement une fibre, qu'elle soit d'origine végétale, animale ou minérale, il est un matériau permettant d'améliorer les propriétés de la matrice dans le but d'assurer des meilleures propriétés du matériau composite à élaborer tandis

Introduction générale

que **la matrice** est un polymère homo ou poly (**Co**), qui agit comme une substance de liaison est facilement déformable et assure la protection chimique des fibres.

Dans un matériau composite, les fibres de renfort sont dispersées de manière homogène dans la matrice polymère, formant une structure renforcée. Les fibres apportent la résistance mécanique, la rigidité et la résistance à la traction, tandis que la matrice assure la cohésion entre les fibres et transfère les charges à travers la structure

L'importance de ces matériaux ont fait l'objet de plusieurs recherches surtout ces dernières années, en se focalisant sur les fibres naturelles comme renforts pour leur abondance, leur disponibilité et qu'elles sont facilement accessibles. Ces fibres proviennent de ressources renouvelables, ce qui en fait des choix écologiquement préférables, et faire face aux défis économiques et environnementaux de ces matériaux. Ainsi, ces fibres végétales offrent de nombreux avantages en raison de leurs propriétés spécifiques. De plus, ces fibres présentent des propriétés mécaniques importantes telles que la résistance et la légèreté, ce qui permet de réduire le poids des composites. Elles sont également économiquement avantageuses, étant moins coûteuses que d'autres types de renforts. Les fibres végétales se distinguent par leur caractère non abrasif, offrant une manipulation aisée. Elles sont non toxiques, contrairement aux fibres de verre.

L'utilisation des fibres naturelles végétaux ou autres sont en développement pour améliorer les propriétés des composites. Qui peuvent être irritantes et dangereuses pour la santé. De plus, leur utilisation nécessite moins d'énergie lors des processus de fabrication, contribuant ainsi à une empreinte environnementale réduite. Enfin, elles sont biodégradables, ce qui les rend respectueuses de l'environnement. Ces avantages font des renforts végétaux des choix attrayants pour le développement de composites durables et économique.

Cette tendance a conduit à élaborer des nouveaux matériaux, et donc La recherche dans ce domaine a connu une dynamique croissante, ce qui a conduit à l'émergence de plusieurs produits sur le marché. Des produits tels que des biais, des palettes, des fenêtres, et bien d'autres, qui ont commencé à être disponibles, témoignant ainsi des avancées réalisées dans l'utilisation de renforts végétaux dans les composites.

Introduction générale

L'objectif de ce travail est d'élaborer et de caractériser un nouveau matériau composite à base de polyéthylène haute densité (PEHD) renforcé par un renfort microscopique (fibre végétale) fibres de Coques de noix (CN). Tout en évaluant les propriétés et les performances résultantes. Pour ce faire, différentes méthodes de préparation et de caractérisation seront utilisées, notamment l'analyse des propriétés mécaniques, thermiques et morphologiques du matériau composite obtenu. Les fibres de Coques de Noix sont traitées par Hydroxyde de Sodium (NAOH) Après élaboration, les composites (PEHD/CN) sont caractérisés par des tests aux laboratoires de Sétif à savoir infra rouge et les tests d'indice de fluidité, dureté, et ...

Pour une étude détaillée et approfondie, notre travail est divisé en quatre chapitres :

- Le premier est une étude bibliographique destinée à décrire les matériaux composites et leurs constituants (matrice, renforts...), des informations sur le PEHD et la fibre de coque de noix
- Le deuxième chapitre décrira le lieu du stage et exposera l'ensemble des techniques d'élaboration des matériaux ainsi que les méthodes de caractérisation mécaniques, physiques et chimique à savoir, Traction, la dureté Shore D, l'indice de fluidité (MFI), la densité, Les techniques de L'infrarouge.
- Le Troisième chapitre, la partie expérimentale qui présente les matériaux utilisés, un protocole expérimental pour la modification chimique de la charge et les processus de mise en œuvre pour l'élaboration des composites à base de polyéthylène / farine de coquilles de noix. En plus des les différentes techniques utilisées pour la caractérisation de ces matériaux.
- Le dernier chapitre sera consacré à la présentation et discussion de nos résultats obtenus.
- La conclusion générale résume l'étude réalisé sur le composite élaboré et les données adoptées.

Chapite I:

« Etat de l'art »

Partie 1 : Généralités sur le polyéthylène haute densité PEHD

I.1.1. Historique du polyéthylène

L'histoire et le développement du polyéthylène (**PE**) sont assez récents. A partir des expériences développées au début des années **30** par la "**IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES**" (Angleterre), a été obtenue une substance blanche et pâle résultant de l'essai de faire réagir de l'éthylène à haute pression. Cette substance fut identifiée comme de l'éthylène polymérisé. Ce polyéthylène est couramment appelé polyéthylène à basse densité et il est produit à haute pression (**1000 à 3000 kg/cm²**). La commercialisation de la production du polyéthylène commença en Angleterre en **1938**. Les essais réalisés sur le polyéthylène révélèrent d'excellentes propriétés diélectriques et de haute résistance. Concrètement, sa résistance à l'eau en fait un parfait isolant pour les câbles sous-marins. Pendant la deuxième guerre mondiale, la majeure partie du polyéthylène fut utilisée pour isoler les câbles dans les installations radar. La conséquence en fut une faible demande du marché extérieur. L'essor des produits emballés dans des bouteilles a fait du polyéthylène un ingrédient habituel de la vie courante. Le polyéthylène à basse densité, est utilisé sous forme de films et plaques, revêtements de papier, revêtements pour câbles et produits moulés par injection. La majeure partie est utilisée sous forme de films, ce qui représente **30 %** des ventes. Pendant les années **50**, de nouvelles techniques ont été développées pour la production de polyéthylène avec différents catalyseurs et conditions d'opération, particulièrement à basse pression au lieu de haute pression. Les systèmes développés furent :

- a) Le procédé de PHILLIPS qui utilise un catalyseur d'oxyde de chrome sur alumine de silice [1].
 - b) Le procédé ZIEGLER qui emploie un catalyseur de métal alkyl aluminium. [1].
- **1951** : apparaissent les premiers brevets sur le **PE** linéaire de haute densité, le 28 avril, dépôt par la société Standard Oil avec un catalyseur à base d'oxyde de molybdène, et le 2 août, dépôt par la société DUPONT [1].
 - **1953** : brevet PHILLIPS (catalyseur à oxyde de chrome) et brevet ZIEGLER (catalyseur Ziegler- Natta) [1].
 - **1955** : production industrielle de PE haute densité par catalyse Ziegler.
 - **1956** : production industrielle par PHILLIPS [1].

I.1.2. Le polyéthylène

Les polyéthylènes sont des macromolécules ou polymères, qui font partie de la famille des polyoléfines et issus de la polymérisation de l'éthylène gazeux. Ils ont des propriétés qui leur confèrent une thermo plasticité et une malléabilité à chaud réversible puisqu'ils font partie des thermoplastiques. Selon les modes de polymérisation, ils sont de natures différentes. [2]

Le polyéthylène est un hydrocarbure dont les molécules sont composées de chaînes d'atomes de carbone saturées par des atomes d'hydrogène. Le procédé de pression primitive donne un polyéthylène avec des chaînes ramifiées, tandis que le procédé basse pression produit des polyéthylènes avec des chaînes peu ramifiées, c'est-à-dire une structure essentiellement linéaire. Le degré de ramification des molécules affecte leur compacité. Les chaînes ramifiées ne permettent pas d'atteindre la même densité que les chaînes non ramifiées. Par conséquent, le polyéthylène ramifié a une densité faible ou moyenne, tandis que le polyéthylène linéaire présente une densité élevée [3].

- **Structure du polyéthylène**

Le polyéthylène est un matériau thermoplastique obtenu par polymérisation de l'éthylène (C₂H₄) menant à des macromolécules composées par la répétition du motif -(CH₂)

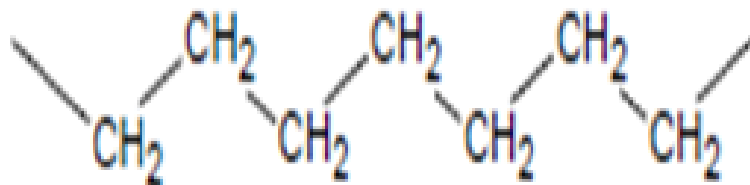


Figure I.1: Schéma semi-développé illustrant la structure macromoléculaire du polyéthylène.

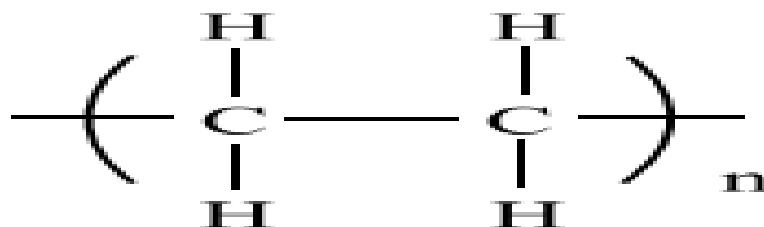


Figure I.2: Schéma représentatif du motif du polyéthylène.

Ces types de polyéthylène diffèrent par leur densité, leur structure moléculaire et leurs propriétés, ce qui leur confère des applications spécifiques dans différents domaines industriels. [4].

Tableau I.1 : Principales propriétés des différents types de PE [5].

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

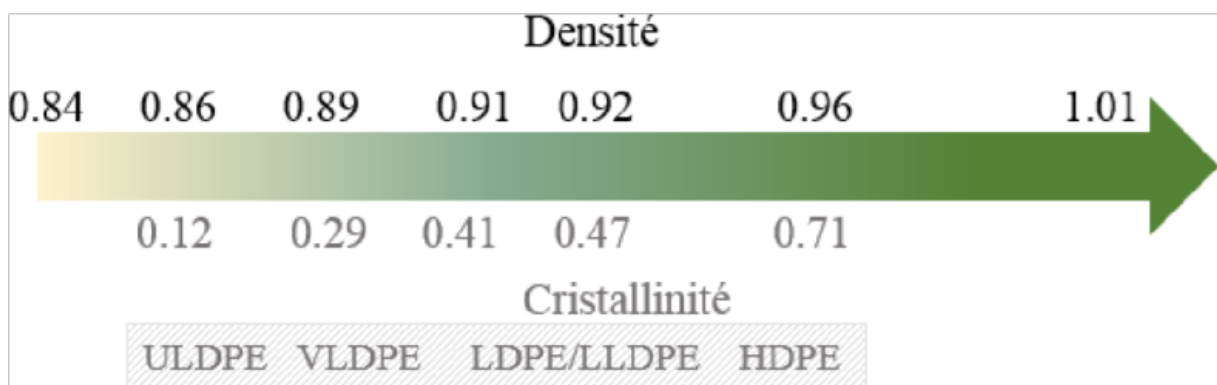


Figure I.4: Echelle de variation de la cristallinité et de la densité du PE [6].

I.1.3. Le polyéthylène haute densité

Le PEHD est un polymère thermoplastique couramment utilisé dans la fabrication de produits en plastique tels que des bouteilles, des conteneurs, des canalisations, des tuyaux, des films, etc Il existe deux types de polyéthylène haute densité granulés (Figure I.5) et poudre (Figure I.6).

Il se caractérise par une densité plus élevée que le polyéthylène de basse densité (**PEBD**), ce qui le rend plus rigide et résistant à la traction, à la rupture et à l'impact.

Ce dernier est également résistant à la corrosion chimique et aux solvants, ce qui en fait un matériau de choix pour les applications nécessitant cette résistance. Il est également facile à souder et à fabriquer, ce qui en fait un choix populaire pour les projets de fabrication de plastique [7].



Figure I.5 : Représente le PEHD granulés.



Figure I.6 : Représente le PEHD poudres.

I.1.4. Méthode de synthèse de polyéthylène haute densité

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

I. Préparation des matières premières : L'éthylène est produit à partir de matières premières telles que le pétrole brut ou le gaz naturel. Il est ensuite purifié pour éliminer les impuretés [7].

II. Polymérisation : L'éthylène est introduit dans un réacteur à haute pression avec un catalyseur, généralement du zirconium, du titane ou du nickel, qui permet de déclencher la réaction de polymérisation. La réaction a lieu à une température d'environ **200 à 300°C** et à une pression d'environ **1000 à 3000 bars**. Le catalyseur active les liaisons entre les molécules d'éthylène, ce qui conduit à la formation de longues chaînes de polymères [7].

III. Extrusion et moulage : Le polymère fondu est extrudé à travers une filière, qui lui donne sa forme finale, telle que des granules ou des tubes. Le produit peut ensuite être moulé à l'aide de techniques telles que le moulage par injection, le moulage par soufflage, ou le moulage par compression. [7]

IV. Traitement : Le PEHD peut subir divers traitements, tels que le traitement thermique, le traitement chimique, le traitement de surface, ou le traitement de renforcement, pour améliorer ses propriétés mécaniques et physiques [7].

Le processus de synthèse du PEHD est généralement effectué à grande échelle dans des installations industrielles. Il est important de noter que les conditions de polymérisation, les catalyseurs et les techniques de traitement peuvent varier en fonction des applications finales du PEHD [7].

I.1.5. Structure chimique du polyéthylène haute densité

Le PEHD est un polymère thermoplastique linéaire constitué de monomères d'éthylène. Sa structure chimique (**Figure I.7**) se compose de longues chaînes moléculaires linéaires, où les atomes de carbone sont reliés par des liaisons simples. Les atomes de carbone sont également liés à des atomes d'hydrogène, d'où le nom de polyéthylène.

La formule brute du polyéthylène est $(C_2H_4)_n$, où "n" représente le nombre de monomères d'éthylène qui sont polymérisés ensemble pour former la chaîne moléculaire. Les molécules de PEHD peuvent contenir plusieurs milliers d'unités de répétition [7].

Ce dernier a une structure régulière et cristalline, ce qui lui confère une bonne résistance à la traction et à la rupture. Les chaînes moléculaires sont maintenues ensemble par des forces de Van der Waals, qui sont plus faibles que les liaisons covalentes, ce qui le rend souple et malléable. Sa densité plus élevée par rapport au polyéthylène de basse densité (PEBD) est due à une structure plus compacte avec une plus grande quantité de matière dans un volume donné.

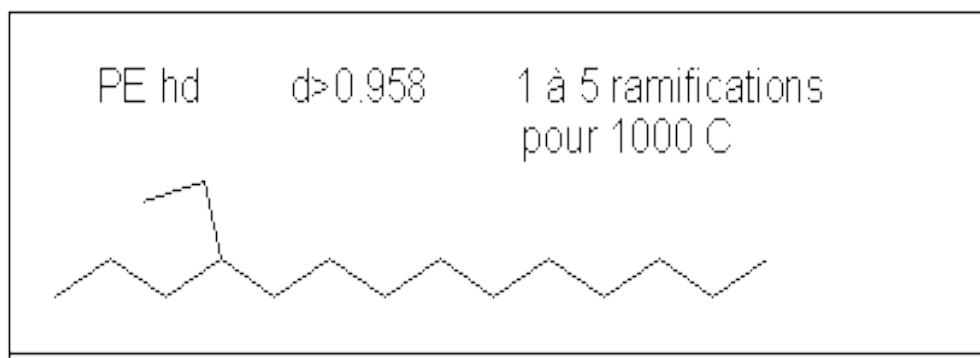


Figure I.7 : Représente la structure chimique du PEHD.

I.1.6. Propriétés du polyéthylène haute densité

I.1.6.1. Propriétés physiques

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

I.1.6.2. Propriétés chimiques

Le PEHD possède une très bonne stabilité chimique :

- a) Inattaquable par les acides (sauf les oxydants), par les solutions de sels.
- b) Résistants aux solvants organiques au-dessus de **80°C**.
- c) Pratiquement insoluble, à des températures inférieures à **60 °C**.
- d) Sensible à la fissuration sous contrainte en présence de savon, alcools, détergents.
- e) Il refroidi lentement et plus cristallin et moins perméable aux solvants. [8]

I.1.6.3. Propriétés thermiques

En l'absence de contrainte, le polyéthylène haut densité peut supporter une température de **110 à 120°C** (stérilisation par exemple). Ce comportement est caractérisé par la température de ramollissement **Vicat (1kg)** ou par la température de fléchissement sous charge qui **augmente** avec le taux de cristallinité ou le niveau de réticulation. [8]

I.1.6.4. Propriétés mécaniques

A **23°C**, les matériaux semi-cristallins sont au-dessus de leur température de transition vitreuse (**environ – 120°C**) ; leur phase amorphe est caoutchouteuse, ce qui affecte leurs propriétés mécaniques (**Tableau I.2**). [8]

Tableau I.2 : Représente les **propriétés** mécaniques du PEHD. [8]

Propriétés	Unités	PEHD
Masse volumique	g/ cm ³	0,945 – 0,970
Contrainte au seuil d'écoulement (traction)	MPa	26-34
Contrainte à la rupture	MPa	26-40
Allongement rupture	%	20-1000
Module d'élasticité (traction)	MPa	80-1300
Dureté de shore D	/	63-67

I.1.7. Les avantages et les inconvénients du polyéthylène haute densité

I.1.7.1. Les avantages du polyéthylène haute densité

- Un matériau solide et léger qui résiste bien aux chocs et à la déformation. Il est également recyclable, ce qui signifie qu'il peut être réutilisé pour fabriquer de nouveaux produits en plastique. Enfin, il est compatible avec de nombreux additifs et colorants, ce qui permet une grande variété de designs et d'applications.

- C'est un matériau très résistant qui peut être recyclé facilement. Il est également imperméable à l'eau, résistant aux **UV** et peut supporter des températures élevées.
- En raison de sa durabilité et de sa résistance aux produits chimiques, le PEHD est souvent utilisé dans les industries pharmaceutiques et alimentaires pour stocker des produits qui nécessitent un haut niveau de sécurité et de propreté. [9]

I.1.7.2. Les inconvénients du polyéthylène haute densité

Ce produit présente des problèmes comme :

- le collage difficile.
- la mauvaise tenue à la chaleur.
- la sensibilité à la fissure sous contrainte,
- la sensibilité aux **UV** en présence d'oxygène.

A cela s'accompagne la perte du caractère perméable des PE aux hydrocarbures, à l'air et à l'eau. Dû au caractère très inflammable du polyéthylène, il y a aussi un risque d'explosion, risques de réactions de décomposition (coke, méthane, dihydrogène.) et risques de fuites. Dans un réacteur tubulaire, il faut faire réagir l'éthylène sous une charge d'au moins **1000 bars** (soit **1000 fois** la charge atmosphérique), dans la plupart des cas, tout en conservant la réaction dans une propriété stable de climat par transmission à contre-courant d'eau.

Donc, les mesures correctives concernent avant tout l'utilisation des killers (**CO, CO2...**) afin de combattre les réactions de décomposition. Il faut aussi avoir un équipement de propulseur de soupapes et des joints d'explosion (**PEHD**), et enfin construire un réacteur dans une enceinte en béton pour le **PEBD**. [9]

I.1.8. Les méthodes de transformation du polyéthylène haute densité

Le PEHD peut être transformé en différentes formes et produits finis en utilisant différentes méthodes de transformation. Voici quelques-unes des méthodes de sa transformation courante

I.1.8.1. Extrusion

Le PEHD est souvent extrudé sous forme de tubes, de feuilles, ou de profilés à l'aide d'une extrudeuse. Le matériau est chauffé et fondu avant d'être poussé à travers une filière pour obtenir la forme souhaitée « **Figure I.8** ».

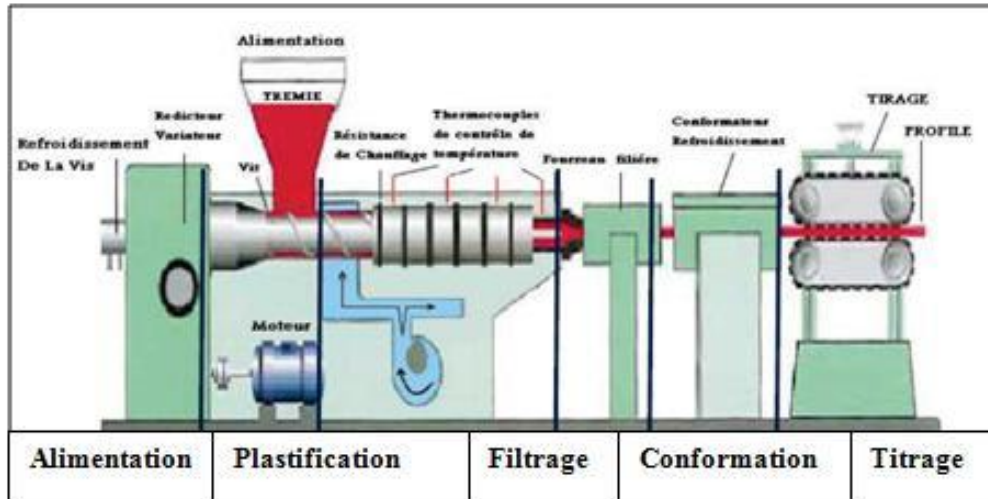


Figure I.8: Représente la machine d'extrusion.

I.1.8.2. Moulage par injection

Cette méthode est utilisée pour produire des pièces de forme complexe, telles que des pièces de voiture, des bouchons de bouteilles, des boîtiers électriques, etc. Le PEHD est fondu dans une visseuse injection qui injecte le matériau fondu dans un moule à haute pression.

Après, refroidissement, la pièce est éjectée du moule « Figure I.9 ».

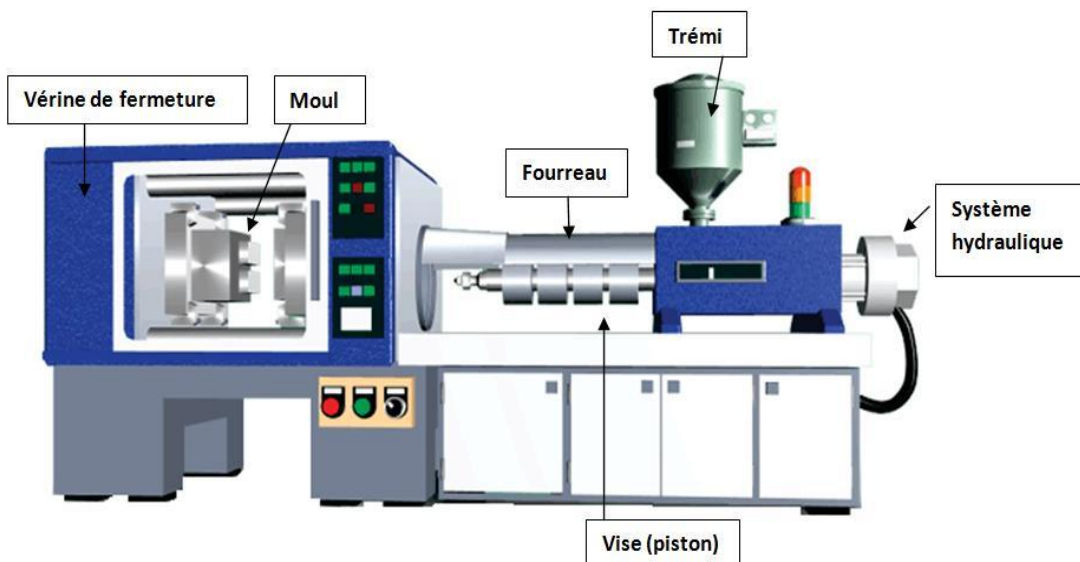


Figure I.9 : Représente la machine d'injection.

I.1.8.3. Soufflage

Le soufflage est utilisé pour produire des bouteilles, des conteneurs et des réservoirs. Le matériau fondu est soufflé dans un moule creux à l'aide d'air comprimé. Le moule est ensuite refroidi pour solidifier la pièce « **Figure I.10** ».

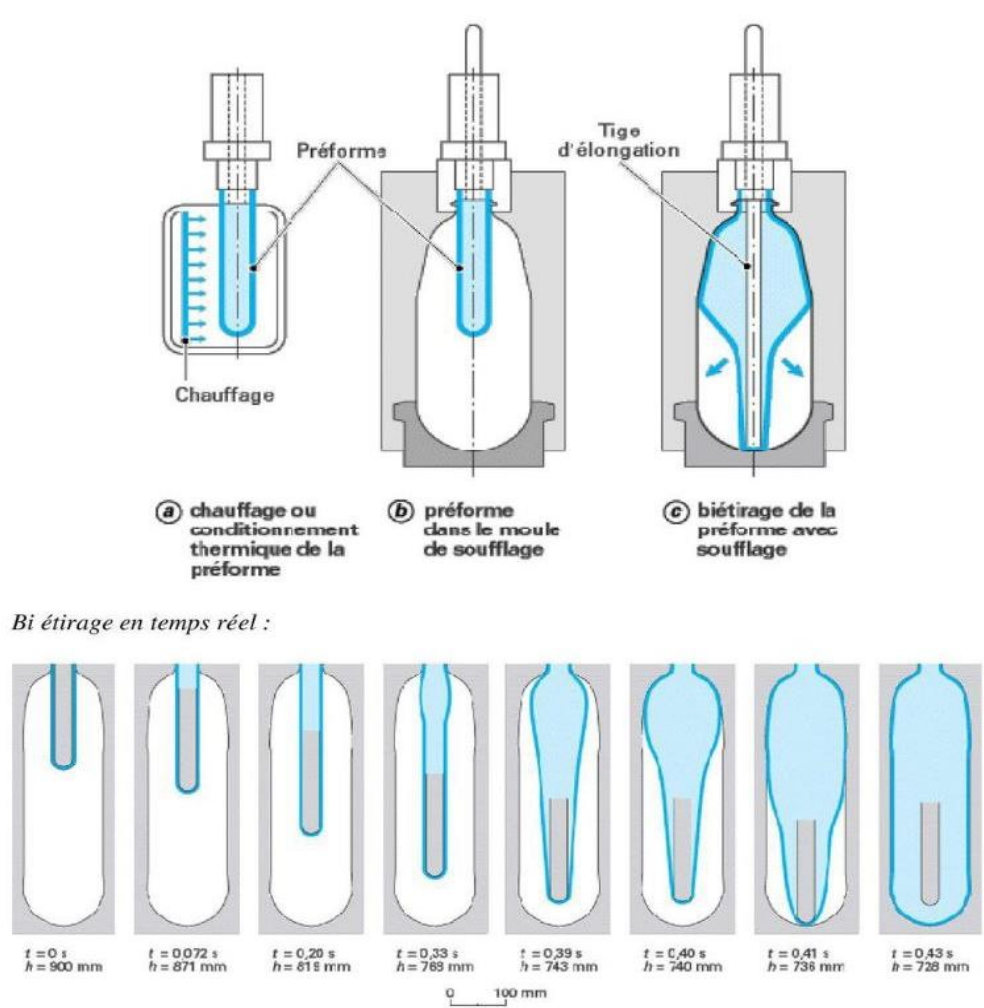


Figure I.10: Représente le principe du soufflage.

I.1.8.4. Moulage par compression

Cette méthode est utilisée pour produire des pièces en grande quantité, telles que des boîtiers de télévision, des pièces de moteurs, etc. Le PEHD est placé dans un moule et est chauffé pour le faire fondre. Ensuite, le moule est fermé et le matériau fondu est comprimé sous haute pression pour prendre la forme du moule « **Figure I.11** ».

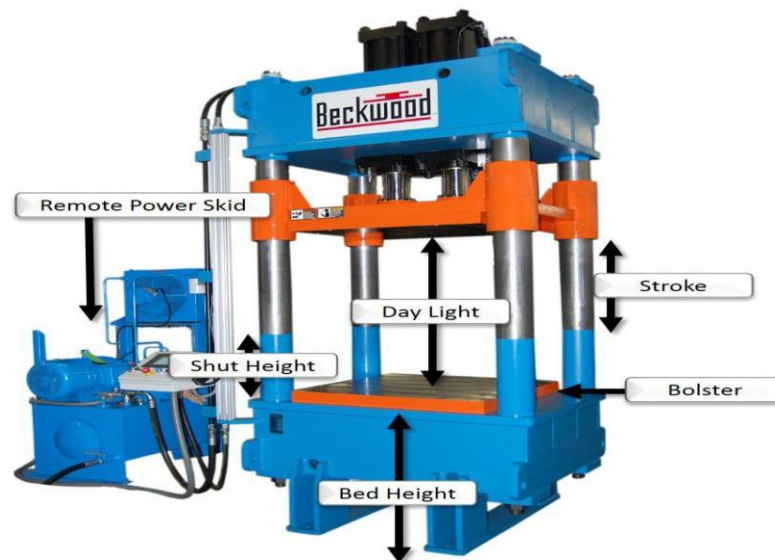


Figure I.11: Représente la machine de la thermocompression.

I.1.8.5. Soudage

Le PEHD peut être soudé à l'aide d'une variété de techniques, telles que la soudure bout à bout, la soudure à chaud par air chaud, la soudure à froid par ultrasons, etc. Ces techniques sont utilisées pour assembler des pièces de PEHD, telles que des tubes, des tuyaux, des réservoirs, des boîtiers, etc.

Ces méthodes de transformation permettent d'obtenir des produits finis en PEHD pour une grande variété d'applications, tels que l'emballage, la fabrication de pièces automobiles, l'industrie électronique etc. [10]

I.1.9. Les applications du Le Polyéthylène Haute Densité

Le Polyéthylène Haute Densité est un type de plastique couramment utilisé dans de nombreuses applications en raison de ses propriétés remarquables. Voici quelques-unes des applications :

- 1. Emballage alimentaire :** Le PEHD est souvent utilisé pour les emballages de produits alimentaires en raison de ses propriétés de barrière et de résistance chimique. Il est couramment utilisé pour les bouteilles de lait, les bouteilles de jus et les récipients pour les aliments préparés.
- 2. Tuyaux :** Ils sont largement utilisés dans les systèmes de distribution d'eau potable, d'assainissement et de gaz naturel. Les tuyaux en PEHD sont résistants à la corrosion, légère et facile à installer.
- 3. Bacs de stockage :** Sont couramment utilisés dans l'industrie alimentaire et pharmaceutique pour stocker et transporter des produits en vrac. Ils sont légers, résistants aux chocs et aux rayures, et faciles à nettoyer.

4. Palettes : Les palettes en polyéthylène haute densité sont souvent utilisées pour le stockage et la manipulation des marchandises. Elles sont légères, résistantes aux chocs et aux intempéries, et durables.

5. Jouets pour enfants : Les jouets sont sûrs pour les enfants car ils ne contiennent pas de produits chimiques nocifs et sont résistants aux chocs.

6. Applications médicales : Le PEHD est utilisé pour fabriquer des seringues, des cathéters et d'autres dispositifs médicaux. Il est résistant au produit chimique, stérilisable et sûr pour une utilisation dans le corps humain.

7. Film étirable : pour l'emballage des aliments et des produits industriels. Il est résistant aux déchirures et facile à étirer, ce qui le rend idéal pour la protection des produits en transit. [11]

Partie 2 : Généralités sur les fibres végétales (coquille de noix)

I.2.1. Généralités sur les fibres végétales

Une fibre est un objet allongé ayant un rapport longueur/diamètre (L/D) supérieur à un. Le terme "fibre" est utilisé de différentes manières, mais on peut considérer les fibres naturelles comme des matériaux fibreux qui sont extraits de l'environnement. [12]

La majorité des études se concentrent sur les fibres végétales, en particulier sur les fibres libériennes. Ce choix est motivé par leurs bonnes propriétés mécaniques et la facilité de séparation des fibres de la plante. Dans notre domaine d'étude, nous nous intéressons plus spécifiquement aux fibres issues des noyaux de dattes, qui présentent une grande variabilité de leurs propriétés mécaniques en raison de facteurs tels que l'âge, les conditions de croissance géographique et climatique, les méthodes de récolte et les techniques de purification. Cette variabilité peut poser des inconvénients pour certaines applications industrielles. Un autre inconvénient potentiel des fibres végétales est leur tendance à absorber l'eau, avec une teneur en humidité comprise entre 5 et 10% en poids, en raison de la présence d'hydroxyle dans la cellulose. Cependant, en raison de leur disponibilité en grande quantité à un prix abordable, de leurs bonnes propriétés mécaniques et de plusieurs protocoles de traitement bien évalués, les fibres végétales peuvent être appliquées avec succès dans les matériaux composites polymériques [12].

- **La fibre végétale**

Les fibres végétales sont des structures fibreuses d'origine biologique, principalement composées de cellulose, d'hémicellulose, de lignine et de pectine. Elles contiennent également de petites quantités de matières extractibles, de protéines et de certains composés inorganiques. Les proportions de ces composants varient considérablement en fonction du type de fibres végétales (comme le jute, le bois, le sisal, le knaf, etc.) et de leur âge [12].

Les fibres végétales peuvent être divisées selon :

A). L'origine

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

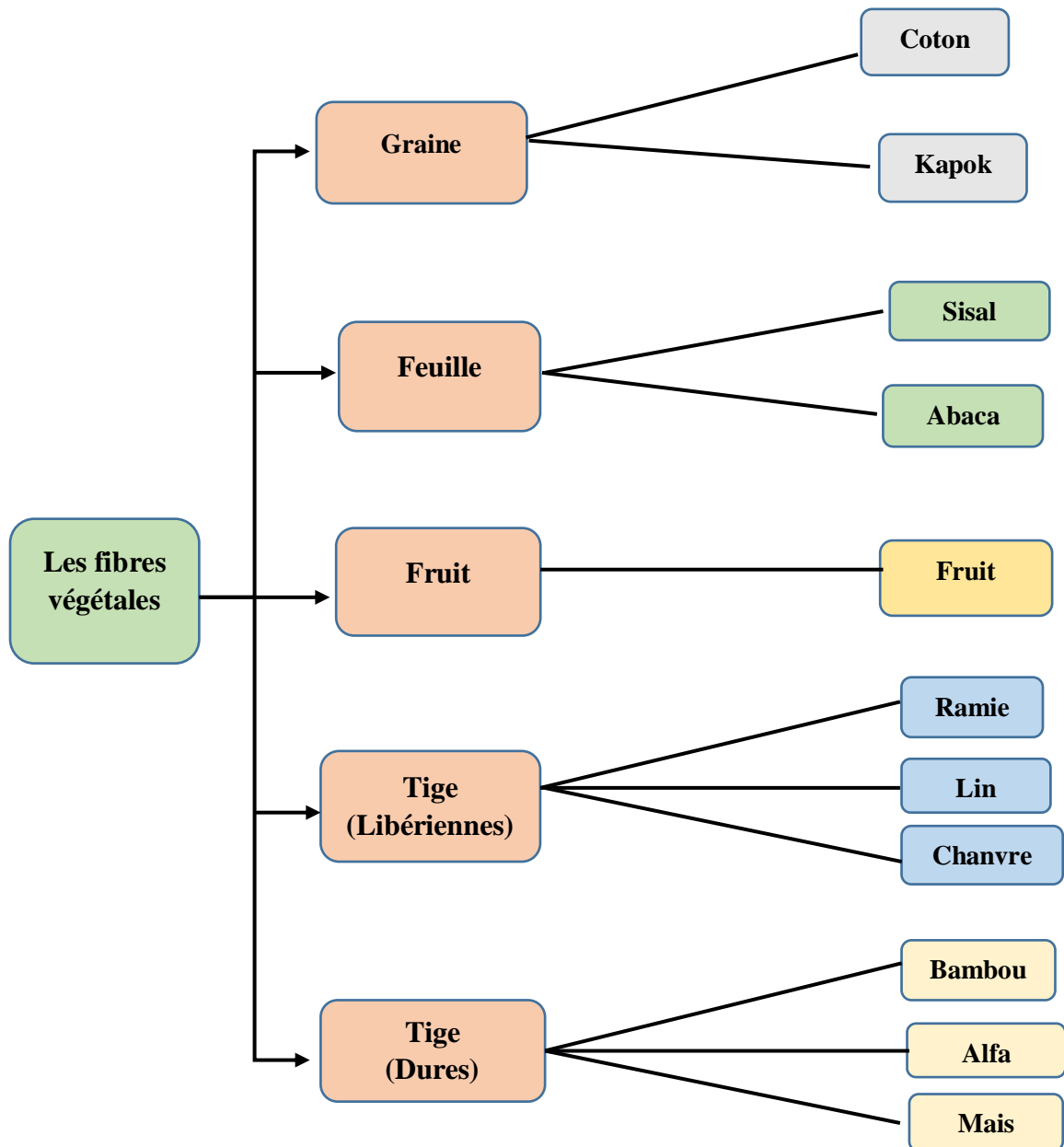


Schéma I.1 : Classification des fibres végétales selon l'origine.

B). La longueur

Les fibres courtes : également appelées fibres de remplissage, sont courtes et fines et sont présentes dans les tissus végétaux comme le parenchyme. Elles ont des propriétés absorbantes et peuvent être utilisées pour produire des matériaux de remplissage tels que le papier, le carton et les produits isolants.

Les fibres longues : également appelées fibres de renforcement, sont plus longues et plus épaisses que les fibres courtes. Elles sont présentes dans des parties spécifiques de la plante, telles que les tiges et les feuilles, et fournissent une résistance mécanique accrue. Les fibres longues sont souvent utilisées dans la production de matériaux composites, tels que les panneaux de fibres de bois (**Figure I.12**), les renforts en plastique et les matériaux de construction.

Certaines plantes sont particulièrement riches en fibres, comme le coton, le lin, le chanvre (**Figure I.13**) et le sisal. Ces plantes sont cultivées spécifiquement pour leurs fibres et sont utilisées dans la production de vêtements, de tissus d'ameublement et d'autres produits textiles. Les fibres végétales sont également utilisées dans l'alimentation humaine et animale, en particulier sous forme de cellulose, qui est une source de fibres alimentaires importantes.



Figure I.12: Représente des fibres de chanvre.



Figure I.13: Représente des fibres de bois.

C). La composition chimique

La composition chimique des fibres végétales varie selon les espèces végétales et les parties de la plante d'où elles sont extraites. Cependant, la plupart des fibres végétales sont principalement composées de cellulose, les hémicelluloses et la lignine. D'autres produits comme les protéines, les pectines, l'amidon et des sels inorganiques sont présents en quantités plus faibles.

• Cellulose

Les chaînes de cellulose sont organisées sous forme de microfibrilles qui constituent l'armature de la paroi et présentent une très grande résistance aux tensions [13]. Selon Willtatter et Zechmeister (1913) la formule brute exacte de cette macromolécule est $(C_6H_{12}O_6)$ (**Schéma I.2**). Elle est composée des unités de D-anhydrocopyranos reliées entre elle par des liaisons β 1,4. L'unité répétitive est le Cellobiose (deux glucoses réunis). Ces unités élémentaires s'associent par paquet pour former les micros-fibrilles [14].

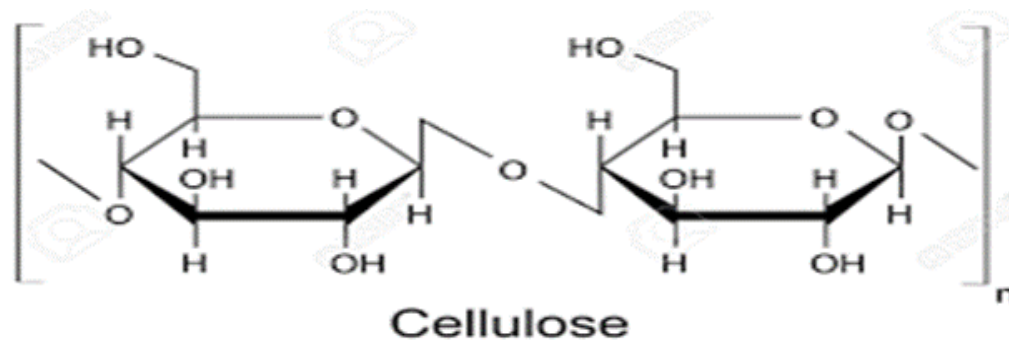


Figure I.14: Schéma illustrant les molécules de cellulose, avec ses liaisons hydrogène.

- **Hémicellulose**

L'hémicellulose est très hydrophile, soluble en milieu alcalin, et facilement hydrolysable dans les acides. Contrairement à la cellulose, les constituants de l'hémicellulose diffèrent d'une plante à l'autre [15]. Ils se présentent en chaînes courtes et hautement ramifiées (**Figure I.15**). Le degré de polymérisation dans ce polymère est de **20 à 300** fois plus faible que dans la cellulose (Thygesen, 2006).

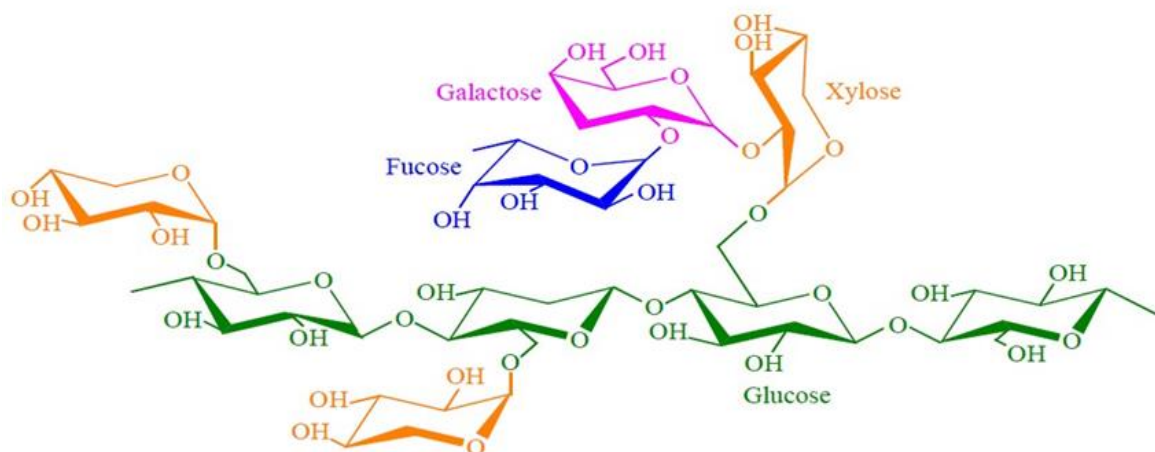


Figure I.15: Représente la structure des chaînes des hémicelluloses.

- **Lignine**

La lignine ou les lignines sont des polymères tridimensionnels provenant de la polymérisation radicalaire de trois alcools phénylpropénoïques (l'alcool coumarylique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique), dont la structure dépend également de l'espèce végétale [16]. La structure complexe de la lignine comprenant de nombreuses fonctions phénoliques, hydroxyles

et éthers explique sa grande réactivité (**Figure I.16**). Cependant leur accessibilité est limitée par la conformation tridimensionnelle de réseau moléculaire [17,18].

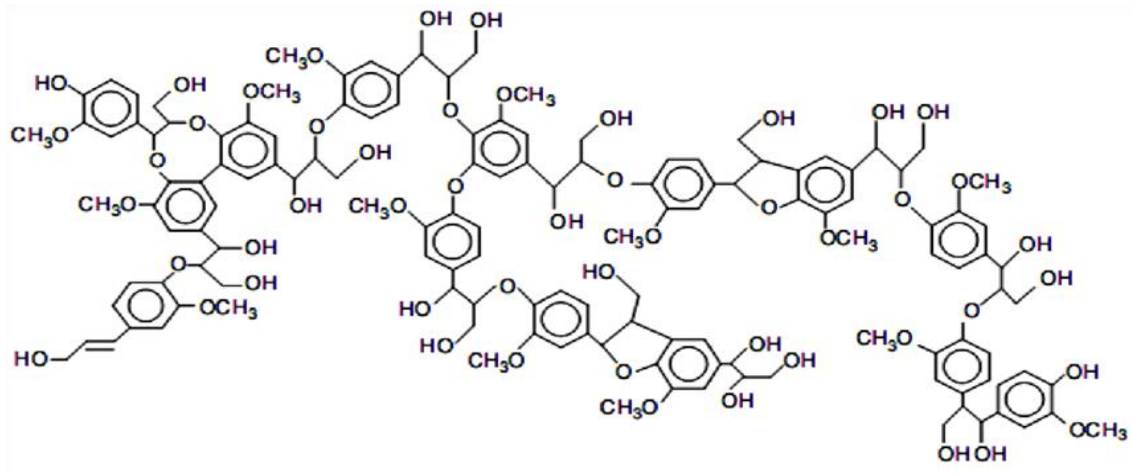


Figure I.16: Exemple de structure chimique de lignine.

C). La nature

Les fibres végétales peuvent être classées en deux catégories principales :

- **Les fibres solubles :**

Elles se dissolvent partiellement dans l'eau, formant un gel visqueux. Elles sont principalement présentes dans les fruits, les légumes, les graines et les légumineuses. [18]

- **Les fibres insolubles :**

Elles ne se dissolvent pas dans l'eau et conservent leur structure intacte tout au long du processus de digestion. Elles se trouvent principalement dans les céréales complètes, les légumes verts et les enveloppes des graines [18].

I.2.2. Comparaison des fibres végétales

Voici quelques exemples sur la différence entre les fibres végétales « **Tableau I.3** » :

Tableau I.3 : Représente la différence entre les fibres végétales [19].

Fibres courtes vs fibres longues	<p>-Les fibres courtes ont une longueur inférieure à 1 mm, tandis que les fibres longues peuvent atteindre plusieurs centimètres. Ils sont utilisés pour produire des matériaux de remplissage (le papier et les produits isolants)</p> <p>-Les fibres longues sont plus résistantes et sont souvent utilisées pour renforcer les matériaux composites.</p>
Fibres textiles vs fibres non textiles	<p>-Les fibres textiles sont utilisées dans la production de vêtements, de tissus d'ameublement et d'autres produits textiles.</p> <p>-les fibres non textiles sont utilisées dans des domaines tels que la construction, la papeterie et la production d'aliments.</p>
Fibres naturelles vs fibres synthétiques	<p>-Les fibres naturelles sont produites par des plantes, des animaux ou des minéraux, (coton, le lin et le chanvre)</p> <p>-les fibres synthétiques sont produites par l'homme à partir de produits chimiques (le polyester et le nylon).</p>
Fibres comestibles vs fibres non comestibles	<p>-Les fibres comestibles sont des fibres alimentaires que l'on trouve dans les aliments tels que les fruits, les légumes et les céréales.</p> <p>-Les fibres non comestibles sont des fibres utilisées dans des domaines tels que la construction et la papeterie.</p>

I.2.3. Caractéristiques physico-mécanique des fibres végétales

La présence de variations dans les proportions des composants chimiques des fibres végétales entraîne une diversité des propriétés physico-mécaniques de ces fibres. Plusieurs études ont démontré que les fibres végétales présentent une variabilité mécanique, même au sein d'une même espèce. Cette variation de propriétés constitue l'un des inconvénients des fibres végétales par rapport aux fibres synthétiques. Les conditions de croissance, telles que l'habitat, le climat et l'âge de la plante, influencent les propriétés mécaniques et la structure des fibres végétales. Les caractéristiques physiques d'une fibre végétale comprennent généralement son diamètre, sa porosité, sa densité, sa teneur en eau et son taux d'absorption d'eau. Sur le plan mécanique, elle est caractérisée par sa résistance à la traction, sa résistance à la rupture et son module d'élasticité [20].

Lorsqu'on effectue un essai de traction sur une fibre végétale, plusieurs paramètres influencent la courbe de contrainte/déformation : La nature de la fibre, La largeur de la fibre sollicitée, Le pourcentage d'eau absorbée par la fibre et Le diamètre de la fibre [21].

I.2.4. Historique et Généralités sur les coquilles de noix

Les coquilles de noix (CN) (**Figure I.17**) sont des ingrédients polyvalents d'une couleur marron clair harmonieuse et avec un parfum neutre [22]. Ils ont été utilisés comme matériau décoratif depuis l'Antiquité, notamment en Égypte et en Grèce. Les Romains ont également utilisé les coquilles de noix pour la décoration.

Au moyen Âge, les coquilles de noix (CN) étaient souvent utilisées pour la fabrication d'objets religieux, tels que des reliquaires. Au fil du temps, les coquilles de noix sont devenues un matériau populaire pour la création d'objets d'art et d'artisanat, tels que des boîtes à bijoux et des figurines [23].



Figure I.17 : Représente des coquilles de noix.

I.2.5. Structure chimique de coquilles de noix

Les coquilles de noix sont principalement composées de cellulose, de lignine et d'hémicellulose (**Figure I.18**). La cellulose est un polymère de glucose et constitue environ **40 à 50%** de la composition de la coquille de noix. La lignine est un polymère complexe qui donne de la rigidité à la coquille, elle représente environ **20 à 30%** de sa composition. L'hémicellulose est également un polymère de glucose mais plus court et moins rigide que la cellulose, elle constitue environ **20%** de la composition de la coquille de noix [19].

En plus de ces polymères, la coquille de noix contient également des quantités significatives de protéines, de lipides et de minéraux tels que le **calcium**, le **magnésium** et le **potassium** (**Tableau I.4**). Ces composants peuvent varier en fonction de la variété de noix et des conditions de croissance.

En résumé, la structure chimique de la coquille de noix est principalement constituée de polymères de glucose (cellulose et hémicellulose) et de lignine, ainsi que de protéines, de lipides et de minéraux [19].



Figure I.18: Représente la composition chimique de CN [24]

Tableau I.4 : Composition Minéral (mg/kg dry mass) de coques de noix. [05]

Na	K	Ca	Mg	P	S	Fe	Cu	Zn	Mn	B
554.5	5202.4	9080.8	1283	691.4	790.5	3094.8	6.2	18.1	110.9	29.7

I.2.6. Les propriétés des coquilles de noix

Les coquilles de noix possèdent plusieurs propriétés intéressantes en raison de leur composition chimique complexe. Voici quelques-unes des propriétés les plus notables des coquilles de noix

I.2.6.1. Rigidité et résistance mécanique

La coquille de noix est très rigide et résistante, grâce à la présence de la lignine et de la cellulose dans sa structure.

I.2.6.2. Propriétés antibactériennes

Les coquilles de noix contiennent des composés phénoliques et des tanins qui peuvent avoir des propriétés antibactériennes.

I.2.6.3. Potentiel antioxydant

Les coquilles de noix contiennent également des antioxydants naturels tels que la vitamine E et les caroténoïdes, qui peuvent aider à prévenir les dommages causés par les radicaux libres.

I.2.6.4. Capacité d'adsorption

Les coquilles de noix peuvent être utilisées comme adsorbant naturel pour éliminer les métaux lourds, les colorants, les pesticides et autres contaminants de l'eau et des sols.

I.2.6.5. Utilisation comme combustible

Les coquilles de noix peuvent également être utilisées comme source de combustible renouvelable pour produire de l'énergie thermique.

I.2.6.6. Utilisation dans les produits cosmétiques

Les coquilles de noix moulues peuvent être utilisées comme exfoliant doux dans les produits cosmétiques tels que les gommages pour le visage et le corps.

Ces propriétés variées rendent les coquilles de noix utiles dans différents domaines tels que l'industrie, la santé et la beauté [19].

I.2.7. Les avantages et les inconvénients des coquilles de noix

Les coquilles de noix ont des avantages et des inconvénients liés à leur utilisation. Voici quelques exemples (**Tableau I.5**) :

Tableau I.5 : Représente les avantages et les inconvénients des CN [19].

Les avantages	Les inconvénients
Les coquilles de noix sont une source renouvelable de matériaux et peuvent être obtenues facilement.	Les coquilles de noix peuvent être difficiles à manipuler et à transporter en raison de leur poids et de leur volume.
Les coquilles de noix sont biodégradables et peuvent être compostées après utilisation.	L'extraction de la lignine des coquilles de noix pour une utilisation industrielle peut être un processus coûteux et complexe.
Les coquilles de noix sont une source naturelle d'antioxydants, d'adsorbants et d'autres composés bénéfiques pour la santé et l'environnement.	Les coquilles de noix peuvent avoir des contaminants tels que des pesticides ou des métaux lourds s'ils ont été cultivés dans des sols contaminés.
Les coquilles de noix peuvent être utilisées pour produire de l'énergie thermique renouvelable.	L'utilisation de coquilles de noix comme adsorbant peut être limitée en raison de leur capacité d'adsorption limitée et de leur besoin d'être régulièrement remplacées

En résumé, les coquilles de noix ont des avantages et des inconvénients liés à leur utilisation, mais leur utilisation peut être bénéfique dans différents domaines tels que l'industrie, la santé et l'environnement.

I.2.8. Les applications des coquilles de noix

Les coquilles de noix peuvent être utilisées dans différents domaines (**Tableau I.6**) grâce à leur composition chimique complexe et à leurs propriétés bénéfiques. Voici quelques exemples d'applications des coquilles de noix :

Tableau I.6 : Représente les applications des coquilles de noix [19]

Adsorbant naturel	Pour éliminer les métaux lourds, les colorants, les pesticides et autres contaminants de l'eau et des sols.
Combustible renouvelable	Les coquilles de noix peuvent être utilisées comme source de combustible renouvelable pour produire de l'énergie thermique
Utilisation en agriculture	Peuvent être utilisées comme amendement de sol pour améliorer la qualité du sol et la croissance des plantes
Utilisation dans les produits cosmétiques	Peuvent être utilisées comme exfoliant doux dans les produits cosmétiques tels que les gommages pour le visage et le corps.
Utilisation en ingénierie	La lignine extraite des coquilles de noix peut être utilisée pour produire des composites renforcés de fibres.
Utilisation en tant que matériau isolant	La cellulose contenue dans les coquilles de noix peut être utilisée pour produire des matériaux isolants thermiques
Utilisation comme matériau de filtration	Les coquilles de noix peuvent être utilisées comme matériau de filtration pour l'air ou l'eau.

Partie 3 : Généralités sur les matériaux composites

I.3.1. Historique

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

Plusieurs matériaux naturels comme les os (mélange complexe de collagène et de phosphate de calcium), le bois (fibre de cellulose dans une matrice de lignine) le corps humain (le squelette dans une matrice : les muscles) peuvent être considérés comme des matériaux composites [25].

Les premiers composites se sont développés pendant le 19^{ème} siècle grâce à la création des résines et des fibres synthétiques. Ils ont fait leur apparition au cours de la seconde guerre mondiale. Leur histoire ne remonte pas à plus de cinquante ans et ils ont déjà accumulé plus d'une douzaine de procédés de mise en œuvre [26]. Ces matériaux sont particulièrement adaptés aux structures qui requièrent à la fois haute résistance et excellente rigidité, avec en même temps une grande légèreté. En effet, ces composites présentent un certain nombre d'avantages par rapport aux matériaux métalliques : résistance à la fatigue mécanique, insensibilité à la corrosion, facilité et possibilité de mise en œuvre ainsi qu'un faible coût [27].

I.3.2. Définition d'un matériau composite

Un matériau composite peut être défini d'une manière générale comme l'assemblage de deux matériaux de natures différentes, se complétant et permettant d'aboutir à un matériau dont les performances sont supérieures à celles des composants pris séparément. Un matériau composite est constitué dans le cas le plus général d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. La phase discontinue, appelée renfort ou matériau renforçant, est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue, appelée matrice [28].

I.3.3. Les constituants des matériaux composites

Les matériaux composites sont constitués de deux ou plusieurs matériaux distincts (**Figure I.19**) qui sont combinés de manière à créer un matériau avec des propriétés physiques et mécaniques supérieures à celles de chacun des matériaux individuels.

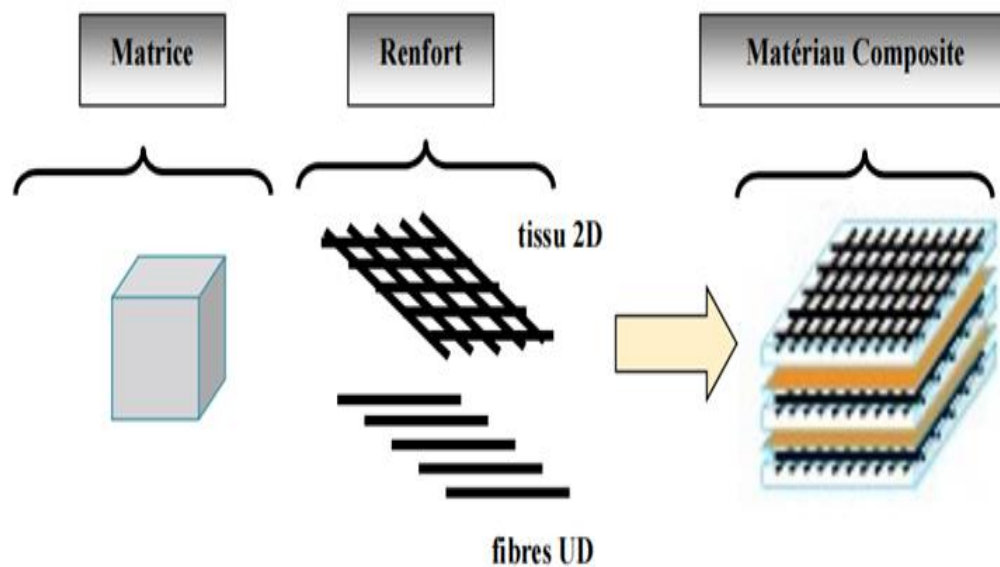


Figure I.19 : Constituants de base d'un matériau composite.

Les composants principaux des matériaux composites sont :

I.3.3.1. La matrice

C'est la partie principale du matériau composite, qui relie et maintient en place les fibres ou les particules de renforcement. La matrice peut être : **un polymère, une céramique** ou **un métal**.

▪ Les différentes natures de la matrice

A. Matrice organique

La matrice organique (**CMO**) est la famille la plus courante des matériaux composites [29]. Le rôle de la matrice polymère est de recevoir les renforts, répartir les contraintes, apporter la tenue de la structure et donner la forme désirée au composite. On peut citer trois types de matrices utilisés :

1) Les résines thermoplastiques

Les thermoplastiques se présentent sous la forme de chaînes linéaires qui nécessitent d'être chauffées pour les modeler et refroidies pour les fixer. Ce processus est réversible. Les matrices thermoplastiques ont des propriétés mécaniques relativement faibles. Cependant, en incorporant des charges, on peut améliorer leur résistance thermique, leur résistance mécanique

et leur stabilité dimensionnelle. Parmi les matrices thermoplastiques les plus courantes, on trouve le poly (chlorure de vinyle) utilisé dans la fabrication des tuyauteries, le polyéthylène qui est utilisé pour les jouets, les bouteilles de shampoing ou les sacs de supermarché, le polypropylène utilisé pour les boîtes alimentaires ou les revêtements de sol, et le polystyrène qui est utilisé dans la composition des contenants alimentaires, de la vaisselle jetable, des jouets et des vitres

2) Les élastomères

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

La distinction principale entre un thermoplastique et un élastomère réside dans leur température de transition vitreuse. Dans le cas des thermoplastiques, cette température est inférieure à la température ambiante, ce qui les rend rigides et cassants. En revanche, pour les élastomères, la température de transition vitreuse est supérieure à la température ambiante, leur conférant une texture molle et souple. Les élastomères sont fortement réticulés et la plupart des objets en caoutchouc sont constitués d'une seule macromolécule, ce qui rend leur recyclage difficile [29].

3) Les thermodurcissables

Les polymères thermodurcissables (**TD**) présentent une structure en réseau tridimensionnel, constituée de liaisons covalentes qui assurent la jonction entre les chaînes. Ils possèdent des résistances mécaniques et thermiques supérieures à celles des thermoplastiques, qui sont souvent fragiles. Ils sont caractérisés par leur infusibilité, ce qui signifie qu'ils ne peuvent pas être fondus et recyclés. De plus, ils conservent leur rigidité jusqu'à atteindre leur température de décomposition [29].

4) Matrice minérale

La matrice minérale se compose d'une matrice métallique et matrice céramique (**Schéma I.2**).

A. Matrices métalliques

Les composites à matrice métallique (CMM) possèdent une bonne tenue en température ainsi que de bonnes propriétés thermique et électrique. Par rapport aux métaux, ils ont une meilleure stabilité dimensionnelle, ainsi qu'une meilleure résistance à l'usure [29].

B. Matrice céramique

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

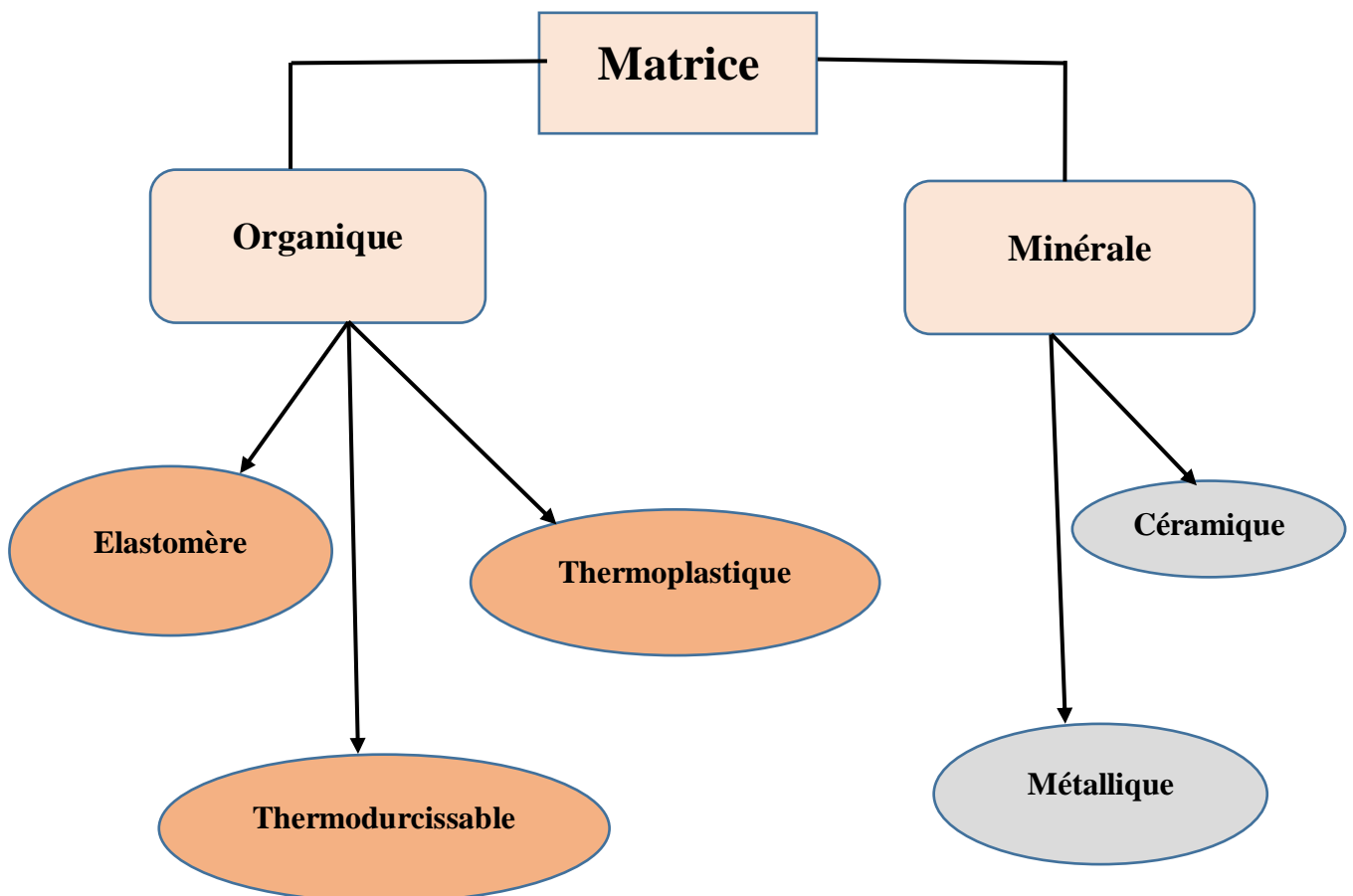


Schéma I.2: Représente les différentes familles de matrice [30].

C. Les additifs

Les additifs sont des substances ajoutées aux polymères pour modifier leurs propriétés ou leurs caractéristiques. Il existe une vaste gamme d'additifs offrant de nombreuses fonctions différentes. Ils peuvent améliorer les propriétés des thermoplastiques, faciliter leur transformation, modifier leur apparence ou augmenter leur résistance à l'environnement extérieur. Ces additifs agissent de diverses manières pour influencer les caractéristiques et les propriétés des emballages en thermoplastique. Ils peuvent offrir une protection contre les rayons ultraviolets et l'oxygène afin de prolonger la durée de vie du produit. De plus, ils peuvent faciliter le processus de fabrication des polymères et améliorer l'esthétique de l'emballage, ce qui contribue à l'attrait du produit. Les additifs peuvent être regroupés en deux catégories principales : les stabilisants et les adjuvants technologiques [31].

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

1. **Anti-oxydants** : Ils permettent au polymère de ne pas réagir en présence d'oxygène dans l'air. Certaines molécules anti-oxydants sont ancrées en un point de la chaîne, tandis que d'autres circulent dans la phase amorphe.
2. **Agents de réticulation** : Après une réaction chimique, ils peuvent se combiner avec des chaînes polymères pour former des ponts intermoléculaires. Ces réactifs permettent la formation de réseaux macromoléculaires, d'où une meilleure stabilité mécanique et thermique du matériau (Les peroxydes, Le soufre).
3. **Autres additifs** : Ils peuvent également être ajoutés, tels que des plastifiants, des colorants, des charges, des retardateurs de flamme, etc., selon les propriétés recherchées [32].

I.3.3.2. Renforts

Les renforts sont généralement des matériaux solides et rigides qui sont ajoutés à un matériau de base pour augmenter sa résistance et sa rigidité. Ils peuvent être composés de divers matériaux tels que le métal, le verre, le carbone ou la céramique (**Schéma I.3**). Les renforts peuvent être sous forme de tissus (**Figure I.20**), de particules, de paillettes (**figure I.21**), de poudres, de fibres, Les mats ou de treillis. Ils sont utilisés dans des matériaux composites, tels que les composites à matrice polymère renforcée de fibres (FRP), pour améliorer les performances structurelles.

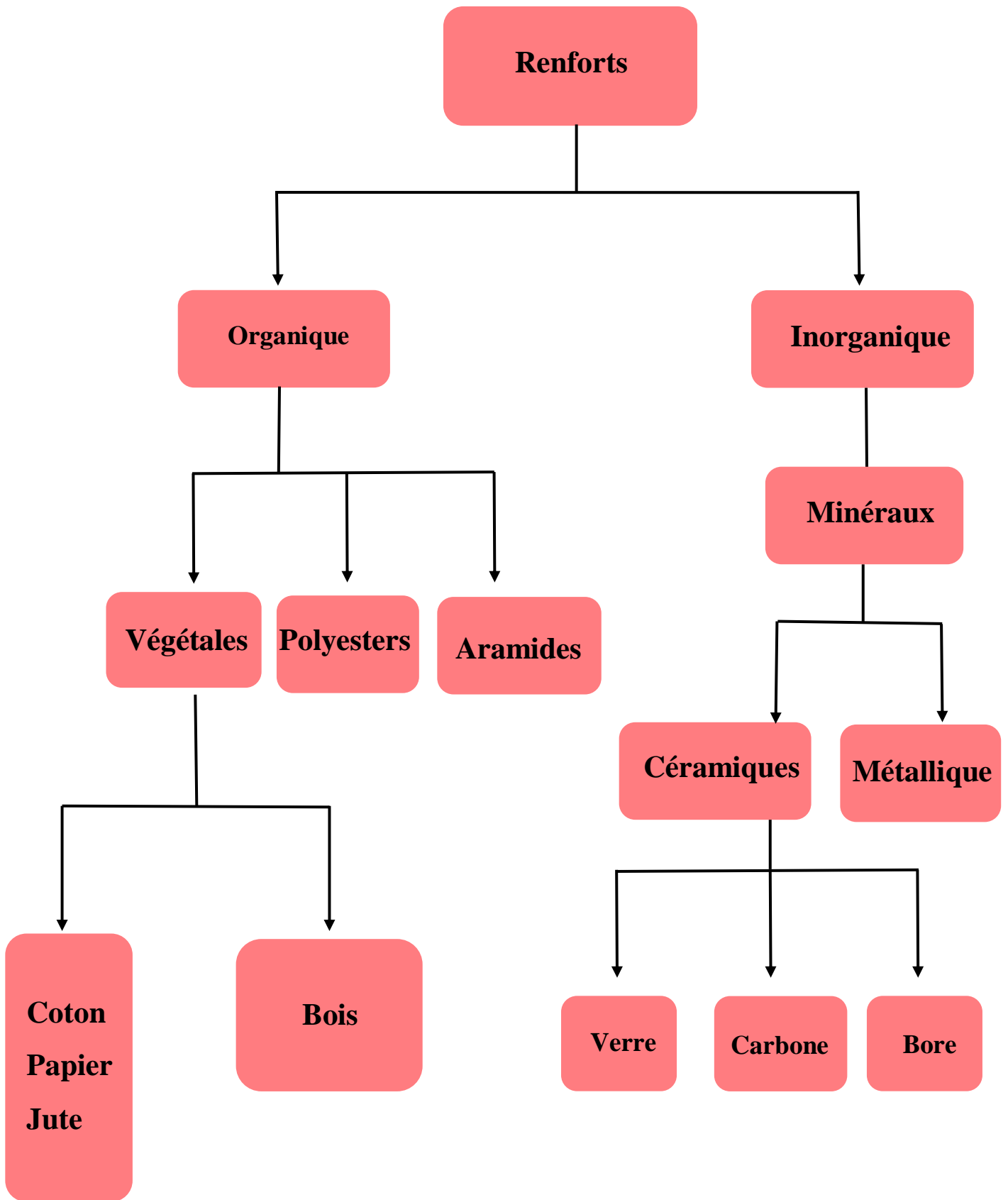


Schéma I.3 : Classification des Renforts.

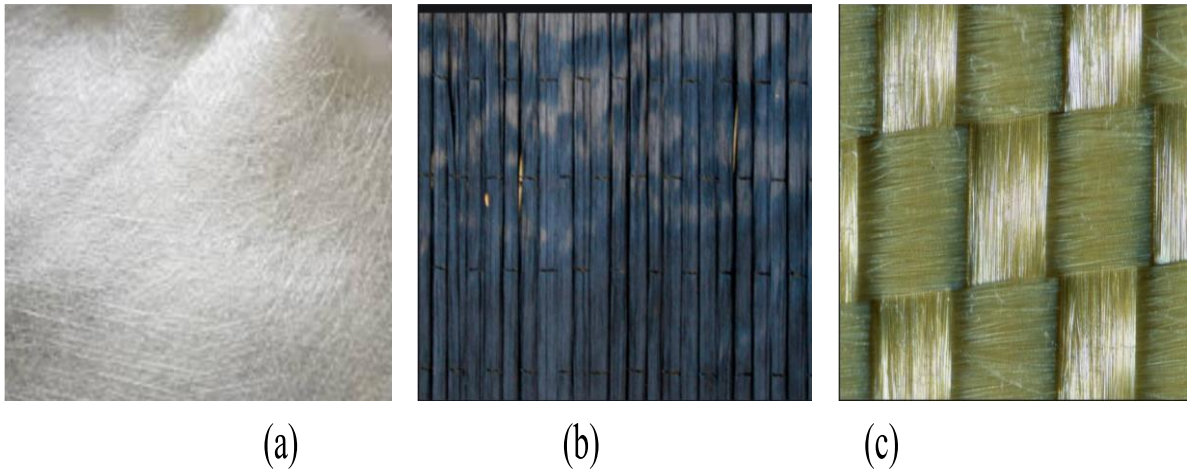


Figure I.20: Différentes architectures des renforts de composites.

(a) mats de verre, (b) tissu unidirectionnel (UD), (c) tissu bidirectionnel)

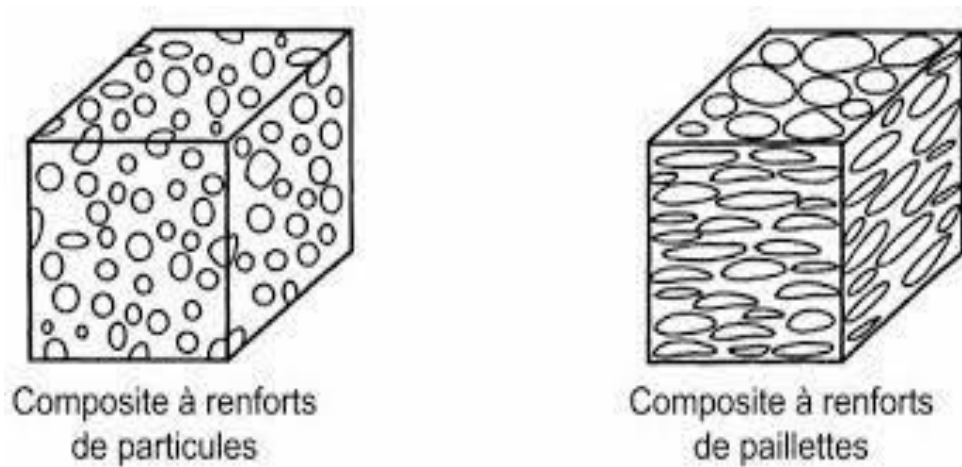


Figure I.21: Représente les renforts sous forme de particules et de paillettes.

I.3.4. Classification des matériaux composites

Les matériaux composites peuvent être classés selon différents critères (**Tableau I.7**), Voici quelques-unes des classifications les plus courantes :

Tableau I.7: Représente la classification des matériaux composites.

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

Il convient de noter que ces classifications ne sont pas exhaustives, et il existe d'autres critères de classification selon les besoins et les applications spécifiques des matériaux composites.

[31].

I.3.5. Structure des matériaux composites

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

- **La matrice**

C'est le matériau qui maintient les renforts en place et assure leur cohésion. Elle peut être constituée de polymères, de céramiques, de métaux ou d'un mélange de ces matériaux. La matrice est souvent choisie en fonction des propriétés souhaitées pour le matériau composite, telles que la résistance à la corrosion, la résistance aux températures élevées ou la conductivité thermique.

- **Les renforts**

Les renforts peuvent être sous forme de fibres, de particules ou de plaques, et ils sont intégrés à la matrice pour fournir les propriétés mécaniques souhaitées

Ils sont des matériaux qui ajoutent des propriétés mécaniques au matériau composite. Ils peuvent être sous forme de fibres continues, de fibres courtes, de particules ou de plaques.

Les fibres continues sont alignées dans une seule direction, tandis que les fibres courtes sont dispersées dans la matrice. Les particules et les plaques sont également dispersées dans la matrice pour renforcer les propriétés mécaniques du matériau composite.

La structure des matériaux composites peut être conçue pour fournir des propriétés spécifiques en fonction de l'application envisagée.

En résumé, la structure des matériaux composites est déterminée par la matrice et les renforts choisis en fonction des propriétés souhaitées pour le matériau composite et de l'application envisagée [31].

I.3.6. Paramètres influençant sur les propriétés du composite

Les nombreuses formes que peut prendre le renfort permettent, parallèlement au rôle de charge, de les utiliser de manière efficace dans une recherche de performance. Les effets affectant ou produits par le renfort seront divisés en différentes parties. Ces parties sont distinctes bien qu'il existe de fortes interactions entre elles et qu'il s'agisse, en réalité, souvent d'un couplage de ces différents effets.

I.3.6.1. Influence de l'humidité et de la température sur la fibre naturelle

L'humidité est un point prépondérant qui évolue et intervient tout au long de la vie du composite par l'intermédiaire du renfort, les fibres naturelles sont, à l'origine, très sensibles aux conditions hygroscopiques ; cette sensibilité joue un rôle important sur l'adhésion, mais aussi sur les

caractéristiques mécaniques et physiques du produit. Le gonflement, la résistance à l'eau ou au feu sont fortement dépendants du renfort [32].

I.3.6.2. Influence de la quantité de renfort

L'augmentation du pourcentage de renforts améliore quasi systématiquement, les performances mécaniques du composite. Cependant, une grande quantité implique une adhésion plus difficile qui conduit à une baisse de performance dans certains cas. Il faut aussi souligner, qu'il existe une proportion de renfort au-delà de laquelle des difficultés majeures apparaissent, notamment au niveau du mode de fabrication. Il est effectivement assez peu fréquent de trouver dans la littérature, des composites fabriqués par des techniques plasturgistes contenant un pourcentage supérieur à **50-60%**, pour lesquels il n'y aurait pas l'apparition de nombreuses difficultés lors du moulage et ces difficultés sont croissantes dans l'ordre compression-extrusion-injection. Observent, qu'à partir de **50%**, le matériau devient dur et la surface présente des ruptures. De trop grandes quantités créent aussi des problèmes techniques de mélange des constituants. L'augmentation de la proportion de fibres a aussi pour conséquence directe, la multiplication des problèmes liés à l'usage d'un matériau biologique hygroscopique et biodégradable. Les propriétés d'élongation, la résistance à l'impact sont amoindries par l'accroissement de la quantité de la fibre [32].

I.3.6.3. Influence de la morphologie du renfort

L'aspect le plus important de la morphologie du renfort est probablement le facteur de forme. En effet, à partir d'une certaine limite les fibres discontinues peuvent être considérées et analysées, d'un point de vue mécanique, comme des filaments continus. Le facteur de forme donne donc une information sur le comportement mécanique du renfort.

La taille de l'élément renforçant a naturellement une influence sur le procédé de fabrication mais aussi sur les propriétés mécaniques du composite.

Concernant la résistance à la traction, la résistance à la flexion, le module d'élasticité et l'allongement, il semblerait qu'il existe une taille optimale de **0,25 mm** Tout éloignement de cette valeur, dans la gamme **0,05-0,6 mm**, a conduit à une diminution de performance. En effet, Osman et Clemens notent que de petites particules bien dispersées augmentent généralement les propriétés de résistance. [33].

I.3.7. Les traitements chimiques des fibres végétales

Les fibres végétales doivent être traitées pour améliorer leur fixation et leur dispersion dans la matrice polymère. Les différents traitements pouvant être appliqués se répartissent généralement en deux catégories : chimiques et physiques. Nous nous intéressons à cette partie, plutôt qu'au traitement chimique, qui permet de nettoyer la surface de la fibre, de modifier sa composition chimique, de réduire la rétention d'eau, d'augmenter sa rugosité, de modifier ses propriétés mécaniques et d'améliorer sa stabilité thermique. La modification chimique des fibres végétales est. En fait, cela équivaut à la modification de la cellulose, le composant principal de la fibre. La conformation spatiale de la cellulose contrôle ses propriétés chimiques et physiques. En fait, les régions amorphes sont plus sensibles à l'attaque des réactifs que les régions cristallines [34]. Les modifications chimiques des fibres naturelles rapportées dans la littérature ont amélioré la qualité de surface pour une bonne adhérence aux substrats polymères.

I.3.7.1. Le traitement chimique

Traitement chimique des fibres végétales en tant que modificateur de la cellulose, le composant principal des fibres. Les effets du traitement chimique entraînent des modifications des propriétés mécaniques des fibres :

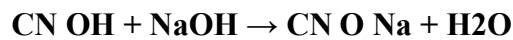
- **Propriétés de traction réduites** : Cette réduction est due à élimination et à la dégradation des chaînes au cours de la chimiothérapie.
- **L'allongement** : augmente lorsque ces fibres se cassent généralement. De plus, le traitement chimique peut nettoyer la surface de la fibre, modifier sa composition chimique, réduire l'absorption d'eau et améliorer la rigidité de la fibre [35].

Les traitements chimiques les plus adaptés aux fibres végétales sont généralement : l'acétylation, le traitement alcalin, le silane, la benzoylation, le peroxyde et deux agents de couplage acide maléïque, dans notre cas, le traitement alcalin. C'est l'un des traitements chimiques les plus courants pour les fibres naturelles utilisées pour renforcer les plastiques [36].

I.3.7.2. Le traitement alcalin (NaOH)

Le traitement alcalin est l'un des traitements chimiques les plus utilisés pour le renforcement des thermoplastiques et thermodurcissables. C'est une modification importante apportée par le traitement alcalin est le désordre des liaisons l'hydrogène pénètre dans la structure du réseau, augmentant ainsi la rugosité de la surface. Ce traitement Elimine une certaine quantité de lignine, de cire et d'huile recouvrant la surface extérieure La paroi cellulaire de la fibre, qui

dépolymérise la cellulose et expose de courtes cristallites longueur [37]. L'ajout d'hydroxyde de sodium aqueux (NaOH) aux fibres naturelles favorise l'ionisation hydroxyle en alcoxyde [38].



Pareillement le conditionnement basique domination immédiatement la fibre cellulosique le niveau de Polymérisation et l'extraction pour la lignine et incontinent composés hémicellulosiques [39] En conditionnement basique les fibres sont immergées sur une résolution pour NaOH durant une période information [40] Sur ce conditionnement les fibres sont immergées sur une résolution pour NaOH durant une phase vraiment déterminée. [41]



Figure I.20 : Représente Hydroxyde de sodium (NAOH)

I.3.8. Domaines d'applications des matériaux composites

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

- **Aéronautique et spatial :** Les matériaux composites sont largement utilisés dans l'industrie aérospatiale pour leurs propriétés de légèreté et de résistance, ce qui permet de réduire le poids des avions et des fusées, améliorant ainsi leur efficacité énergétique.
- **Automobile :** Les matériaux composites sont utilisés pour fabriquer des pièces automobiles telles que les capots, les portes, les pare-chocs et les éléments de carrosserie en raison de leur résistance, de leur légèreté et de leur durabilité.
- **Construction et génie civil :** Les matériaux composites sont utilisés dans la construction pour fabriquer des éléments structuraux tels que des poutres, des colonnes, des panneaux et des ponts en raison de leur résistance et de leur légèreté.
- **Énergie :** Les matériaux composites sont utilisés dans l'industrie de l'énergie pour la fabrication d'éoliennes, de panneaux solaires, de réservoirs de stockage de gaz et de tuyaux en raison de leur résistance et de leur légèreté.

- **Sport** : Les matériaux composites sont utilisés dans l'industrie du sport pour fabriquer des équipements tels que des raquettes de tennis, des clubs de golf, des skis et des planches à voile en raison de leur légèreté et de leur résistance.
 - **Secteur médical** : Les matériaux composites sont utilisés dans l'industrie médicale pour la fabrication d'implants orthopédiques, de prothèses et d'équipements de diagnostic en raison de leur légèreté et de leur biocompatibilité.
 - **Industrie maritime** : Les matériaux composites sont utilisés dans l'industrie maritime pour la fabrication de bateaux, de coques, de mâts et de ponts en raison de leur résistance à la corrosion et de leur légèreté.
- Ces domaines d'applications ne sont pas exhaustifs, mais ils illustrent la polyvalence des matériaux composites dans diverses industries et applications [42].

I.3.9. Avantages et inconvénients des matériaux composites

Les matériaux composites présentent plusieurs avantages et inconvénients.

Ces derniers sont représentés dans « **les Tableaux I.8 I.9** » : Représente les avantages des matériaux composites ci-dessous :

Tableau I.8 : Représente les avantages des matériaux composites.

Les avantages des matériaux composites	
Résistance mécanique élevée	Les renforts ajoutent une grande résistance mécanique au matériau composite.
Faible densité	Les matériaux composites ont généralement une densité plus faible que les matériaux traditionnels tels que les métaux, ce qui les rend utiles pour les applications nécessitant une faible masse.
Résistance à la corrosion	Les composites à matrice polymère peuvent être conçus pour résister à la corrosion.
Flexibilité de conception	Les propriétés des composites peuvent être ajustées pour répondre à des exigences spécifiques en termes de résistance, de rigidité et d'autres propriétés.
Isolation électrique	Les composites peuvent être utilisés pour fournir une isolation électrique
Résistance à la fatigue	Les composites peuvent être conçus pour résister à la fatigue, ce qui les rend utiles pour les applications cycliques

Tableau I.9 : Représente les inconvénients des matériaux composites.

Les inconvénients des matériaux composites	
Coût	Les matériaux composites peuvent être plus coûteux que les matériaux traditionnels en raison des coûts de fabrication plus élevés.
Difficulté de réparation	Les matériaux composites sont souvent plus difficiles à réparer que les matériaux traditionnels.
Sensibilité à la chaleur	Certains composites sont sensibles à la chaleur et peuvent se dégrader à des températures élevées.
Sensibilité à l'humidité	Les composites à matrice polymère peuvent être sensibles à l'humidité, ce qui peut affecter leurs propriétés mécaniques
Difficulté de recyclage	Les matériaux composites sont souvent difficiles à recycler en raison de la difficulté à séparer les composants de la matrice et des renforts.

En conclusion, les matériaux composites présentent de nombreux avantages qui les rendent utiles dans de nombreuses applications, mais ils présentent également des inconvénients qui doivent être pris en compte lors du choix d'un matériau pour une application spécifique [43].

Chapitre II :
**« Présentation du
complexe CP2K »**

II.1. Historique

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

En avril 1991, un consortium de trois sociétés espagnoles, INITEC, DRAGADOS et TECNICA REUNIDAS, a signé un contrat pour la réalisation du projet et la mise en place d'un financement espagnol sur quatre ans.

En 1996, le chantier a été ouvert, et en 1997, les travaux de génie civil et d'infrastructure ont commencé.

En 2002, la construction de l'usine a été achevée, et une restructuration financière de POLYMED a été signée au niveau de la chefferie du gouvernement.

Le 15 juin 2003, un conseil interministériel a examiné le dossier de POLYMED et a approuvé son plan de restructuration financière.

Le 16 janvier 2004, le financement de SONATRACH a été libéré pour le reste à réaliser, et l'usine de POLYMED a été mise en service.

En janvier 2011, ENIP a été réintégré à 100% dans le groupe SONATRACH sous forme d'une division pétrochimique (PEC), et l'usine de POLYMED a été renommée CP2K, c'est-à-dire Complexe Pétrochimique 2 de SKIKDA.

En 2016, dans le cadre de la restructuration du groupe SONATRACH, la DCG/PEC a été placée sous la direction de LRP (Liquéfaction Raffinage et Pétrochimie). [44]

II.2. Présentation du complexe CP2K

Le Complexe Pétrochimique CP2K est implanté à l'intérieur de la zone industrielle de Skikda, d'une superficie de 166800 m² dont 10% bâtis. Il se trouve à 6 km à l'Est du chef-lieu de la wilaya de Skikda et à une hauteur moyenne d'environ 6 m au-dessus du niveau de la mer. Il est limité au nord par la mer Méditerranée, au sud par la route principale de la zone industrielle, à l'est la force d'intervention et de réserve (FIR) et à l'ouest CP1K (Complexe Pétrochimique 1 de SKIKDA) comme présente la figure II.1. [44]

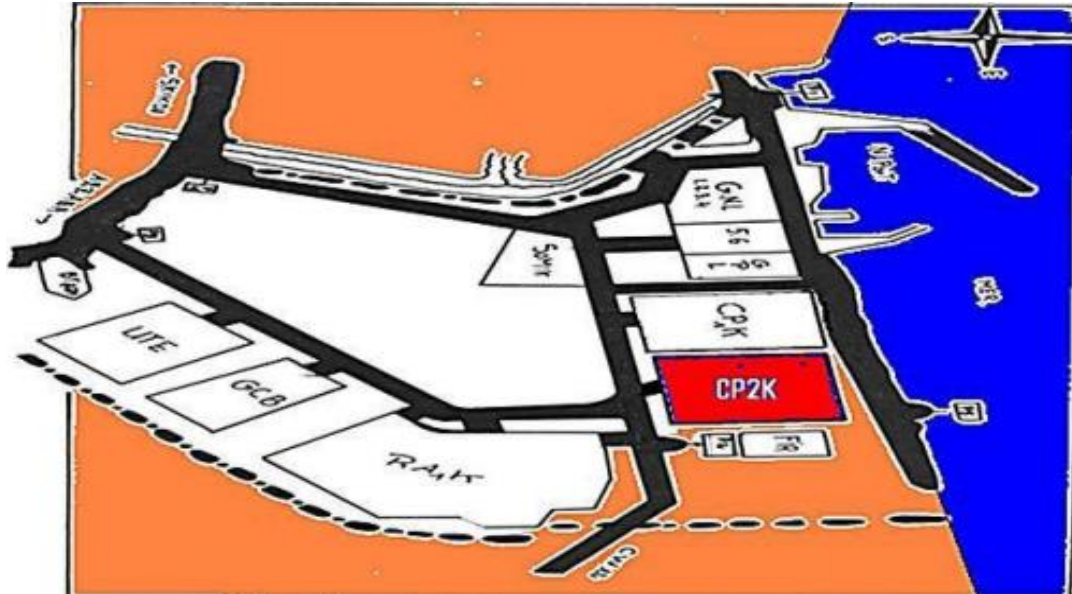


Figure II.1 : Position géographique du complexe CP2K.

II.2.1. Activités du complexe Pétrochimique 2 de SKIKDA

Le CP2K est pour objectif de produire du polyéthylène haute densité (PEHD) d’une capacité de 130 000 tonnes/an. [44]

II.2.2. Organisation du complexe Pétrochimique 2 de SKIKDA

La figure II.4 ci-dessous Présente l’organisation du complexe [44]

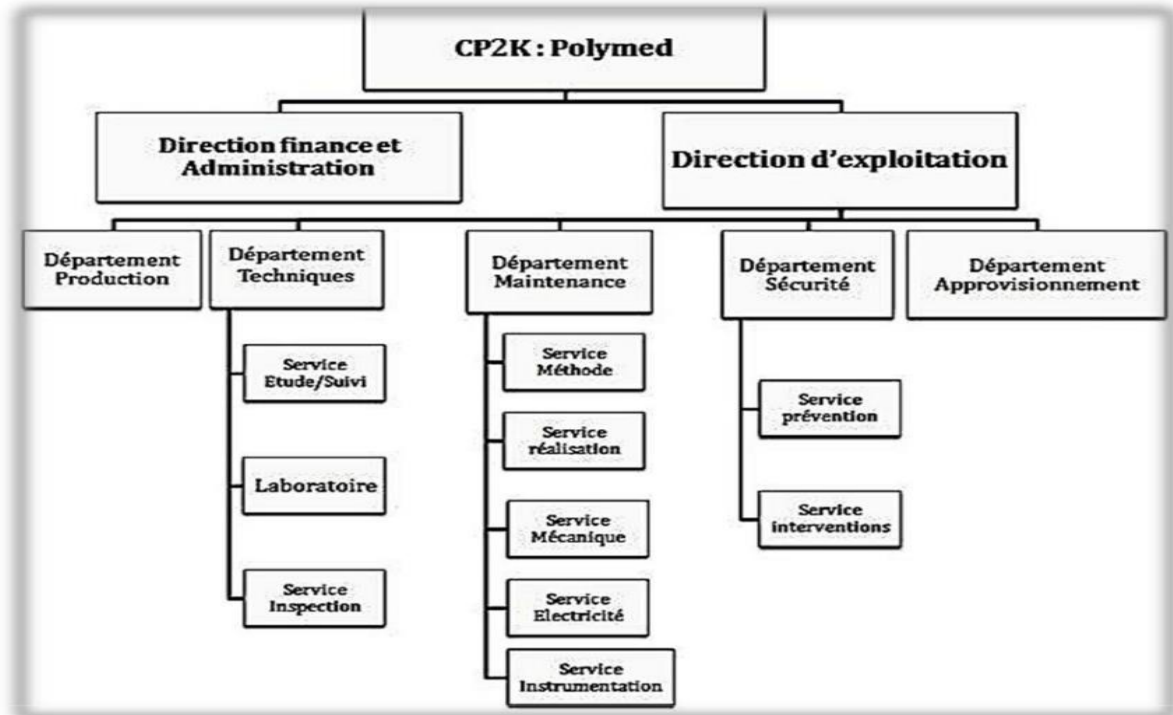


Figure II.2 : Organigramme d’unité CP2K.

II. 2.3. Description du Complexe Pétrochimique 2 de SKIKDA

Le complexe est composé de 4 zones principales citées dans le schéma ci-dessous [45] :

Zone d'off site	Zone humide	Zone sèche	Zone bâtiment
<ul style="list-style-type: none"> • Les utilités • Torche • Stockage IB et hexane • Traitement des eaux usée • Activation du catalyseur. 	<ul style="list-style-type: none"> • Traiteurs • Réacteur • Compresseurs • Capacité 	<ul style="list-style-type: none"> • Extrudeuse • Soufflantes • Silos de stockage • Ensachage 	<ul style="list-style-type: none"> • Block ADM et finance • Cantine et vestiaires • Block sécurité infirmerie • Ateliers et block technique • Salle de contrôle et labo

Schéma II.1 : Découpage du complexe CP2K.

II.2.4. Les installations de procédé

Les principales installations présentées dans la figure II.3 sont [44] :

- Le réacteur : Tuyauterie en boucle fermée destinée pour la polymérisation ;
- L'extrudeuse : Système de finition de produit sous forme de granulés ;
- L'ensachage : Système automatique d'emballage du PEHD.

Il existe d'autres installations auxiliaires nécessaires pour le procédé et qui sont :

- Production de vapeur, électricité, air etc.....
- Traitement des effluents.
- Stockage de la matière première et des additifs
- Magasin de stockage du produit fini.



Figure II.3 : photo représente les principales installations de l'unité CP2K.

II.3. Fonctionnement du Procédé PHILIPS

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

Le procédé Phillips est basé sur l'emploi d'un catalyseur à l'oxyde de chrome hexavalent (CrO_3) sur un support de silice et/ou d'alumine.

Le premier procédé Phillips consistait en une polymérisation en solution dans le cyclohexane. Il a été largement supplanté par le procédé particle-form beaucoup plus économique en énergie, dans lequel la réaction s'effectue en suspension dans un hydrocarbure liquide, généralement l'isobutane. [46]

Ce procédé permet d'obtenir des polymères se situant dans une gamme d'indice de fluidité de 0,10 à 36 et une densité comprise entre 0,935 et 0,965. [45]

II.3.1. Les matières premières utilisées

Le complexe utilise comme matières premières principale [45] :

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

II.3.2 Les conditions opératoires de la réaction de polymérisation

Les deux conditions essentielles dans le réacteur sont [46] :

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

II.3.3 Les étapes du procédé PHILIPS

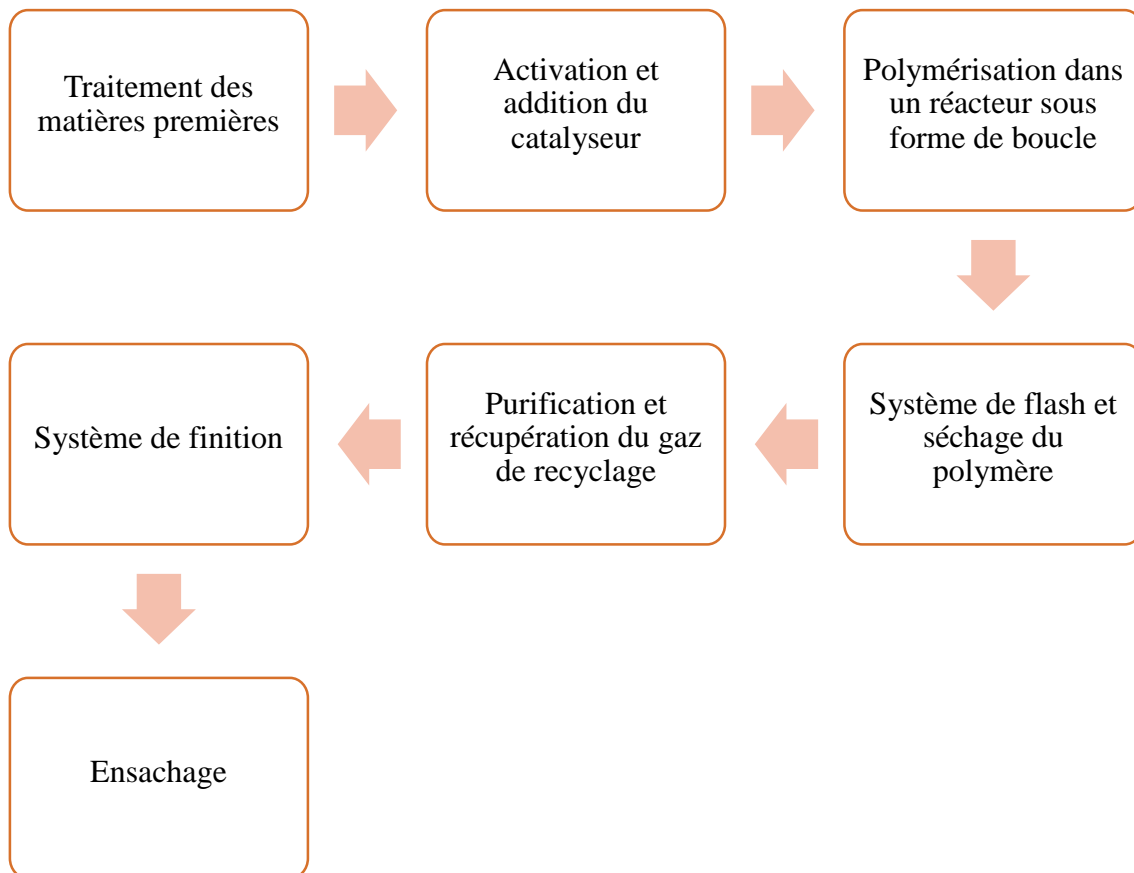


Schéma II.2 : Représente les étapes du procédés Philips.

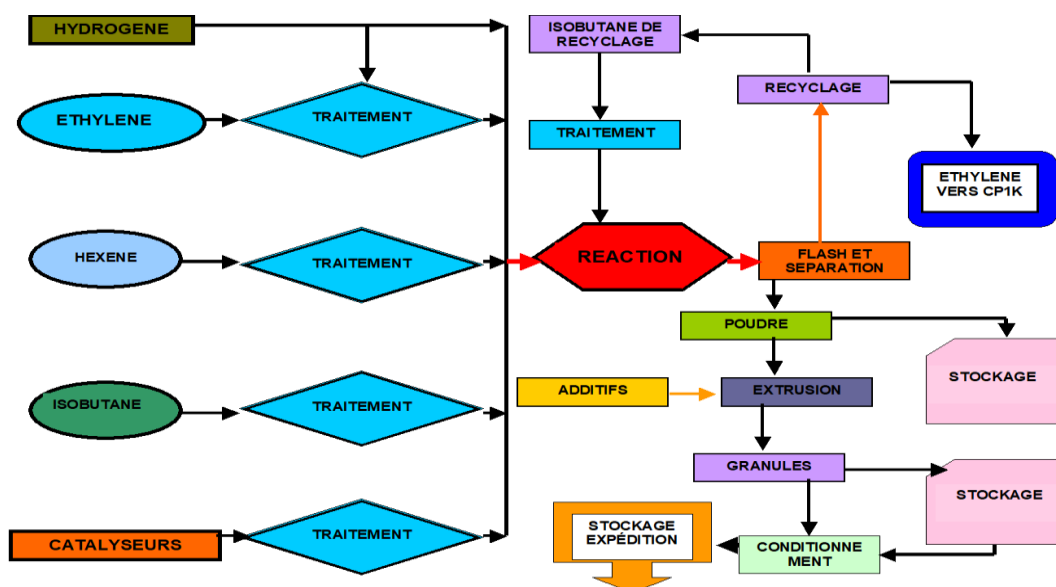


Schéma II.3 : représente-le procédés Philips.

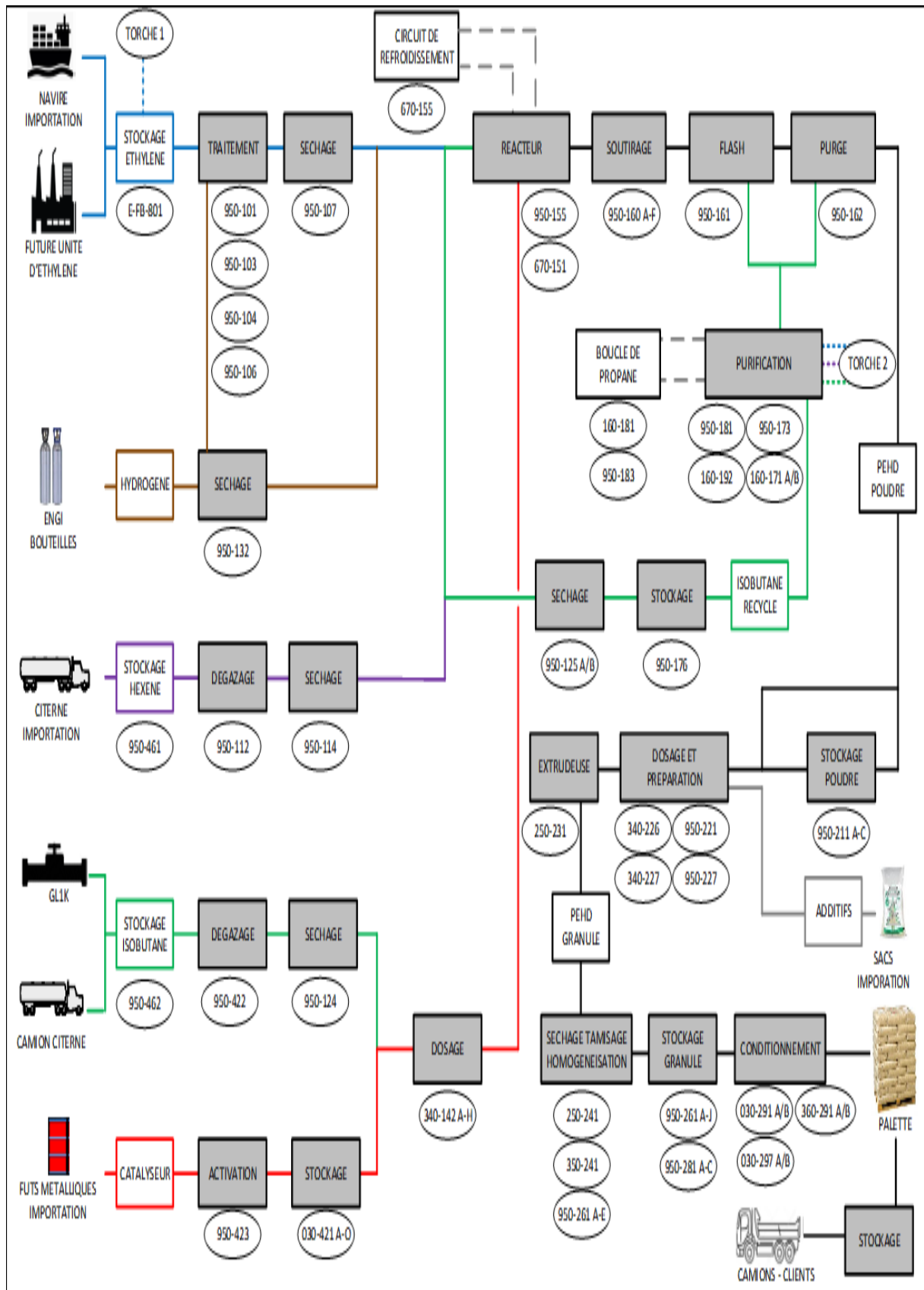


Schéma II.4: Description du procédé Philips.

II.4. Grades du PEHD produits au niveau de CP2K

Étant donné la diversité des applications du PEHD, telles que la fabrication de tuyaux, de films plastiques, de bouteilles, etc., il est nécessaire de produire différents grades pour répondre aux besoins spécifiques de chaque application. À cet effet, le complexe CP2K offre une gamme complète de neuf grades de PEHD, distingués par leur indice de fluidité et leur densité.

Tableau II.1 : Les différents grades du PEHD produits au niveau de CP2K. [46]

Produits	Indice de fluidité (2,16g/190°C)	Densité (23 °C)
	ASTM D 1238 Gr / 10 min	ASTM D 1505 Gr / cm 3
<i>SOUFFLAGE</i>		
<i>PEHD 5502</i>	0,30 ~ 0,40	0,9550 ~ 0,9580
<i>PEHD 6006 L</i>	0,50 ~ 0,70	0,9550 ~ 0,9580
<i>PEHD 4903</i>	0,18 ~ 0,40	0,9470 ~ 0,9500
<i>INJECTION</i>		
<i>PEHD 6030</i>	2.0 ~ 3.0	Min 0,9600
<i>PEHD 6040</i>	3.0 ~ 5.0	Min 0,9600
<i>PEHD 6060</i>	5.0 ~7.0	Min 0,9600
<i>PEHD 6080</i>	7.0 ~ 9.0	Min 0,9600
<i>FILM</i>		
<i>PEHD TR 140</i>	0,23 ~ 0,33	0,9430 ~ 0,9470
<i>PEHD TR 144</i>	0,16 ~ 0,22	0,9430 ~ 0,9470
<i>PIPE</i>		
<i>PEHD TR 402</i>	0,09 ~ 0,13	0,9420 ~ 0,9450
<i>PEHD TR 418</i>	0,19 ~ 0,24	0,9460 ~ 0,9400

Tableau II.2 : Les utilisations du PEHD produits au niveau de CP2K. [46]

PRODUITS APPLICATIONS	SOUFFLAGE			INJECTION				FILM		PIPE	
	5502	4903	6006 L	6030	6040	6060	6080	TR 140	TR 144	TR 402	TR 418
BOUTEILLES EAUX MINERALES	•										
BÔITES POUR COSMÉTIQUES	•										
ARTICLES PHARMACEUTIQUES	•										
BOUTEILLES POUR EAUX DE JAVEL	•										
BOUTEILLES POUR DÉTERGENT	•										
BOUTEILLES POUR LAIT STÉRILISÉ			•								
BOUTEILLES POUR JUS DE FRUITS			•								
BOUTEILLES POUR BOISSONS DOUCES			•								
BOUTEILLES POUR EAU DISTILLÉE			•								
BOUTEILLES POUR L'ALCOOL			•								
GRANDS RÉCIPIENTS INDUSTRIELS		•									
RÉSÉROIRS		•									
BOUTEILLES DE GRANDES CAPACITÉS		•									
ACCÉSOIRES AUTOMOBILES		•									
BOUCHONS POUR BOUTEILLES & FUTS				•	•						
DIVERS BOUCHONS						•	•				
CAISSES						•	•				
BIDONS DE PEINTURE						•	•				
JOUETS						•	•				
CHAISSÉS							•				
FILM AGRICOLE								•			
SACHERIE								•	•		
SACS POUÉBELLES									•		
EMBALLAGE									•		
TUBES POUR RÉSEAU DE DISTRIBUTION											
EAU POTABLE										•	•
GAZ COMBUSTIBLES										•	•
IRRIGATION										•	•
INDUSTRIE										•	•
EAU NON POTABLE										•	•

Chapitre III :

**« Matériaux utilisés et
techniques
expérimentales »**

III.1. Matériaux utilisés

III.1.1. Polyéthylène

Dans notre étude, nous avons travaillé avec du polyéthylène haute densité (PEHD) sous forme de poudre blanche « Figure III.1 », synthétisé par le complexe POLYMED (CP2K) de Skikda et commercialisé sous le grade 5502. Cette poudre est spécialement conçue pour la fabrication d'articles moulés par injection soufflage, tels que des bouteilles de petites et moyennes capacités pour l'eau minérale, les cosmétiques, les produits pharmaceutiques, l'eau de javel et les détergents...



Figure III.1 : Photo représentatif du PEHD (5502) sous forme de poudre.

Ses caractéristiques sont résumées dans le tableau III.1.

Tableau III.1 : Les caractéristiques essentielles de PEHD (Grade 5502).

Propriétés	Méthodes	Unité	Valeur
Générales			
▪ Indice de fluidité (2,16 kg / 190°)	ASTM D 1238	g / 10 mn	0,27-0,43
▪ Densité (23°C)	ASTM D 1505	g / cm ³	0,9540- 0,9580
▪ Dureté, Shore D	ASTM D 2240	°	67
Mécaniques			
▪ Résistance à la traction à la rupture (50m / min)	ASTM D 638 Type IV	Mpa	28
▪ Elongation à la rupture (50 mm / min)	ASTM D 638 Type IV	%	> 600
▪ Module de flexion	ASTM D 790	Mpa	1200
Autres			
▪ Résistance à la fissuration sous contrainte (ESCR), F50	ASTM D1693 D 746	h	20
▪ T° de fragilité	/	°C	< -76

Caractéristique Spéciales :

-Exceptionnelle résistance à la fissuration (ESCR).

-Excellente rigidité et résistance au choc.

-Bon usinage, bon aspect final.

III.1.2. Coquilles de noix

Dans cette étude, nous avons utilisé les coquilles de noix en tant que charge végétale. Elles contiennent une grande quantité de fibres et sont souvent employées comme matériau de renforcement (Charge Traitée) dans la fabrication de composites, notamment dans les industries automobiles et de la construction.

Les fibres de coquille de noix possèdent des propriétés intéressantes, comme une **faible densité**, une **grande résistance à la traction**, une **résistance à la corrosion**, une faible inflammabilité et une bonne isolation thermique, qui en font un choix populaire pour les applications où ces propriétés sont importantes. [47]

III.1.3. L'hydroxyde de sodium

L'hydroxyde de sodium utilisé dans notre travail, est fabriqué par la société « SPECILAB »

Ses caractéristiques sont données dans le tableau II.2.

Tableau II.2 : Caractéristiques de l'hydroxyde de sodium.

Formule chimique	Masse moléculaire	Pureté
NaOH	40 g/mol	99%

III.2. Méthodes de préparation**III.2.1. Méthode de préparation de la fibre**

Lors de préparation de notre composite, on utilise les coquilles de noix sous forme de poudre comme une charge inerte ainsi que charge renforçant après le traitement chimique par hydroxyde de sodium.

Pour préparer cette poudre, nous avons dû effectuer plusieurs étapes de prétraitement (Broyage, Tamisage) sur les coquilles de noix afin d'obtenir une farine de bonne qualité.

- **Le broyage**

Nous avons broyé les coquilles de noix à l'aide d'un mortier et d'un moulin à café.

La figure ci-dessous représente les étapes du procédé de broyage.



Figure III.2: Les étapes de la préparation de poudre de coquille de noix.

- **Le tamisage**

Une fois la poudre obtenue, celle-ci a été passée à travers un tamis. Dans notre travail, le diamètre moyen des particules de poudre de coquilles de noix est de 250 μm .

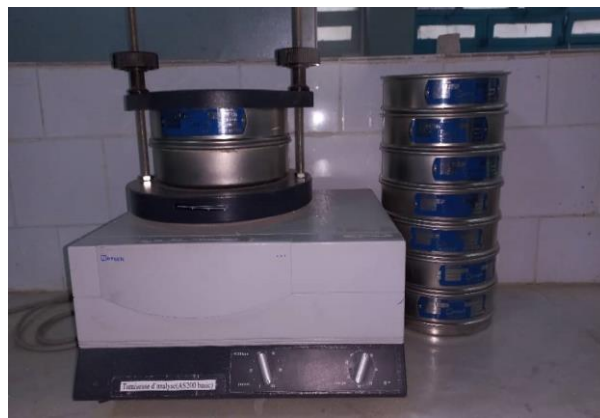


Figure III.3 : Opération de tamisage avec une tamiseuse (AS200 basic).



Figure III.4. Poudre coquille de noix à 250 μm .

III.2.2. Modification chimique des farines de noix par mercerisation

« La soude NaOH »

- Dans un récipient, on introduit 120g de la poudre de coquilles noix et on les immerge dans une solution de soude (NaOH à 4%).

- On laisse le mélange à l'air libre pendant 24h.
- À la fin de l'opération, on effectue une filtration suivie de plusieurs lavages avec de l'eau distillée.
- La fibre est ensuite placée dans une étuve à 60°C pendant 48h.

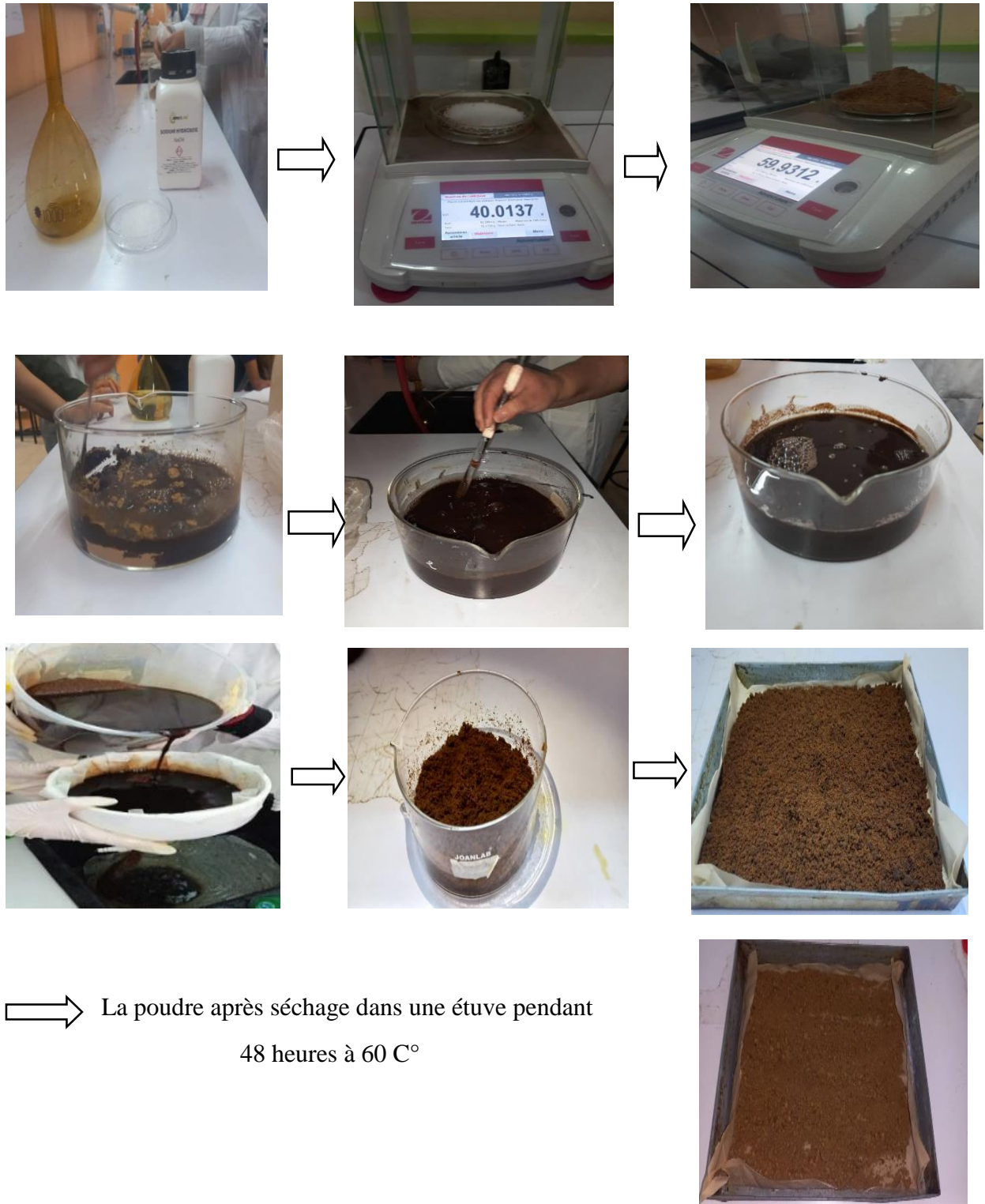


Figure III.5 : Modification chimique de la farine de noix par la soude NaOH.

III.3. Elaboration des composites PEHD/ Fibre De Noix

III.3.1. Préparation des composites PEHD/PCN

Pour cette étape, nous avons employé deux pourcentages massiques différents de la poudre coquille de noix (PCN), soit **20%** et **5%**, pour chacun des deux types (traité et non traité), puis nous les avons mélangés avec une masse de PEHD. Afin d'assurer une bonne homogénéisation entre composite, nous avons utilisé un malaxeur à deux cylindres.

Tableau III.3 : Composition des différentes formulations.

Formulations	Les pourcentages de compositions	
	PEHD	PCN
M0	100%	0%
M1	95%	5%
M2	80%	20%
M3	95%	5%
M4	80%	20%

III.3.2. Malaxage

Le processus de mélangeage de notre composite a été effectué à une température de **170°C** dans un malaxeur externe (Mélangeur à deux cylindres) « **Figure III.6** », en suivant les étapes suivantes :

- Le mélange de PEHD/PCN a été versé entre deux cylindres chauffés jusqu'à 170°C.
- Après un temps de **10 à 12** minutes, le mélange s'est fondu pour devenir une pâte.
- À intervalles réguliers, le mélange a été ramené entre les cylindres pour maintenir une consistance homogène, et une feuille de 1mm d'épaisseur s'est formée sur les cylindres. Cette feuille a été retirée à l'aide d'un cutter, puis elle a été refroidie à l'air libre.



Figure III.6 : Malaxeur de type (ROULEAUX DE LABORATOIRE BIQAP LAP.

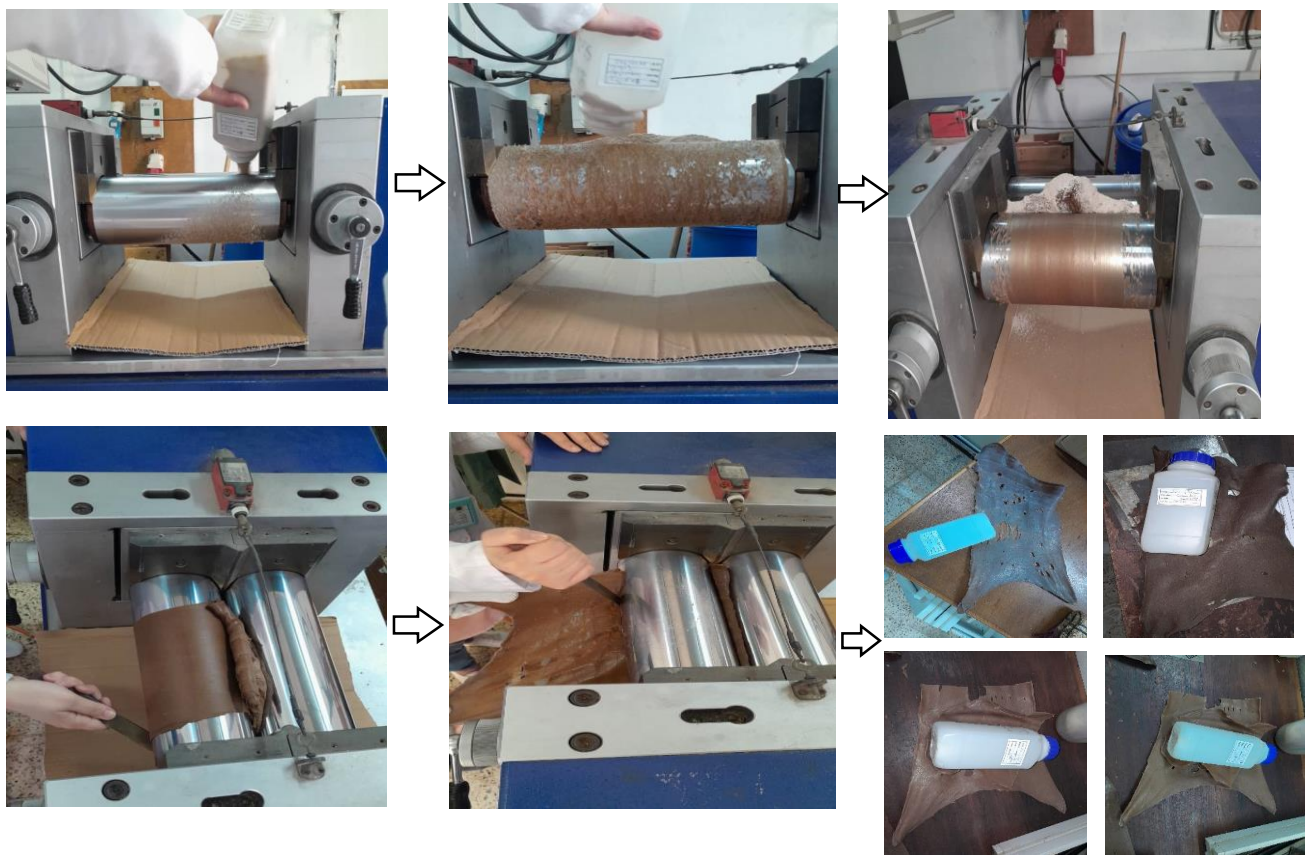


Figure III.7 : Opération de malaxage par un mélangeur à deux cylindres.

III.3.3. Moulage des composites « Moulage par thermocompression »

Cette méthode a été utilisée pour produire des plaques de 3 mm d'épaisseur à l'aide d'une presse hydraulique automatique de thermocompression à plateaux de marque IQAP LAP, PLA-30.

Elle fonctionne sous une presse de **100Kg/cm²** et une température égale à **177°C** et un temps (préchauffage : 10min, dégazage : 1min et compression : 7min). Ces plaques sont utilisées pour la préparation des éprouvettes qui sont destinées aux essais mécaniques (essai de traction et dureté), rhéologique (indice de fluidité) et physique (densité à 23 °C).

On mesure une masse de 66g d'échantillon pour le moule de (210 x 210 x 3) mm³. Après avoir atteint la température requise, le moule est placé dans la presse « Figure III.9 ».



Figure. III.8: Presse hydraulique (ASTM D4703)

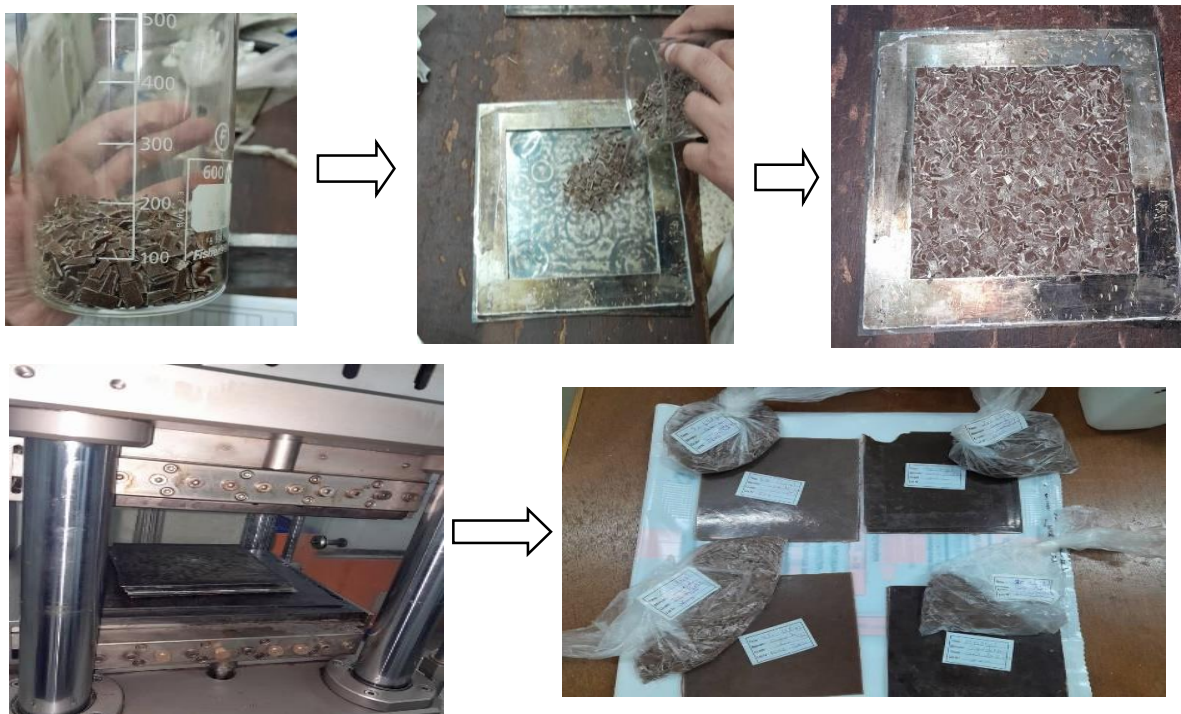


Figure III.9 : Opération de la méthode de thermocompression par la presse hydraulique.

III.3.4. Préparation des éprouvettes normalisée

Des éprouvettes conformes à des critères et des normes précises en termes de dimensions et de forme sont nécessaires pour effectuer divers tests. Pour cela, les plaques préparées par thermocompression sont découpées à l'aide d'une poinçonneuse de marque CEAST type 6053 (presse pneumatique à découper) au niveau du laboratoire de génie de procédés à l'université Ferhat ABAAS-Sétif-1- (Figure II.9).



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



Figure III. 11. Les éprouvettes normalisées préparées sous forme d'haltères par la découpeuse.

III.4. Techniques de Caractérisation

III.4.1. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier

La spectroscopie infrarouge est une technique d'analyse qui utilise la région infrarouge du spectre électromagnétique pour étudier les vibrations moléculaires des échantillons. Cette technique est utilisée dans de nombreux domaines scientifiques, notamment en chimie, en biologie, en physique et en sciences des matériaux.

Le principe de base de la spectroscopie infrarouge est d'envoyer un faisceau de lumière infrarouge à travers un échantillon, et de mesurer la quantité de lumière absorbée à des

fréquences spécifiques. Les molécules dans l'échantillon absorbent la lumière infrarouge à des fréquences qui sont déterminées par les vibrations moléculaires. En mesurant la quantité de lumière absorbée à différentes fréquences, on peut déterminer les types de liaisons chimiques présentes dans l'échantillon, ainsi que sa composition moléculaire.

Il existe deux types de spectroscopie infrarouge : la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) et la spectroscopie infrarouge à dispersion. La FTIR est la technique la plus couramment utilisée, car elle est plus rapide, plus précise et plus sensible que la spectroscopie infrarouge à dispersion. [47]

L'analyse des fibres non traitées et traitées par mercerisation est faite par l'appareil Perkin-Elmer Spectrophotomètre FTIR-ATR au niveau du laboratoire de génie de procédés à l'université Ferhat ABAAS-SETIF 1 « Figure III.12 ».



Figure III.12. Spectrophotomètre Perkin-Elmer (FTIR-ATR)

III.4.2. Indice de fluidité (MFI)

L'indice de fluidité (Melt Flow Index ou MFI en anglais) est une mesure de la viscosité d'un polymère thermoplastique lorsqu'il est fondu. Il est souvent utilisé pour caractériser la qualité des résines thermoplastiques dans l'industrie de la plasturgie. Il peut indiquer la présence de contaminants ou de défauts dans la résine, par exemple les résines avec un IF plus élevé ont tendance à avoir une meilleure qualité et une meilleure uniformité que celles avec un IF plus faible. [48]

Le mélange PEHD/PCN est extrudé à travers une filière de diamètre **2.09 mm** et de longueur de 8 mm à la température de **190 °C** avec une charge spécifique de **2.16 Kg**. Cet essai a été réalisé suivant la norme **ASTM D-1238** à l'aide d'un fluidimètre mi.2.2 de la marque GÖTTFERT « figure III.13 ».



Figure III.13: Appareillage de mesure du Melt Flow Index.

1. Préparation de l'échantillon : Un échantillon représentatif du polymère est préparé en le coupant en petits morceaux ou en le granulant, selon les recommandations spécifiques du matériau.
2. Préchauffage de l'appareil : L'appareil de mesure du Melt Flow Index est préchauffé à une température appropriée en fonction du polymère testé. Cette température est généralement indiquée dans les spécifications du matériau.
3. Chargement de l'échantillon : L'échantillon préparé est placé dans un cylindre chauffé de l'appareil de mesure. La quantité d'échantillon utilisée est généralement spécifiée dans la norme ASTM D-1238, mais elle est généralement comprise entre 3 et 10 grammes.
4. Application de la charge : Une masse spécifique est appliquée sur l'échantillon fondu à l'aide d'un piston ou d'un piston-die. La charge standard est de 2,16 kg (ou 5 kg pour les polymères à faible fluidité).
5. Mesure de l'écoulement : L'échantillon fondu est laissé s'écouler à travers un orifice calibré pendant une durée spécifiée. Le débit de matériau qui passe à travers l'orifice est mesuré en grammes par dix minutes. Cela permet de déterminer le Melt Flow Index, qui est l'indice de fluidité du matériau.

La relation ci-dessous nous représente le calcul de l'indice de fluidité :

$$IF = \frac{600.m}{t}(\text{g}/10\text{min}) \dots\dots\dots (1)$$

IF: Indices de fluidité.

m : masse moyenne de l'extrudât en gramme.

t : l'intervalle de temps entre deux coupes d'extrudât.

III.4.3. La densité :

La densité des polymères est une propriété physique importante qui peut varier en fonction de la composition chimique du polymère et des conditions de fabrication. La densité est généralement définie comme la masse volumique du polymère, c'est-à-dire la masse du matériau par unité de volume. [47]

Dans notre étude la densité à 23° est mesurée par la technique de la colonne à gradient de densité. (Cette colonne est constituée d'un mélange de deux liquides miscibles : eau et éthanol, de composition variable de haut en bas de la colonne) à l'aide d'un équipement de marque CEAST de type 6001 selon la norme ASTM D-1505.

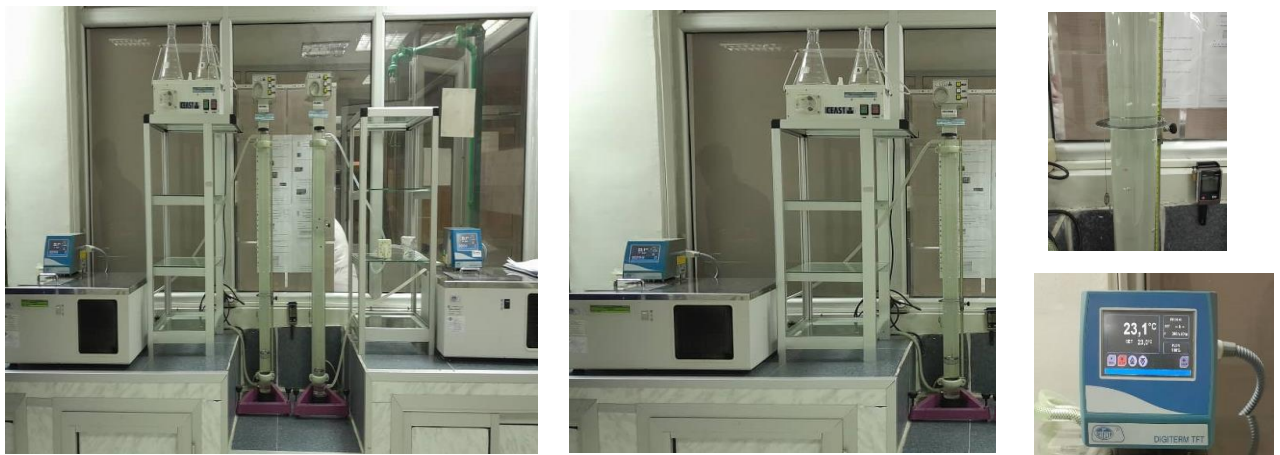


Figure III.14 : Appareillage de la densité à 23°C.

▪ Protocole expérimental :

- Prendre petite morceau de chaque échantillon qui il va analyser (ils peuvent être coupés sous n'importe quelle forme et doivent avoir des dimensions qui permettent d'avoir la position la plus précise, il faut prendre soin découper les échantillons à partir du centre de gravité d'un cercle rempli avec une épaisseur de 2mm qui est déjà moulé à l'aide d'une presse hydraulique)

- Les échantillons ainsi rincés par l'isopropanol sont introduits dans la colonne, le repérage de leurs hauteurs nous permette de déterminer les valeurs de la densité moyenne sur trois essais.
- Un fichier Excel est installé sur le PC pour faire les calculs de la densité suivant la formule :

$$\text{Densité à } 23^{\circ}\text{C} = (Y/Z) * (B-A) + A \dots\dots\dots (2)$$

Avec :

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

Z : distance entre les deux flotteurs

A : densité du 1er flotteur supérieur

B : densité de 2eme flotteur inferieur

III.4.4. La dureté SHORE D

La dureté Shore D est une méthode de mesure de la dureté utilisée principalement pour les matériaux durs ou rigides tels que les plastiques, les élastomères, les caoutchoucs et les polymères thermodurcissables. Elle est également utilisée pour certains matériaux composites et céramiques, elle est normalement déterminée selon des méthodes légèrement modifiées initialement employées dans les essais des métaux, les normes applicables étant les normes **ASTM D 785-51** et **ASTM D-2240**.

Le principe de cet essai est la mesure de l'entaille provoquée par l'application d'une bille en acier ou d'un cône en diamant sous une charge standard. Le cadran du d'uromètre est gradué en degré SHORE de **0** à **100**, de mou à dur.

Dans notre cas (cas du PEHD), on a travaillé par la norme **ASTM D- 2240**.

- **Protocole expérimental :**

Selon la norme **ASTM D-2240** les échantillons en plaque de **3-2 mm** d'épaisseur sont préparés à l'aide de la presse, puis placer sous l'aiguille. En agissant sur le bras du levier jusqu'à pénétration de l'aiguille on peut lire la valeur indiquée par celle-ci. Trois essais sont réalisés en différents points, puis la moyenne est calculée.

La valeur de la dureté n'est lue qu'après la stabilisation de l'aiguille, trois mesures ont été effectuées sur chaque échantillon dans des points distants d'environ **3 mm** les uns des au « Figure III.15 » **Appareillage** de mesure de la dureté **Shore D**. très et environ 12 mm des bordures de l'échantillon. Les résultats sont exprimés par la moyenne des trois valeurs d'essais.



Figure III.15 : Appareillage de mesure de la dureté Shore D.

III.4.5. Essai de traction

Un essai de traction est généralement utilisé pour mesurer la résistance d'un matériau à la traction, c'est-à-dire sa capacité à résister à une force qui tend à le séparer ou l'étirer.

L'essai de traction permet de mesurer plusieurs paramètres et propriétés d'un matériau. Voici les principales mesures que l'on peut obtenir à partir de cet essai :

Résistance à la traction : L'essai de traction permet de mesurer la résistance maximale d'un matériau à une force de traction appliquée. Cette valeur est généralement exprimée en mégapascals (MPa) ou en newtons par mètre carré (N/m²).

Limite d'élasticité : C'est la contrainte maximale que le matériau peut supporter tout en restant élastique, c'est-à-dire en pouvant retrouver sa forme et sa taille d'origine après la suppression de la force de traction.

Allongement à la rupture : C'est le pourcentage d'augmentation de la longueur initiale du matériau au moment de la rupture.

Module d'élasticité ou module de Young : Il mesure la rigidité ou la raideur d'un matériau. Le module d'élasticité correspond à la pente de la partie linéaire de la courbe contrainte-déformation obtenue lors de l'essai de traction. Il est exprimé en pascals (Pa) ou en giga pascals (GPa).

Résilience : C'est la capacité d'un matériau à absorber de l'énergie lors de la déformation élastique et à libérer lors du retour à sa forme d'origine. Elle est généralement calculée à partir de l'aire sous la courbe contrainte-déformation.

Ductilité : C'est la capacité d'un matériau à se déformer plastiquement avant de se rompre. Elle est généralement évaluée en mesurant le pourcentage de réduction de la section transversale du matériau lors de la rupture.

Résistance au fluage : Il s'agit de la résistance d'un matériau à une déformation permanente sous une contrainte constante appliquée pendant une longue période. Cette propriété est importante pour les matériaux soumis à des charges constantes sur de longues périodes, tels que les structures à température élevée.

Ces mesures fournissent des informations cruciales sur les performances mécaniques d'un matériau, qui sont utilisées dans la conception, l'ingénierie et la sélection des matériaux pour diverses applications. [48]

L'essai est réalisé conformément à la norme **ISO 7500-1** en utilisant une machine de type **CALIBRATED 112.5 KN.H** contrôlée par un logiciel appelé test **GmbH**. Les propriétés de traction sont évaluées à partir des courbes de **contrainte-déformation**.

Le processus commence par la mise en marche de l'équipement, suivi de la vérification de tous les paramètres nécessaires via le logiciel. Une éprouvette de type 2 est ensuite placée entre les deux mors, l'un étant fixe et relié à un capteur de force, tandis que l'autre est mobile et relié à un système d'étirement, soumis à une force de traction.

Cet essai permet de déterminer la ductilité des matériaux, qui représente leur capacité à se déformer plastiquement sans se rompre. Elle est caractérisée par un paramètre appelé l'allongement en pourcentage **A%** (plus A% est élevé, plus le matériau ductile est) [49] :

- a. **Si $A\% > 5\%$, les matériaux sont considérés comme ductiles.**
- b. **Si $A\% < 5\%$, les matériaux sont considérés comme fragiles ou "cassants"**

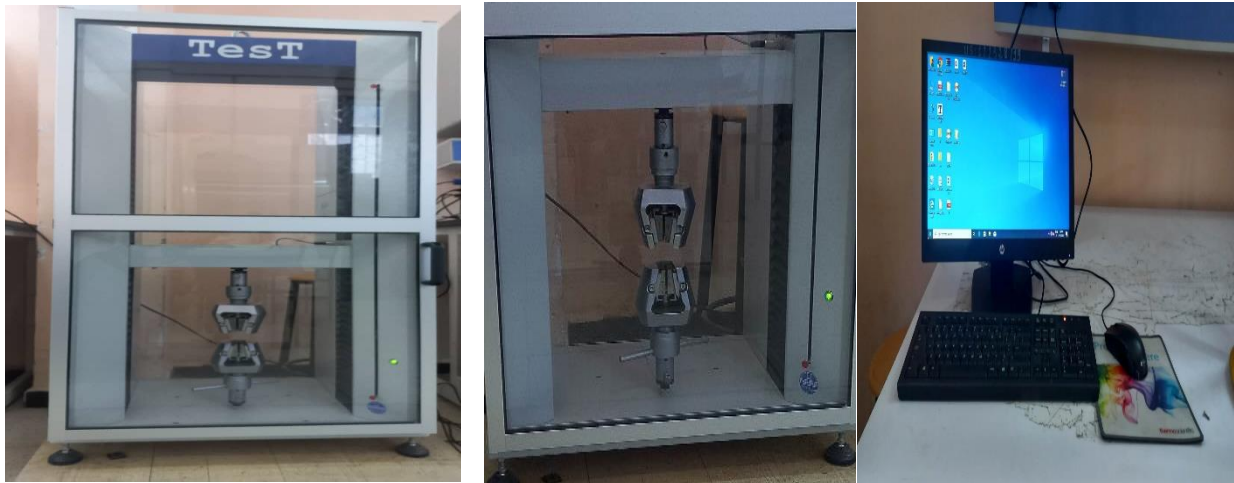


Figure III.16 : Machine de traction type Test Kallibrierlabor modèle 918239.



Figure III.17 : Représente les mâchoires utilisées au cours de l'essai de traction.

Chapitre IV:

« Résultats et discussions »

Chapitre IV : Résultats et discussions

IV.1. Caractérisation par spectroscopie infrarouge à Transformée de fourrier

La caractérisation spectrale dans l'infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est importante, elle permet de prédire les différents phénomènes qui se produisent, l'analyse par Infrarouge (IR) est basée sur l'excitation des liaisons moléculaires d'un échantillon par des radiations infrarouges de fréquences comprises entre **4000 et 500 cm^{-1}**

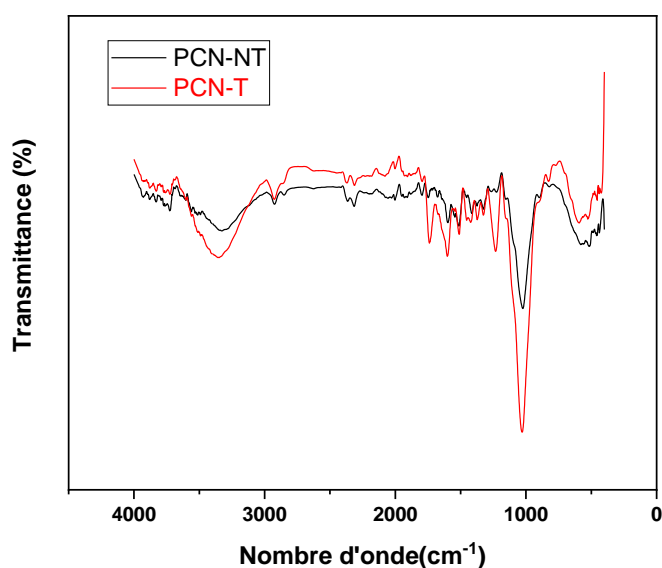


Figure.IV.1 ; Représente le spectre infrarouge de **PEHD/PCN** modifié par **NaOH**

D'après le spectre infrarouge de la charge traité et non traité on remarque une augmentation de l'intensité du pic d'absorption de la liaison **O-H** (groupe hydroxyle) situé autour de **3200-3600 cm^{-1}** .

Une diminution de l'intensité du pic d'absorption de la liaison **C=O** (groupe carbonyle) est observée autour de **1650-1750 cm^{-1}** .

L'apparition de nouveaux pics d'absorption dans la région basse fréquence (**500-1500 cm^{-1}**) correspondant à des vibrations spécifiques des liaisons chimiques formées après le traitement avec l'hydroxyde de sodium.

Une Augmentation A **1100 cm^{-1}** correspond à la vibration d'élongation des liaisons **C-O-C** dans les liaisons 1,4-glycosidiques des unités de d-glucose dans la cellulose, qui ont été interprétées comme typiques d'une structure de cellulose.

IV.2. Propriétés Rhéologiques

IV.2.1. L'indice de fluidité

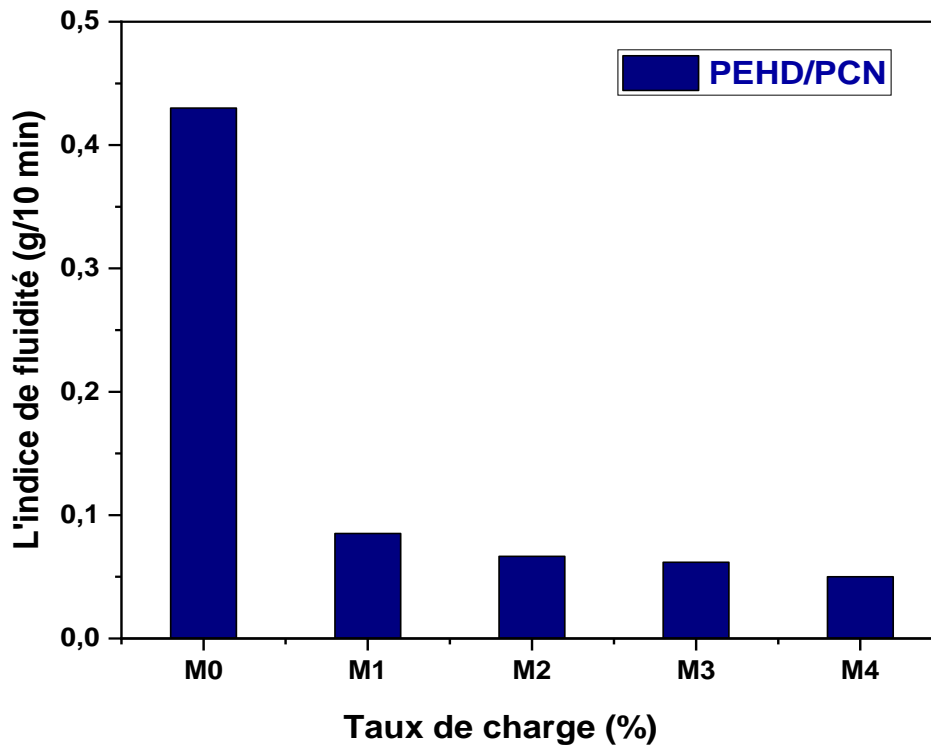


Figure.IV.2 : Représente La variation de l'indice de fluidité en fonction de taux de charge PCN traité et non traité.

À partir de cette figure et ses résultats, on remarque que l'indice de fluidité diminue lorsque la concentration de la charge augmente. Ceci attribué à l'augmentation de la viscosité due à l'augmentation de la masse de mélange.

Concernant l'effet de traitement chimique de la charge par « **NaOH** », on remarque aussi que les valeurs de l'indice de fluidité des mélanges à base de la charge traitée sont inférieure à celles des mélanges à base des charges non traité, ceci peut être attribuer à l'augmentation des interactions inter-faciale entre **Matrice-Charge** dans les échantillons traités. Ces interactions sont faibles et limitent ainsi les mouvements libres des chaines en empêchant l'écoulement du composées, le comportement des échantillons non traités est inverse, interaction forte ce qui traduit les valeurs élevées

IV.3. Propriétés physiques

IV.3.1. La Densité

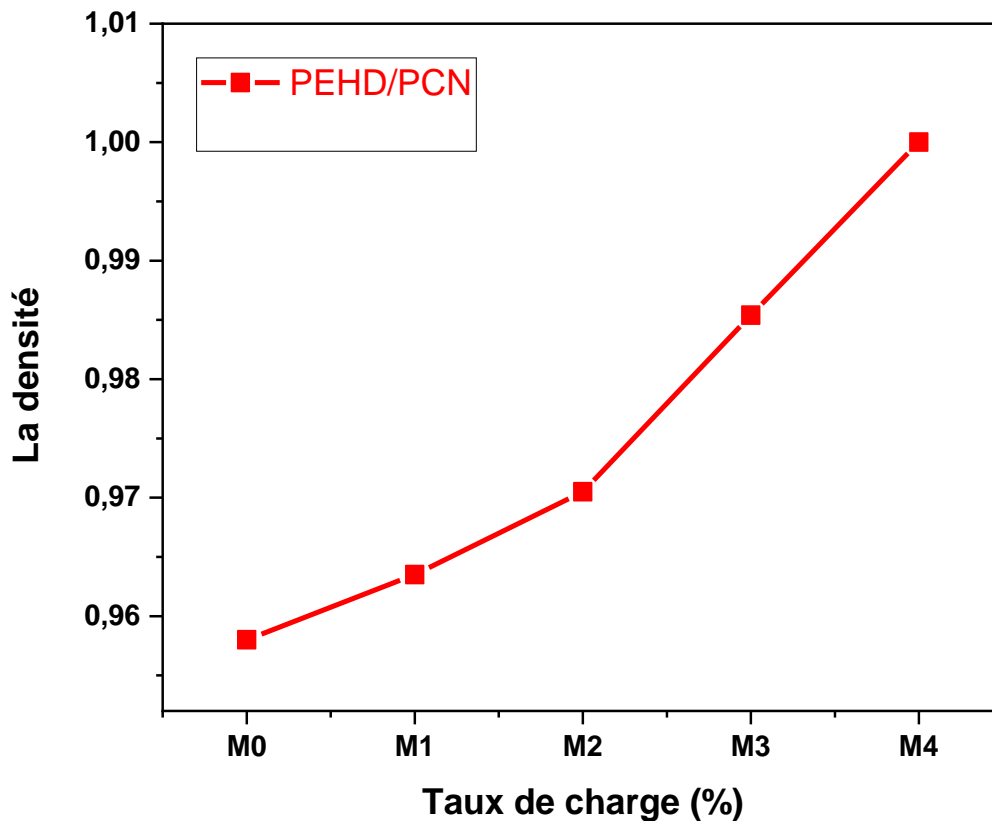


Figure IV.3 : Variation de la densité en fonction de taux de charge traité et non traité.

D'après cette figure, on observe que la densité des différents composites à base de la charge traité et non traité augmente presque d'une façon progressive au cours de l'incorporation de charge.

L'effet de la charge traitée par **NaOH** sur la densité d'un composite à base de **PEHD/Charge végétale** peut être observé à partir de l'analyse de densité réalisée. Lorsque la charge utilisée est traitée chimiquement, cela peut entraîner des modifications dans les propriétés quel que soit physique ou mécanique, ainsi que dans son interaction avec la matrice du composite.

Dans notre cas, le traitement chimique peut entraîner une augmentation de la densité de la charge. Cela peut être dû à l'incorporation de substances chimiques (groupements fonctionnels « **OH** ») dans la charge, ce qui peut augmenter sa masse volumique. Cependant, il est important de noter que l'effet du traitement chimique sur la densité du composite dépend de nombreux

facteurs, tels que la **nature de la charge**, la **composition de la matrice**, le **type de traitement chimique** utilisé, etc. et ainsi modifie la résistance du composite élaboré.

IV.4. Propriétés mécaniques

IV.4.1. La dureté

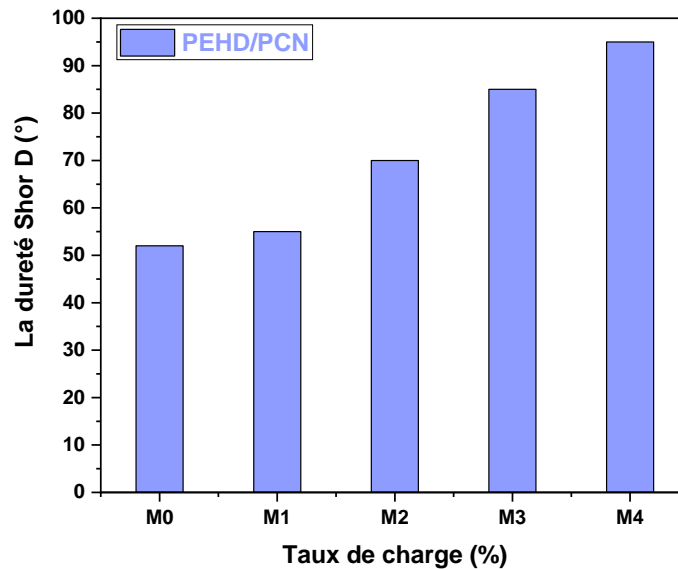


Figure IV.4 : Variation de la dureté en fonction de taux de charge traité et non traité.

D'après cette Figure, on note que la dureté des différents composites à base de la charge traitée et non traitée augmente progressivement au cours de l'incorporation de type de la charge.

L'effet de cette charge sur la dureté d'un composite dépend de plusieurs facteurs, tels que la **nature des matériaux** constitutifs du composite, la **méthode de traitement** de la charge et les **conditions de test** utilisées pour mesurer la dureté.

Dans notre composite, la charge fait référence aux particules ou aux fibres dispersées dans la matrice polymérique. Le traitement de la charge peut inclure des étapes telles que : la modification de surface des particules, le traitement thermique, le revêtement, etc. Ces traitements peuvent améliorer l'**adhérence** des matériaux (matrice- charge) ainsi que l'interaction inter-faciale entre les deux, ce qui peut avoir un impact sur la dureté de notre composite à base de **PEHD/PCN**.

D'une façon générale, l'ajout de charges traitées peut **renforcer** le composite et augmenter sa dureté. Les charges traitées peuvent améliorer l'inter-faciale entre la matrice et la charge, ce qui augmente la résistance mécanique globale du composite. Par conséquent, la dureté du

composite sera généralement plus élevée avec des charges traitées par rapport à des charges non traitées. Ces valeurs sont plus importantes avec l'augmentation de la quantité de la charge végétale, la modification chimique fait aussi croître la dureté de composites élaborés, ce qui rend le composite plus dur en lui conférant des propriétés de rigidité plus grande et cassante.

IV.4.2. L'essai de traction

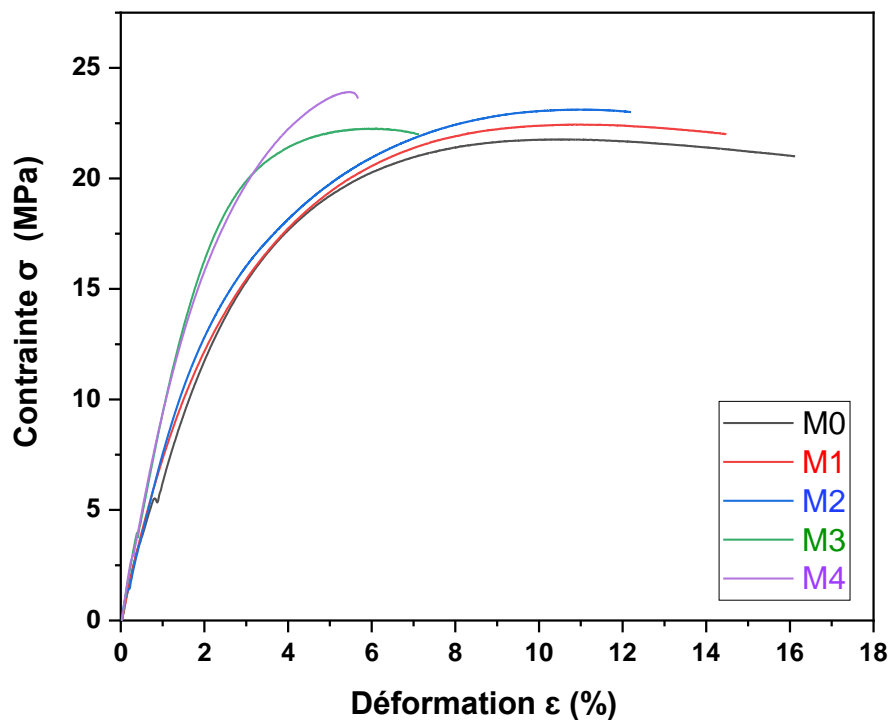


Figure IV.5 : Variation de la contrainte en fonction de déformation de la charge traitée et non traitée

Selon ses résultats on remarque que lorsque la concentration de la charge augmente ; la contrainte à la rupture augmente, le module d'élasticité augmente et la déformation à la rupture diminue. Généralement l'effet du traitement de la charge sur les propriétés de traction d'un matériau composite dépend de plusieurs facteurs, notamment du type de matériau composite, du traitement de la charge et des conditions d'essai.

Dans notre matériau composite, **la charge traitée de PCN** fait référence à la phase de renforcement qui est incorporée dans une matrice à base de **PEHD**. En général, le traitement chimique de la charge vise à améliorer l'adhérence et l'interaction entre la charge et la matrice.

Cela permet de réduire les défauts dans la charge et de renforcer les propriétés mécaniques du matériau composite.

Les propriétés de traction de notre matériau composite, telles que la résistance à la traction, le module d'élasticité, la déformation à la rupture et la ténacité, affectées par le traitement chimique de la charge par **NaOH**, et on peut présenter ces effets comme suite :

L'utilisation de notre traitement à base de **PCN** permet d'augmenter de manière appropriée l'adhérence entre la charge et la matrice, ce qui permet de transférer plus efficacement les contraintes de traction de la matrice à la charge. Cela peut conduire à une meilleure résistance à la traction du matériau composite.

Il est également observé que notre traitement chimique renforce les propriétés mécaniques de la charge elle-même, ce qui peut à son tour améliorer les propriétés de traction du matériau composite. Cependant, il convient de noter que l'effet du traitement de la charge peut être spécifique au matériau composite et au type de traitement utilisé. Il est important de prendre en compte d'autres facteurs tels que la qualité de la matrice, la conception du composite et les conditions d'essai lors de l'évaluation des propriétés de traction d'un matériau composite.

IV.5. Caractérisation mécanique

IV.5.1. Evolution de la contrainte à la traction

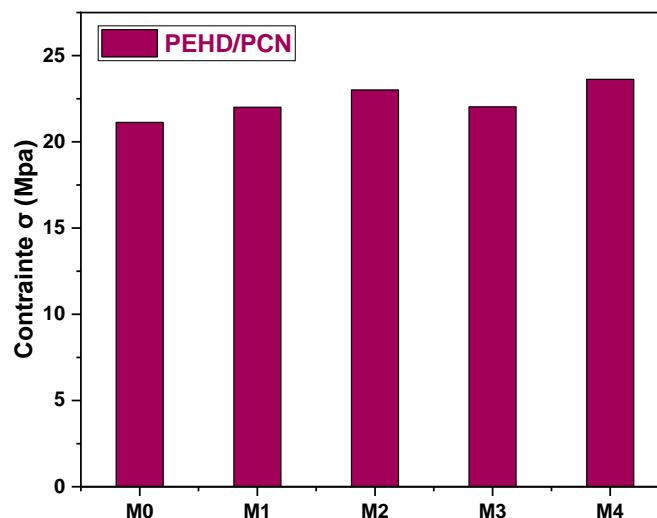


Figure IV.6 : Variation de la contrainte en fonction de la charge traitée et non traité

IV.5.2. Evolution de module d'Young

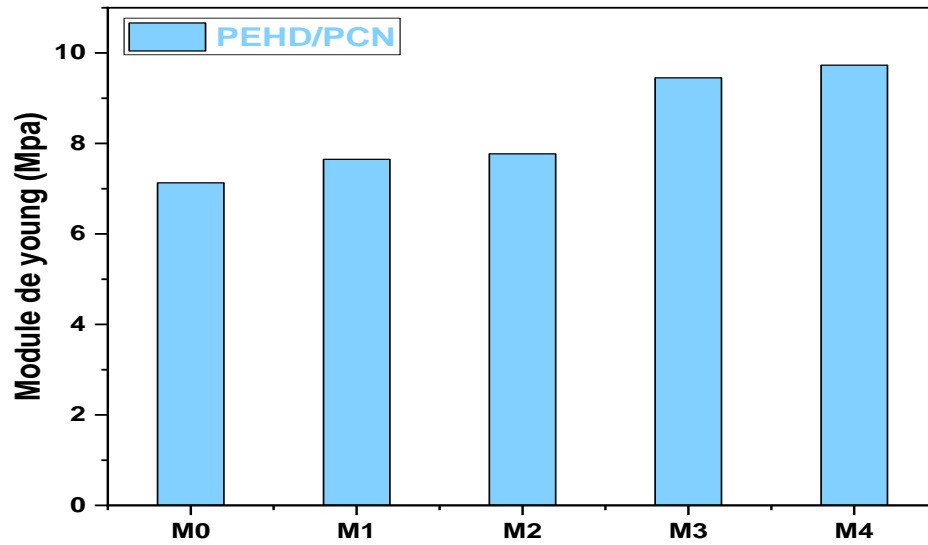


Figure IV.7: Variation de Module de Young en fonction de la charge traitée et non traité

IV.5.3. Evolution de la déformation à la rupture

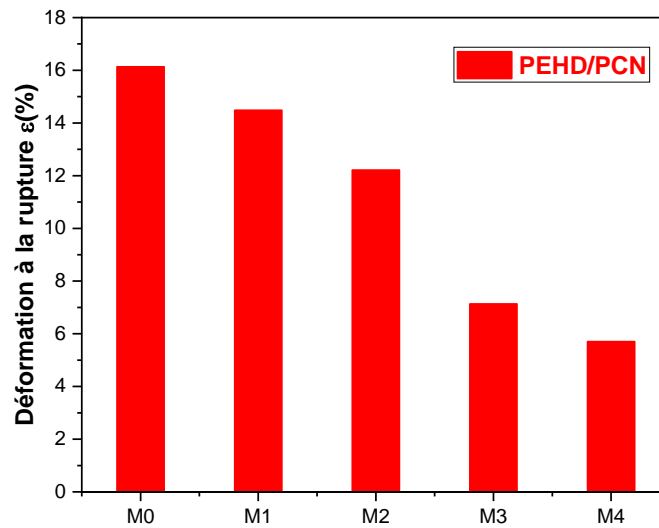


Figure IV.8 : Représente la Variation d'élongation à la rupture en fonction de la charge traitée et non traité.

D'après la **Figure IV.6**, **Figure IV.7**, **Figure IV.8**, Ces histogrammes représentent la variation de la Contrainte ; Module d'élasticité, et la déformation à la rupture en fonction de la charge traitée et non traité, respectivement. On remarque qu'il y a une différence des propriétés mécaniques. Cette différence est due essentiellement au fait que les formulations **M3**, **M4** à base de **PCN-T**, étant une charge renforçant, a développé des interactions fortes avec la matrice polymérique à base de **PEHD** et a exhibé une meilleure résistance mécanique. Par contre les formulations **M1**, **M2** à base de la charge **PCN** non traitée n'ont pas trop affecté sur les propriétés mécaniques. Ceci démontre que la charge **PCN-Traité** a eu un effet plus renforçant que la charge de **PCN-non Traité** supposée améliorer l'interaction avec la matrice **PEHD** et fournir un certain pouvoir renforçant. L'augmentation des valeurs montre une meilleure adhésion entre fibre/matrice due à une bonne dispersion de la fibre dans la matrice Entre la partie hydrophobe et la partie hydrophile avec la surface de la fibre.

Conclusion générale et recommandation

Conclusion générale et Analyses supplémentaires

L'objectif de cette étude c'est d'élaborer et de caractériser un bio-composite Polyéthylène haute densité (PEHD)/Fibre de Coque de noix (PCN) en utilisant des procédés de transformation classiques tels que le moulage par compression. Le composite obtenu représente une matrice de polyéthylène haute densité avec des concentrations de fibres de Coque de noix allant de **5** à **20 %** en poids.

Ce travail est réparti en plusieurs parties essentielles :

- Elaboration de la charge coquille de noix
- Une partie la réalisation d'un traitement chimique dans une solution de NaOH pendant 48h
- Préparation des échantillons (**PEHD-PCN**) dans un malaxeur.
- Mise en forme des éprouvettes de chaque essai est faite par presse
- Caractérisation des échantillons (**PEHD-PCN**) est effectuée par les tests : Rhéologique physique, mécaniques, ainsi qu'une analyse chimique par spectroscopie infrarouge

Les résultats de tous les tests sont effectués au sein des laboratoires :

- « Du complexe **CP2K** »
- « L'université de 20 Août 1955 Skikda »
- « L'université de Ferhat Abbas Sétif 1 »

Les résultats obtenus ont permis de dégager les constatations suivantes :

- Le comportement rhéologique de nos composites obtenues sont évalués principalement par l'indice de fluidité (Melt Flow Index : **MFI**). En effet, une Diminution légère de cet indice est observée pour les formulations entre **5** et **20%**. Lorsque la concentration de la charge (coque de noix) augmente dans le matériau composite PEHD/Coque de Noix avec le traitement chimique par hydroxyde de sodium(NAOH), l'indice de fluidité diminue en raison de l'augmentation de la viscosité causée par l'augmentation du nombre des sites qui gêne les mouvements des molécules de la matrice et plus grande masse de mélangeage nécessite plus de force pour déformer ou faire couler le matériau.
- Le comportement physique de nos composites : lors de l'incorporation de la charge traitée et non traitée **5** et **20%**, la densité des différents composites augmente de manière

Conclusion générale et Analyses supplémentaires

progressive. Il convient de noter que cette augmentation peut dépendre des conditions spécifiques du traitement chimique, des composants utilisés et de la nature du matériau composite.

- Le comportement mécanique de nos composites (**PEHD-PCN**) sont meilleures pour les taux de charges entre **5** et **20%**. Et il montre qu'avec l'augmentation du taux de la charge non traitée, l'allongement à la rupture diminue, alors que la contrainte et le module d'élasticité et la dureté Shore croient progressivement. Après modification chimique, les propriétés mécaniques enregistrent des améliorations.
- Les résultats de la spectroscopie IRTF de poudre de coque de noix traitée et non traitée, révèlent que la réaction de mercerisations a confirmé par l'augmentation des bandes d'absorption des groupements **-OH** située à **3200 cm⁻¹** et à **1100 cm⁻¹** correspondant au groupement **C-O-C** de la lignine respectivement. L'accroissement des bandes d'absorption à **1650-1750 cm⁻¹** ce qui induit les liaisons **C=O** et ceux d'acétyle des hémicelluloses Pour la poudre de la noix traitée par hydroxyde de sodium.

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

- Observations de l'état de dispersion de la charge par microscopies optique et électronique.
- Augmenter le nombre de test effectué pour chaque paramètre pour plus de fiabilité des résultats.
- Faire des analyses approfondies à savoir : DSC, DRX, ATG pour mieux comprendre le comportement de la charge sur la matrice PEHD et voir la miscibilité et l'effet de la température
- D'étudier la possibilité de réaliser des traitements en changeant le NaOH par un autre produit comme exemple l'acétylène et les silanes, les acides acryliques et méthacrylates, peroxyde de benzoyle ou peroxyde de dicumyle, l'isocyanate...

Références Bibliographiques

Référence bibliographique

[1] : O. ZAROURI mémoire de master « Traitements de la charge et analyse des problèmes associés à l'hydrogène au niveau de l'unité CP2K »,2017.

[2]:<https://www.chauffage-industriel.fr/utilisations-et-avantages-du-polyethylene-pehd/> online 18/02/2023.

[3] : M elle AMAZOUZ Leila, mémoire de licence « Etude comparative des propriétés de deux polymères (PEHD et PEBD) et de leur mélange », université Akil Mohand Oulhadj-bouira,2017-2018.

[4] : <https://chat.openai.com/> actualisé le 18/02/2023.

[5] : GRIRA ZINEB et GRICHI AMIRA, mémoire de master « Elaboration et caractérisation des composites à matrice polyéthylène renforcés par des fibres de noix » Université Mohamed Khider de Biskra, 2022

[6] : OU, GHRIB, Elaboration et caractérisation des composites de polyéthylène/fibres de Liège, Mémoire de master, Université Mohamed Khider, Biskra, 2021.

[7] : <https://chat.openai.com/> Actualisé le 19/02/2023

[8] : KHELIF RABIA mémoire de master « Etude des mécanismes de rupture du polyéthylène », université ANNABA2018/2019

[9] : <https://tome.app/> Actualisé le 19/02/2023

[10]: <https://chat.openai.com/> Actualisé le 20/02/2023

[11] : <https://tome.app/> Actualisé le 20/02/2023

[12] : <https://chat.openai.com/> Actualisé le 21/02/2023

[13] :S, Berlioze, « Etude de l'estérification de la cellulose par une synthèse sans solvant. Application aux matériaux nano composites », thèse doctorat de l'université JOSEPH FOURIER, Sciences des Polymères, 2008

[14]: F.Z. Arrakhiz et al, "Mechanical and thermal properties of natural fibers reinforced polymer composites": Doum/low density polyethylene, Materials and Design, Vol. 43,2013, pp. 200–205

[15]: RM. Rowell, Han JS, Rowell JS, Natur. Polym. Biobas, Compos. (2000) ; p.115–135

Référence bibliographique

- [16] : Pascal Boustingorry, Elaboration d'un matériau composite à matrice gypse et renfort bois fragmenté - Amélioration de la résistance au visage de produits préfabriqués en gypse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne, 2002.
- [17] : F.G. Rodrigues, M.D. Santos, C.S. Meireles, R.M. Nascimento de Assunção, D.A, Cerqueira, H.S. Barud, J.L. Ribeiro Sidney, Y. Messadeq, Synthesis and characterization of cellulose acetate produced from recycled newspaper, Carbohydrate Polymers, 2008 ; 73 :74–82.
- [18] :S. Thiebaud, Thèse Doctorat, valorisation chimique de composés lignocellulosiques : obtention de nouveaux matériaux, Toulouse, 1995.
- [19] : <https://chat.openai.com/> Actualisé le 23/02/2023
- [20] : J. LUYCKX, "Fibres de carbone," Techniques de l'Ingénieur, vol. A2210.
- [21] : R. Harrache « élaboration et caractérisations des composites à matrice polymère et à renforts végétal et nanométrique lamellaire » Mémoire Magister, Université Ferhat Abbas Sétif-1- 2015
- [22]: <https://www.bio-powder.com/fr/coque-de-noix> online 25/02/2023
- [23] : <https://tome.app/> 25/02/2023
- [24]: <https://www.dreamstime.com/photos-images/chemical-structure-shell-walnut.html>, online 26/02/2023
- [25]: M. Rokbi, H. Osmani, A. Imad; «Effect of chemical treatment on flexure properties of natural fiber reinforced polyester composite»; Procedia Eng, 10: 2092–2097 (2011).
- [26] : S. GASMI, Ch. BELGUENDOUZ, « Elaboration et caractérisation d'un matériau composite renforcé par les fibres de paille de blé, Thèse de Master », UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA 2019
- [27] : Berthelot, « Mécanique des matériaux et structures composites », imprimé en France par Jean Marie Berthelot. Les clousures, Chemin des Horst 05290 Vallouise, Septembre 2013
- [28] : Mme IHEMOUCHENE Chadia, « Effet du traitement de surface sur les propriétés Physico-mécaniques et thermiques des composites polyéthylène haute densité/Farine de grignon d'olive », Thèse de Magister, Université de ABDERRAHMANE MIRA BEJAIA 2009.

Référence bibliographique

- [29] : Aribi.C, « Étude comparative du comportement des différents matériaux composites (Différentes matrices) ». Mémoire de magister, Université de M'hamed Bouguera, Boumerdès. Algérie
- [30]: Ruya Isam Bakr Albaker, Suheyra Kocaman, Mustafa Esen Marti, Gulnare Ahmetli1, Application of various carboxylic acids modified walnut shell waste as natural filler for epoxy-based composites, J Appl PolymSci. 2021;138: e50770.
- [31]: <https://chat.openai.com/?model=text-davinci-002-render-sha> 03/03/2023
- [32] : T, SURINI, Analyse Dynamique de la Biodégradation du Bois et de Composites à Base de
- [33] : <https://news.europeanflax.com> 05/03/2023
- [34] : M. A et N.H « Elaboration et caractérisations des composites à matrice thermodurcissable » Thèse de master renforcée par des fibres naturelles, Université BEJAIA 2022
- [35]: Regiani, A.M., Frollini, E., Marson G, A., El Seoud, O. A. Second International Symposium on Natural Polymers and composites,1998, p :235_239
- [36] : K.E. Borchani, « Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'Alfa », Thèse de doctorat, Université de Sfax École Nationale d'Ingénieurs de Sfax, 2016, p137
- [37] : F. DJAIDJA ; A. SADDOK ; « Etude et caractérisation de l'effet des traitements chimiques par NaOH sur la morphologie structurale des fibres végétales » 2022 p-27
- [38]: Mohanty, A., M. Misra, and L.T. Drzal, Surface modifications of natural fibers and performance of the resulting biocomposites: an overview. Composite interfaces, 2001. 8(5): p. 313-343.
- [39]: Agrawal, R., et al., Activation energy and crystallization kinetics of untreated and treated oil palm fiber reinforced phenol formaldehyde composites. Materials Science and Engineering: A, 2000. 277(1-2): p. 77-82.
- [40]: Jähn, A., et al., "Characterization of alkali treated flax fibres by means of FT Raman spectroscopy and environmental scanning electron microscopy". Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 2002. 58(10): p. 2271-2279

Référence bibliographique

- [41]: Ray, D., et al., "Effect of alkali treated jute fibres on composite properties. Bulletin of Materials Science", 2001. 24(2): p. 129-135.
- [42]: Mishra, S., et al., "Graft copolymerization of acrylonitrile on chemically modified sisal fibers. Macromolecular materials and engineering", 2001. 286(2): p. 107-113.
- [43] : <https://chat.openai.com/> actualisé le 09/04/2023
- [44] : H. ALIDRA et L. BELOUAHED, INFLUENCE DES ADDITIFS (NOIR DE CARBONE) SUR LA QUALITE DU POLYETHYLENE HAUTE DENSITE, Ecole IAP-Boumerdes, promotion : 2015-2017, page 02-06.
- [45] : BERKOUS Radja et SOUFI Sofia, Elaboration et Caractérisation d'un Bio-composite à Base de PEHD Recyclé et de la Fibre de Lin, Université 8mai 1945 Guelma, juillet 2019, page 32-35.
- [46] : Activités Raffinage, Pétrochimie Division Exploitation Pétrochimie Complexe CP2K Skikda, Présentation CP2K. Avril 2021.
- [45] : <https://openai.com/> actualisé le 08/05/2022
- [48] : <https://openai.com/> actualisé le 15/06/2022
- [49] : Hanane Alidra Belaadi Ahmed, mémoire de master « Influence des additifs (noir de carbone) sur la qualité du polyéthylène haute densité », Ecole IAP-Boumerdes, 2015-2017

Les Annexes

Annexes

Tableau A.01 : Représente la Variation de l'indice de fluidité en fonction de taux de charge (PEHD/PCN)

Mélange	M0	M1	M2	M3	M4
Indice de fluidité (g/10min)	0.43	0.08517	0.6666	0.06179	0.052

Tableau A.02 : Représente la Variation de la densité en fonction de taux charge (PEHD/PCN)

Mélange	M0	M1	M2	M3	M4
Densité (g/cm³)	0.9580	0.9635	0.9705	0.9854	1

Annexes

Tableau A.03 : Représente la Variation de la dureté en fonction de taux de charge (PEHD/PCN)

Mélange	M0	M1	M2	M3	M4
Dureté (°)	52	55	70	85	95

Tableau A.04 : Représente la Variation de la contrainte à la rupture en fonction de taux de charge (PEHD/PCN)

Mélange	M0	M1	M2	M3	M4
Contrainte à la rupture	21.13	22.01	23.01	22.03	23.63

Annexes

Tableau A.05 : Représente la Variation de la Déformation à la rupture en fonction de taux de charge (PEHD/PCN)

Mélange	M0	M1	M2	M3	M4
Déformation à la rupture	16.13	14.48	12.21	7.13	5.7

Tableau A.06 : Représente la Variation de la déformation à la rupture en fonction de taux de charge (PEHD/PCN)

Mélange	M0	M1	M2	M3	M4
Module de Young	7.13	7.65	7.77	9.45	9.73