



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE



MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE DE 20 AOÛT 1955 SKIKDA

FACULTE DE TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT DE PETROCHIMIE ET GENIE DES PROCEDES

Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

Master

Filière : Industrie pétrochimique

Spécialité : Pétrochimie et Procédés polymères

**Elaboration et caractérisation d'un matériau à base
de Polyéthylène renforcé par argile de Skikda**

Soutenu le 30/06/2024

Réalisé par :

✚ Rouabah Rabah
✚ Zouache Salaheddine

Encadré par :

TABET Habiba

Année Universitaire 2023 - 2024

Remerciements

Tout d'abord, nous remercions "ALLAH », notre créateur de nous avoir donné la force, la volonté et le courage afin d'accomplir ce travail.

Nous tenons à exprimer nos remerciements et notre profonde reconnaissance à notre encadrante, Docteure TABET HABIBA, pour nous avoir confié ce sujet, pour sa patience, son dévouement, sa disponibilité, son soutien à notre projet, ses critiques constructives, ses précieux conseils, et toute l'aide technique, matérielle et morale.

Nous souhaitons également exprimer nos profonds remerciements aux professeurs du département de pétrochimie de l'université de Skikda.

Enfin nous remercions tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail, ainsi que tous ceux qui ont participé à notre formation.

Dédicace

Je dédie mon travail

A mes parents

*Zui m'ont encouragé à aller de l'avant et qui m'ont donné
tout leur amour pour réaliser mes études. Auxquels je dois
ce que je suis. Que dieu les protège.*

A ma grande sœur, A mon petit frère et

A mes meilleurs amis,

A notre Encadrante Tabet.

A tous ce qui ont aimé me voir aujourd'hui

Rabah Rouabah

Dédicace

Je dédie mon travail

A mes parents

*Tout d'abord, je tiens à remercier DIEU De m' avoir
donné la force et le courage De mener à bien ce modeste
travail.*

*Je dédie ce travail à mon cher père (Allah yarahmou) et
ma chère mère, que Dieu la protège, qui me doit tant. Et
ma chère famille et spécialement A mon frère, A Kamouli
et Boualem*

*A notre Encadrante Tabet. A tous mes amis sans
exception présents ou absents mais présents dans le cœur et
l'esprit.*

Zouache Salaheddine

Résumé

L'objet de ce travail est de préparer des nano composites à base de polyéthylène haute densité avec l'argile a différente taille. Les mélanges élaborés sont caractérisés suivant un protocole qui permettrai de comprendre et de déceler le phénomène selon la méthode de préparation ainsi les changements structuraux. Pour cela des caractérisations mécaniques et rhéologiques ont été utilisées afin de mieux comprendre l'efficacité de la taille. Ainsi que les techniques suivantes : densité et microscopique. D'après les résultats obtenus, les matériaux ayant une morphologie homogène avec une meilleure adhésion interfacial,

Les mots clés : traction/IF/taille /polyéthylène haute densité /argile.

ملخص

الهدف من هذا العمل هو إعداد مركبات نانوية من البولي إيثيلين عالي الكثافة مع الطين بأحجام مختلفة. يتم توصيف الأمزجة المحضرة وفقاً لبروتوكول يسمح بفهم وكشف الظاهرة وفقاً لطريقة التحضير والتغيرات الهيكلية. لهذا الغرض، تم استخدام التوصيفات الميكانيكية والريولوجية لفهم فعالية الحجم بشكل أفضل، بالإضافة إلى التقنيات التالية: الكثافة والمجهريّة. وبناءً على النتائج المحصّلة، فإن المواد ذات التركيب المتجانس مع انسجام أفضل على الحدود السطحية،

الشد. / IF / الكلمات الرئيسية : الحجم / البولي إيثيلين عالي الكثافة / الطين

Abstract

The objective of this work is to prepare nano composites based on high-density polyethylene with clay of varying sizes. The prepared blends are characterized according to a protocol that allows understanding and detection of the phenomenon based on the preparation method and structural changes. Mechanical and rheological characterizations were employed to better understand the effectiveness of size, as well as density and microscopic techniques. Based on the results obtained, materials with a homogeneous morphology exhibit improved interfacial adhesion.

Keywords: tensile strength / IF (interfacial adhesion) / size / high-density polyethylene / clay.

Sommaire

Remerciement

Dédicaces

Résumé

Liste des figures

Liste des tableaux

Sommaire

Introduction Générale 01

Références bibliographiques..... 03

CHAPITRE I : GENERALITES SUR LES POLYMERES

I.1 Historique des polymères 05

I.2 Définition des polymères..... 05

I.3 Type de polymères 06

 I.3.1. Homopolymères 06

 I.3.2 Copolymères..... 06

I.4 Classification des polymères 08

 I.4.1 Selon leur origine 08

I.4.2 Selon leurs l'usage	08
I.4.3 Selon leur masse moléculaire	09
I.4.4 Selon mode de synthèse	09
I.4.5 Selon l'architecture de leur chaîne.....	11
I.4.6 Selon leur comportement physique	12
I.4.7. Propriétés thermiques	13
I.5 Domaines d'utilisation	15
I.6.1 Historique de polyéthylène	16
I.6.2 Définition de polyéthylène	16
I.6.3 Types du Polyéthylène	17
I.6.4 Avantage et Les inconvénients des polyéthylènes.....	20
I.6.5 Utilisation des polyéthylènes.....	22
Références bibliographies.....	24

CHAPITRE II : GENERALITE SUR L'ARGILE

II.1 Introduction	29
II.2 Définition de l'argile	29
II.3 Origine	30
II.4 Structure des argiles	30
II.5 Classification des minéraux argileux	32
II.5.1Groupe des minéraux du type 1/1 (T-O) ou minéraux à 7 Å	32

II.5.2 Groupe des minéraux du type 2/1 (T-O-T) ou minéraux à 10 Å.....	32
II.5.3Groupe des minéraux du type 2/1/1 (T-O-T-O) ou minéraux à 14 Å.....	32
II.6 Application des argiles	33
Références bibliographiques.....	35

CHAPITRE III : LES COMPOSITES A MATRICE POLYMERIQUE

III.1 Introduction	38
III.2. Définition des matériaux composites.....	38
III .3 Composants des matériaux composites	39
III .3.1 Matrice	39
III .3.2 Renforts.....	40
III .3.3 Charges	43
III .3.4 Additifs	43
III.4 Classification des matériaux composites	44
III.4.1 Selon leur taux d'utilisation	44
III.4.2 Selon la matrice	44
III .5 Matériaux composites structuraux	44
III .5.1 Monocouches représentent.....	45
III.5.2 Stratifiés	45
III.5.3 Sandwichs	45

III.6 Technologie de la mise en œuvre	46
III.6.1 Technologies manuelles de transformation	46
III.6.2 Procédés de transformation par moulage	49
III.6.3 Procédé de transformation en continu	50
III.7 Qualités générales des composites	52
III.8 Domaines d'utilisation des matériaux composites	52
III.8.1 Transport et automobile	52
III.8.2 Applications navales	53
III.8.3 Applications aéronautiques	53
III.8.4 Applications aérospatiales	54
III.8.5 Applications sportives	54
III.9 Conclusion	55
Références bibliographiques.....	56

CHAPITRE IV : Matériaux Utilisés et Techniques Expérimental

IV.1. Résine	59
IV.2. Charge	59
IV.2.1 Propriétés chimiques de la charge.....	59
IV.3. Charge utilisée	60
IV.3.1. Préparation de l'argile.....	60
IV.3.2 Broyage de l'argile	60

IV.4. Méthode de préparation des échantillons	61
IV.4.1. Malaxage	61
IV.4.2. Broyage	61
IV.4.3. Compression	61
IV.5. Méthode de caractérisation et mode opératoire	62
IV.5.1. Caractérisation rhéologique.....	62
IV.5.2. Analyses physiques	63
IV.5.3. Essais mécaniques	65
IV.5.4 Caractérisation morphologique.....	70

CHAPITRE V : RESULTATS ET DISCUSSION 74

V. Résultats et discussion.....	73
V.1. Test Rhéologique.	73
V.2. Test physique.....	74
V.3. Tests mécaniques.....	75
V.3.1. Dureté Shore D.....	75
V.3.2. Résistance au choc Izod.....	76
V.3.3. Traction	77
V.4. Propriété microscopique	80

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Propriétés du PEHD.....	19
Tableau II.1 : Application et utilisation de l'argile dans différents secteurs.....	33
Tableau III.1 : Avantages et inconvénients des matériaux composites.....	52
Tableau IV.1 : Principales caractéristiques du PEHD.....	59
Tableau V.1 : MFI des mélanges PEHD/Argile en fonction du diamètre des grains d'argile.....	73
Tableau V.2 : Résultats de la densité à 23°C des mélanges PEHD/Argile en fonction du diamètre des grains d'argile.....	74
Tableau V.3 : Résultats de la dureté SHORE D des mélanges PEHD/Argile en fonction du diamètre des grains d'argile	75
Tableau V.4 : Résultats de la résilience Izod des mélanges PEHD/Argile en fonction du diamètre des grains d'argile.....	76
Tableau V.5 . Les caractéristiques mécaniques des mélanges PEHD/argile a différents types d'argile.....	78

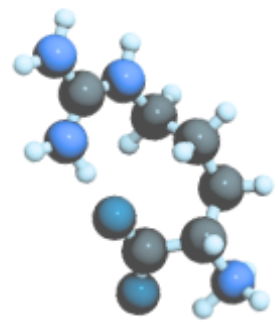
Liste des figures

Figure I.1 : Types d'homopolymères	06
Figure I. 2 : Copolymère statistique	07
Figure I. 3 : Copolymères alterne	07
Figure I. 4 : Copolymères greffés.....	07
Figure I. 5 : Copolymères séquencé	08
Figure I. 6 : Types et procédés de polymérisation.....	11
Figure I. 7 Classification des architectures macromoléculaires selon Tamolia.....	12
Figure I. 8 : Formation d'un polymère	13
Figure I. 9 : Les principales caractéristique des trois types de polymères	14
Figure I. 10 : Quelque Applications des polymères	15
Figure I.11 : Schéma représentatif du polyéthylène.....	17
Figure I.12 : Polymérisation du polyéthylène.....	17
Figure I.13 : Structure des différents polyéthylènes.....	18
Figure I.14 : La Structure Cristalline De PEHD.....	18
Figure I.15 : PEHD mise en forme : tube pour distribution d'eau et gaz.....	23
Figure II.1 : la structure générale d'une argile.....	31
Figure II.2 : Représentation des tétraèdres et des octaèdres.....	31
Figure II.3 : Structure des minéraux argileux.....	33
Figure III.1 : Schéma illustratif d'un matériau composite	39

Figure III.2 : Quelques matrices avant mise en forme : (a) granulés (b) résine thermodurcissable, (c) silicium fondu, utilisé pour former une matrice céramique.....	40
Figure III.3 : Différents types de renfort de base.....	41
Figure III. 4 : (a) Particules (microbilles) de verre ; (b) fibres de verre courtes	42
Figure III.5 : Fibres longues de carbone : (a) en rouleaux unidirectionnels, (b) en bobines de fils, (c) en rouleaux de tissu 2D équilibré	43
Figure III.6 : Composite monocouche.....	45
Figure III.7 : Composite stratifié	45
Figure III.8 : Composite sandwich	46
Figure III.9 : Principe du Moulage au contact	47
Figure III. 10 : Principe du Moulage par projection (a) Projection ; (b) Pistolet de projection	48
Figure III.11 : Principe du moulage en autoclave	48
Figure III.12 : La RTM (Resin Transfer Molding)	49
Figure III.13 : Moulage par compression des BMC et des SMC.....	50
Figure III.14 : Principe de la pultrusion	51
Figure III.15 : Principe de L'enroulement filamentaire	51
Figure IV.1 : Différents taille de charge utilisée.....	60
Figure IV. 2 : Organigramme de l'élaboration et la caractérisation du matériau composite PEHD/Argile.....	62
Figure IV. 3 : Appareillage de mesure du Melt Flow Index.....	63

Figure IV. 4 : Appareillage des deux colonnes à gradient de densité	64
Figure IV. 5 : Partie d'une colonne à gradient de densité	64
Figure IV. 6 : Courbe contrainte déformation d'un polymère semi cristallin en traction uniaxiale	65
Figure IV. 7 : Appareil pour l'essai de traction	66
Figure IV. 8 : Appareillage de mesure de la dureté SHOR D	68
Figure IV. 9 : Appareillage pour le calcul de la résilience Charpy	69
Figure IV. 10 : Appareillage pour le calcul de la résilience Izod	70
Figure IV.11 : : Microscope PHYWE	71
Figure V.1 : Évolution de MFI en fonction du diamètre des grains d'argile	73
Figure V. 2 Evolution de la densité à 23°C pour des PEHD/Argile en fonction du diamètre des grains d'argile.....	75
Figure V. 3 : Evolution de la dureté SHORE D des mélanges PEHD/Argile en fonction du diamètre des grains d'argile	76
Figure V. 4 : Evolution de la résilience Izod des mélanges PEHD/Argile en fonction du diamètre des grains d'argile	77
Figure V. 5 : Evolution de l'allongement à la rupture des composites en fonction du diamètre des grains d'argile.....	78
Figure V. 6 : Evolution de la contrainte à la rupture des composites en fonction du diamètre des grains d'argile	79
Figure V. 7 Evolution du module d'Young des différents composites en fonction du diamètre des grains d'argile	80
Figure V. 8 : Dispersion du déferent type d'argile dans le PEHD	80

Introduction générale





Introduction générale

Depuis une dizaine d'années, on a vu à un intérêt grandissant pour une nouvelle classe de matériaux renforcés par des particules de rigide et dure , les composites. . Dans la vaste famille des composites, les polyoléfines a base d'argile, élastomères renforcés avec du noir de carbone figurent sans contestation parmi les premiers composites développés par les manufacturiers de pneumatique [1].

Aujourd'hui, les enjeux économiques pour le développement de ces matériaux sont multiples et touchent déjà de nombreux domaines d'application comme celui de la construction, des transports, de l'emballage alimentaire, des articles de sport, du textile, etc... Ainsi, selon des prévisions établies en 2012, l'impact économique mondial des biens et des services liés au composites devrait atteindre 340 Me par an en 2020. [2]

Les argiles restent toutefois, de loin les plus utilisées pour accéder à ces matériaux [2]. Ce minéral répandu et bon marché permet d'améliorer sensiblement les propriétés mécaniques, thermiques, barrière ainsi que les propriétés retardatrices de flamme des composites sans augmenter leur densité ou réduire leur transparence et ce, relativement aux matériaux originaux. Des taux de charges faibles de l'ordre de 1-5% en poids par rapport à la matrice de base sont suffisants pour accéder aux performances souhaitées [3].

L'objectif principal de ce travail est d'élaborer des composites avec une charge lamellaire notamment l'argile à différents taille.

Le plan de ce travail comporte cinq chapitres :

CHAPITRE I : Ce chapitre est consacré à une synthèse bibliographique sur les composites. Il comporte une présentation générale sur les types des composite et leurs différentes méthodes d'obtention ainsi que leurs applications.

CHAPITRE II : Ce chapitre décrit les généralités sur les polyoléfines et leur propriétés

CHAPITRE III : dans ce chapitre nous sommes intéressés sur l'argile sera consacré à l'argile. Nous avons présenté la structure et les propriétés des phyllosilicates en général.

CHAPITRE IV : Ce chapitre introduira les matériaux et les techniques expérimentales de mises en œuvre et de la caractérisation de nos produits.



CHAPITRE V : Enfin le chapitre cinq sera consacré aux résultats obtenus. Dans la discussion qui suivra, nous tenterons d'expliquer les résultats obtenus.

Nous terminerons avec une conclusion générale qui débouchera sur les recommandation et perspectives ouvertes de ce thème de travail.



Références bibliographiques

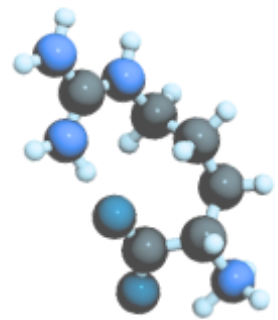
[1] : M. Akli et R. Mohamed Amine “ Etude de la diffusion de l’irganox 1076 dans un polymère recyclé a base de PEHD ” [En ligne], Mémoire de Master, Département de Génie des Procédé, Faculté de Technologie, Université Abderrahmane Mira, Bejaia,2017.

[2] : H. Roghani-Mamaqani, V. Haddadi-Asl, M. Najafi, M. Salami-Kalajahi. J. Applied Polymer Science. 2011

[3] : A. Samakande, P. C. Hartmann, V. Cloete, R. D. Sanderson. Polymer , 2007 .

Chapitre I

Généralité sur les polymères





I.1 Historique des polymères

Le terme polymère est utilisé pour la première fois en 1832 par Jöns Jacob Berzelius.

Bien que l'homme ait depuis longtemps utilisé des polymères naturels, comme les fibres textiles par exemple, il faut attendre 1830 pour que la science s'y intéresse. Au départ, on a transformé chimiquement des polymères naturels pour générer des polymères artificiels. La vulcanisation du caoutchouc en 1844 par Goodyear et la production de nitrocellulose pour remplacer la soie en sont les deux grands exemples

Le terme polymère est pour la première fois utilisé en 1866 par Berthelot lors d'une de ses observations, il désigne ainsi probablement le premier polymère synthétique reconnu, le polystyrène.

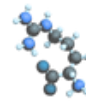
Une étape importante est franchie avec la production industrielle de polymères synthétiques, comme la bakélite en 1910.

Même si la notion de macromolécule est présagée au début du XIXe siècle, de nombreux chercheurs ne voient là que des agrégats ou micelles. Cette notion n'apparaît que tardivement dans l'histoire de la chimie, dans les années 1920, avec les travaux d'Hermann Staudinger. Il est le premier à proposer la notion de polymère comme connue aujourd'hui, il a ainsi ouvert la voie à la science et à la technologie des polymères. Il a obtenu le prix Nobel en 1953 pour ses travaux [1].

I.1 Définition des polymères

Un polymère est une substance composée de longues chaînes moléculaires appelées Macromolécules. Une macromolécule résulte de l'enchaînement par liaison covalente, d'unités constitutives (ou groupes d'atomes) appelés « mères » (provenant du grec «meros» qui signifie «partie») [2].

Les polymères sont désormais présents dans tous les secteurs industriels et de la conception de systèmes et dispositifs, comme le domaine du transport, de l'environnement, de l'énergie, de l'ingénierie médicale, etc [3].



I.3 Type de polymères

I.3.1. Homopolymères

Les homopolymères sont des polymères qui ne possèdent qu'une seule unité. Nous citons comme exemple, le polyéthylène [4].

Il existe des différentes familles homopolymères, on trouve : les homopolymères linéaires, branchés et étoilés.

Types	Formes
les homopolymères linéaires.	
les homopolymères branchés.	
Les homopolymères étoilés	

Figure I.1: Types d'homopolymères [5].

I.3.2 Copolymères

Sont des polymères qui possèdent plusieurs unités, comme pour les homopolymères. Les copolymères peuvent se classer dans différentes familles, citons : le mode statistique, alterné, séquencé et greffé. [6]

- **Copolymères statistiques**

Le mode statistique : les motifs de répétition sont répétés de manière aléatoire dans la chaîne.

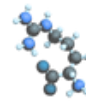


Figure I.2 : Copolymère statistique [7].

- **Copolymères alternés**

Alterné : les motifs de répétition sont toujours alternés.



Figure I.3: Copolymère alterné [7].

- **Copolymères greffés**

Greffé : fixation latérale de séquences (jaune) appelées « greffons » fixées sur une chaîne principale formée de chainons (rouge) ou l'inverse.

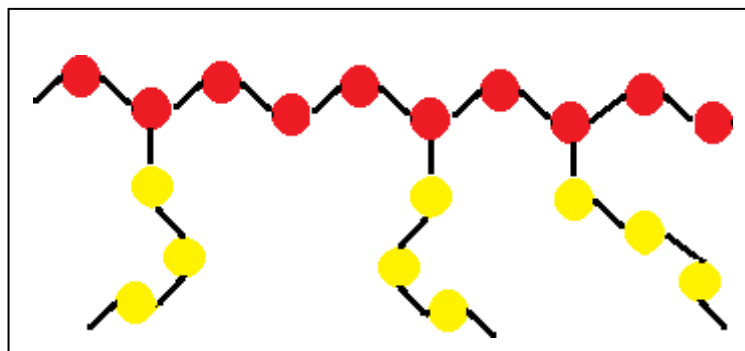
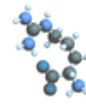


Figure I.4 : Copolymère greffé [7].

- **Copolymères à blocs (ou séquencés)**

Séquence (à blocs) : les motifs différents sont regroupés en séquences. On a



habituellement 2 ou 3 séquences de nature chimique différente.



Figure I.5: Copolymère séquence [7].

I.4 Classification des polymères

Il existe plusieurs types de classification des polymères, cependant les plus courantes sont celles qui font appel à leurs origines ou l'usage et les autres que l'on cite ci-après :

I.4.1 Selon leur origine

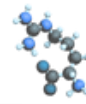
Polymères naturels : sont obtenus à partir de sources végétales ou animales, ils sont sous forme de fibres. Les fibres végétales sont : le bois, le papier, le coton, le latex (extrait de l'arbre L'hévéa) Les fibres animales sont : cuir, soie et laine... [8].

Polymères artificiels (régénérés) : sont obtenus par modification chimique de polymères naturels, de façon à transformer certaines de leurs propriétés. Bien que le constituant de base soit d'origine naturelle, ils résultent d'une transformation chimique des fonctions portées par les unités monomères. Par exemple, les dérivés cellulosiques dont la molécule de base est la cellulose (ex : les esters cellulosiques, caoutchouc, soie artificielle, collagène réticulé, etc.), [8].

Polymères synthétiques : sont entièrement fabriqués par l'homme à partir de molécules monomères qui n'existent pas dans la nature. Les structures réalisées par la synthèse (polymérisation) sont souvent proches de celles des polymères naturels. Ex : polyéthylène (PE), polychlorure de vinyle (PVC), polystyrène (PS), polyéthylène téréphtalate (PET) [8].

I.4.2 Selon leurs l'usage

1. Dans l'industrie électrique et électronique : les écrans plats, les fibres optiques dans les systèmes d'imagerie infrarouge, boîtiers et gainage de câbles



2. Dans le secteur de l'emballage et du conditionnement utilisé dans :

- L'emballage alimentaire (bouteilles, boîtes à œufs)
- L'emballage des produits. Pétrolier
- Produits pharmaceutiques
- Produits pour le revêtement.

3. Dans le secteur mécanique : des pièces thermo formables pour carrosseries, des pare-chocs les carrosseries d'automobile.

4. Dans le bâtiment et l'équipement : des plaques isolantes du froid et du chaud, peintures, isolation, tuyauterie.

5. Dans l'industrie alimentaire et le textile : fibres textiles naturelles et synthétiques.

6. Dans le secteur médical : seringues, poches, tubes pour transfusion. [8]

I.4.3 Selon leur masse moléculaire

- Oligomères : masse moléculaire inférieure à 2 000 g/mol.
- Polymères : masse moléculaire supérieure à 2 000 g/mol [9].

I.4.4 Selon mode de synthèse

Selon la nature de monomère (fonctions) et le mécanisme de la réaction qui conduit à la formation des composés macromoléculaires, on distingue deux types principaux de réaction de polymérisation ; la polycondensation et la polymérisation en chaîne [10].

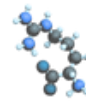
• Réaction de polycondensation

La polycondensation est une réaction chimique entre molécules de base possédant des groupements fonctionnels différents, cette réaction mène à l'élaboration des macromolécules nommés polycondensats.

Au cours de la polycondensation, les monomères s'associent avec élimination simultanée d'atomes ou de groupes d'atomes. Les polyamides, les polyesters et certains polyuréthanes sont des exemples typiques de polymères obtenus par polycondensation. [11]

• Polymérisation en chaîne

Dans la polymérisation en chaîne, les monomères s'associent sans réaction d'élimination simultanée. C'est le procédé le plus utilisé dans l'industrie : le polyéthylène, le polypropylène,



C-Polymérisation anionique : Le centre actif est un carbanion, le groupement R a tendance à être accepteur d'électron, exemple : CN, COOR, ... [12]

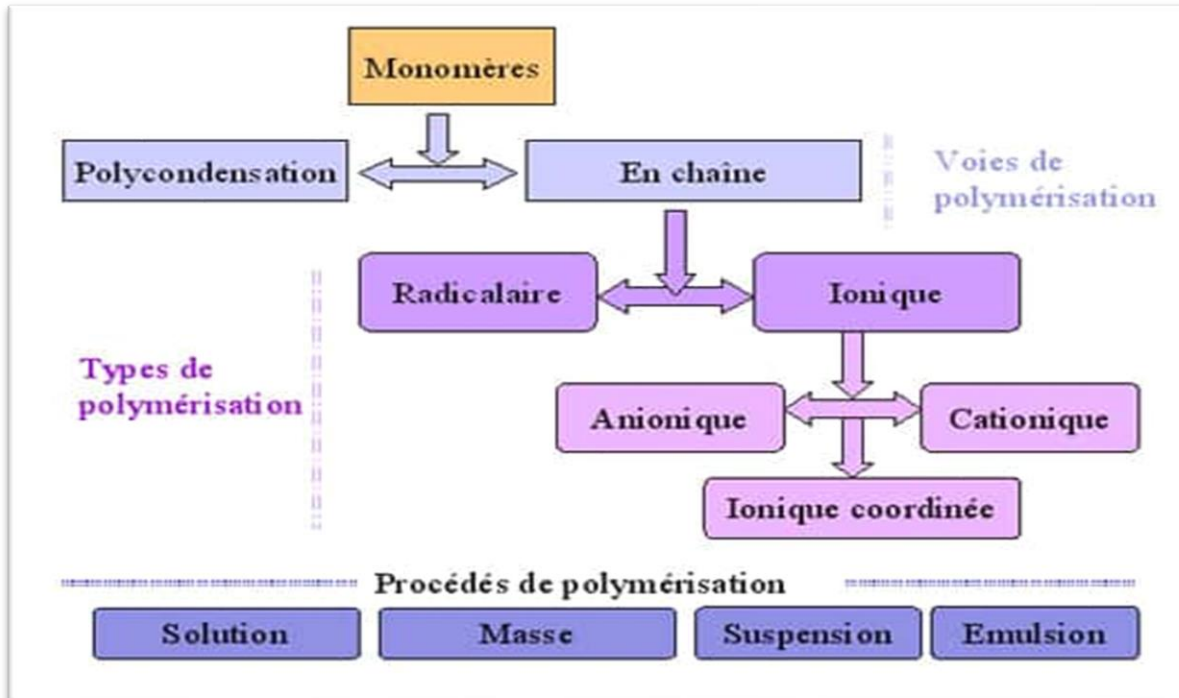
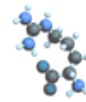


Figure I.6: Types et procédés de polymérisation [13].

I.4.5 Selon l'architecture de leur chaîne :

Selon le type d'enchaînement des unités répétitives, les polymères non réticulés avec des liaisons covalentes, peuvent être classés en :

- Polymères non branchés :
 - Polymères linéaires, Un polymère linéaire est simplement une chaîne dans laquelle toutes les liaisons carbone-carbone existent en une seule ligne droite
 - Polymères cycliques ;
- Polymères branchés (ou ramifiés) : Les polymères ramifiés sont définis comme ayant des chaînes de polymères secondaires liées à une épine dorsale primaire,
 - Polymères linéaires branchés : la chaîne linéaire présente des ramifications. Ces ramifications peuvent être :
 - Aléatoires, : polymères hyperbranchés,



- Systématiques et régulières : polymères en peigne, polymères en brosse, etc.,
- Dendritiques : en anglais dendronized polymer (en) ;
- Polymères globulaires : les ramifications émanent du centre (ou pseudo-centre) du polymère. Ces ramifications peuvent être :
 - Sans ramifications secondaires : polymères en étoile,
 - Avec ramification secondaires et par conséquent dendritiques :
 - Aléatoires : polymères hyperbranchés,
 - Systématiques et régulières : dendrimères [14].

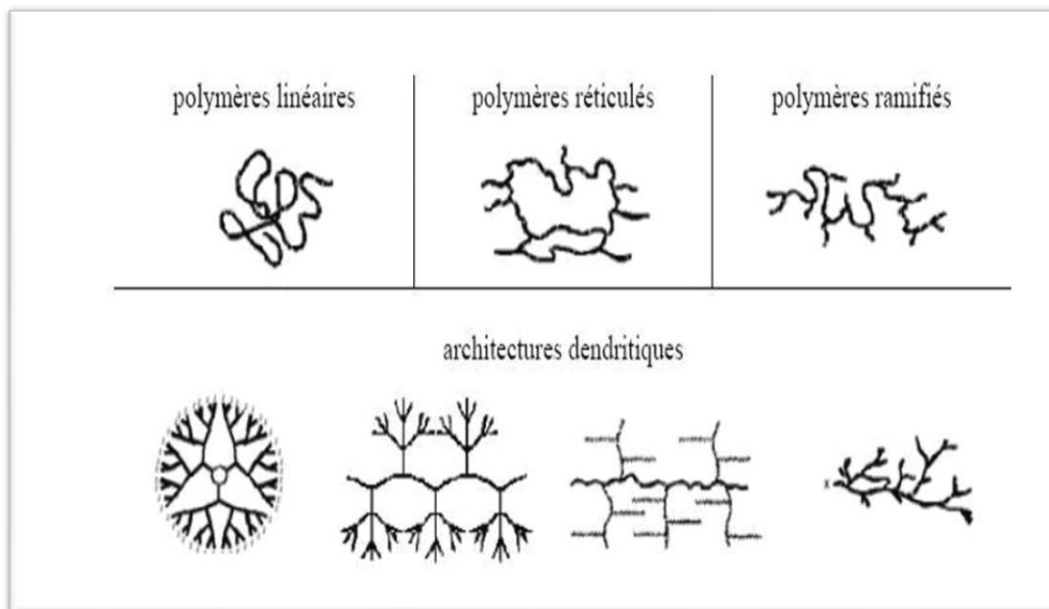


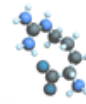
Figure I.7 : Classification des architectures macromoléculaires selon Tamolia [15].

I.4.6 Selon leur comportement physique

Classification Selon le Comportement Physique :

En fonction de la structure physique des polymères, on peut les classer en quatre types d'état :

- L'état amorphe, dans lequel les arrangements moléculaires n'ont pas d'ordre prédéfini. Les macromolécules ont enchevêtré en pelotes. Cette absence d'ordre engendre une absence de point de fusion, l'existence d'une température de transition vitreuse qui marque le passage d'un



état vitreux (où le matériau se comporte comme un verre, c'est-à-dire dur et cassant) à un état caoutchoutique (où les chaînes peuvent glisser plus facilement), ainsi qu'une transparence dans le visible comme cela est le cas du polystyrène « cristal » ou du poly (chlorure de vinyle) « cristal » qui sont tous deux amorphes.

- L'état amorphe orienté, où les arrangements moléculaires sont tous orientés dans la même direction.

- L'état cristallin, caractérisé par un arrangement organisé des molécules. Les chaînes s'organisent de façon ordonnée et compacte. Le cristal polymère est décrit par son réseau et son motif. Le réseau caractérise la périodicité dans les trois directions de l'espace. Les principales caractéristiques de l'état cristallin sont une compacité supérieure à celle de la phase amorphe, l'existence d'un point de fusion et l'absence de transition vitreuse, une rigidité supérieure à celle de la phase amorphe.

- L'état semi cristallin, qui associe à la fois un arrangement organisé et des zones amorphes (figure 1.1).

On rencontre généralement soit des polymères amorphes, soit des polymères semi cristallins [16].

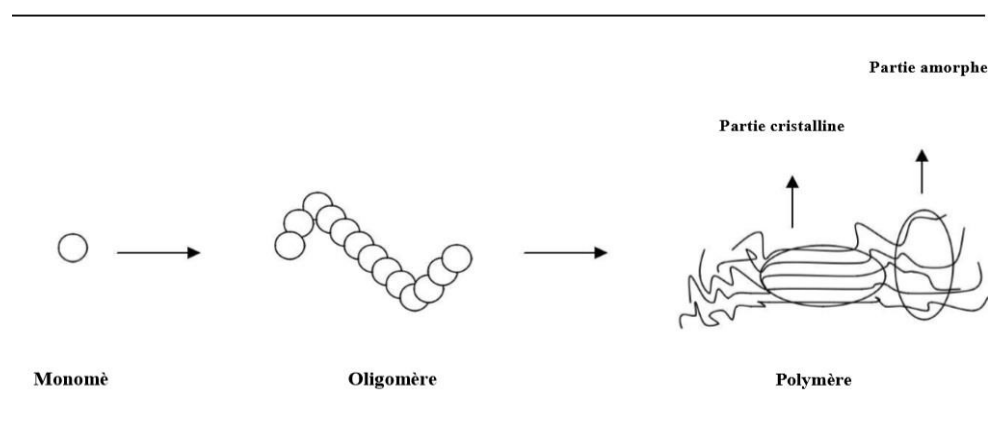
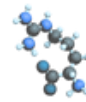


Figure1.8 : Formation d'un polymère [16].

I.4.7 Propriétés thermiques

Thermoplastiques : ramollissent sous l'effet de la chaleur, ils deviennent souples, malléables et durcissent à nouveau quand on les refroidit, ces matériaux conservent leurs propriétés et ils sont facilement recyclables. Leurs polymères de base sont constitués par des macromolécules linéaires reliées par des liaisons faibles qui peuvent être rompues sous l'effet



de la chaleur ou de fortes contraintes, elles peuvent alors glisser les unes par rapport aux autres pour prendre une forme différente et quand la matière refroidit, les liaisons se reforment et les thermoplastiques gardent leurs nouvelles formes [17].

Elastomères : ces polymères présentent les mêmes qualités élastiques que le caoutchouc, un élastomère au repos est constitué de longues chaînes moléculaires repliées sur elles même, sous l'action d'une contrainte, les molécules peuvent glisser les unes par rapport aux autres et se déformer [17].

Thermodurcissables : les matières thermodurcissables sont les produits dont la transformation conduit, par une réaction chimique, à des composés macromoléculaires tridimensionnels qui sont des matières thermo-durcies ou thermo-rigides. Dans ce cas les chaînes de départ sont beaucoup plus courtes et plus réactives, ces chaînes vont se lier ensemble chimiquement, cette réaction conduit à des liens chimiques rigides et met en jeu toutes les molécules présentes pour former un réseau tridimensionnel [18].



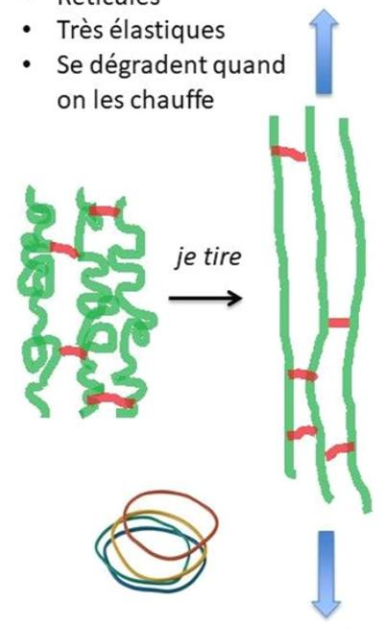
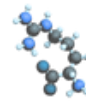
Les thermoplastiques :	Les thermodurcissables :	Les élastomères :
<ul style="list-style-type: none">• Liquides à chaud $T > T_{\text{fusion}}$ ex : 240°C• Peuvent être moulés• Recyclables	<ul style="list-style-type: none">• Réticulés• Se dégradent quand on les chauffe \rightarrow les réticulations cassent• Non recyclable	<ul style="list-style-type: none">• Réticulés• Très élastiques• Se dégradent quand on les chauffe
		

Figure1.9 : Principales caractéristique des trois types de polymères [19].



I.5 Domaines d'utilisation

Les polymères c'est une matière comprennent tous les domaines de notre vie quotidienne. C'est pourquoi les exemples ci-dessous n'offrent qu'une vue très partielle de la réalité :

- ♣ **Vêtements et textiles** : fibres textiles naturelles et synthétiques, non tissés, skaï, similicuir
- ♣ **Maroquinerie- chaussure** : skaï, similicuir, mousses isolantes ;
- ♣ **Ameublement** : skaï, similicuir, colles, vernis, mousses ;
- ♣ **Articles ménagers** : poubelles, seaux, vaisselle ;
- ♣ **Sports-loisirs** : cannes à pêche, coques de bateaux, piscines, bandes magnétiques, DVD ;
- ♣ **Emballage alimentaire** (bouteilles, pots de yaourt, briques de lait, boîtes à œufs) ou industriel (flacons de détergents, sachets et sacs, casiers, sacs poubelles) ;
- ♣ **Transports et en particulier l'automobile** (boucliers, carrosserie, optiques, planches de bord, habillage intérieur, réservoirs d'essence) ;
- ♣ **Industrie électrique et électronique** : boîtiers, gainage de câbles, façades de téléviseurs
- ♣ **Industrie chimique** : tuyauteries, cuves, revêtements ;
- ♣ **Bâtiment-travaux publics** : peintures, isolation, revêtement de sol, tuyauteries, géotextiles
- ♣ **Agriculture** : irrigation, arrosage, serres, bâches ;
- ♣ **Hygiène** : verres de lunettes, lentilles de contact, prothèses, matériel hospitalier (seringues, poches, tubes pour transfusion), couches [20].



Figure I.10 : Quelques Applications des polymères [21].



I.6. Polyéthylène

I.6.1 Historique de polyéthylène

Première synthèse : Hans von Pechmann (Allemagne) – 1898 :

Réalisée par accident pendant le chauffage de Diaz-méthane. Eugen Bamberger et Friedrich Tschirner ont caractérisé cette substance blanche et cireuse constituée de longues chaînes à motif $-\text{[CH}_2\text{]}-$ et l'ont nommé « polyéthylène ».

Première production industrielle – 1939 : Développement de plusieurs types de catalyse : •
1ère catalyse basée sur le trioxyde de chrome – 1951 : Réalisée par Robert Banks et Paul Hogan chez Phillips Petroleum, tous deux inventeurs du polypropylène semi-cristallin et du polyéthylène haute densité (HDPE). Ces 2 plastiques furent vendus sous la marque commerciale MARLEX.

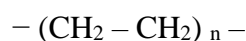
1953 : Karl Ziegler développe un système de catalyse basé sur des halogénures de titane et un organoaluminium, travaillant à des conditions encore plus modérées que celles de la catalyse Phillips. Il faut cependant noter que la catalyse Phillips est moins coûteuse et plus aisée à mettre en œuvre. Les deux systèmes persistent dans l'industrie à ce jour.

A la fin des années 1950, les deux types de catalyse, Phillips et Ziegler sont utilisées pour la production de HDPE.

Développements de nouveaux systèmes à « site unique » (single-site) postmétallocène. Ils offrent une plus grande maîtrise de la structure du polymère que les métallo-cènes. Fujita chez Mitsui Corporation, a démontré que certains complexes iminophenolates de groupe IV métalliques présentent une plus grande activité que les métallo-cènes [22].

I.6.2 Définition de polyéthylène

Le Polyéthylène est l'un des polymères les plus simples et les moins chers. C'est un plastique [2]. Son nom vient du fait qu'il est le polymère obtenu par la polymérisation des monomères d'éthylène ($\text{CH}_2 = \text{CH}_2$) en une structure complexe de formule générique :



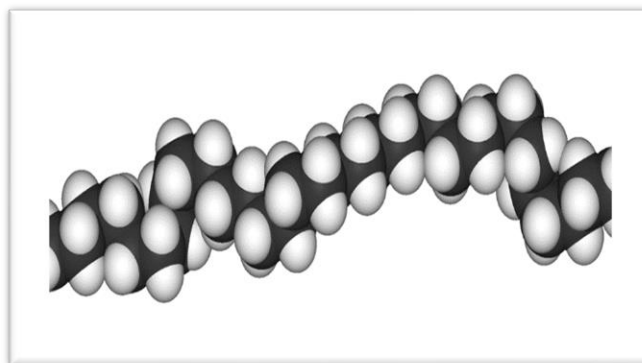


Figure I.11 : Schéma représentatif du polyéthylène [23].

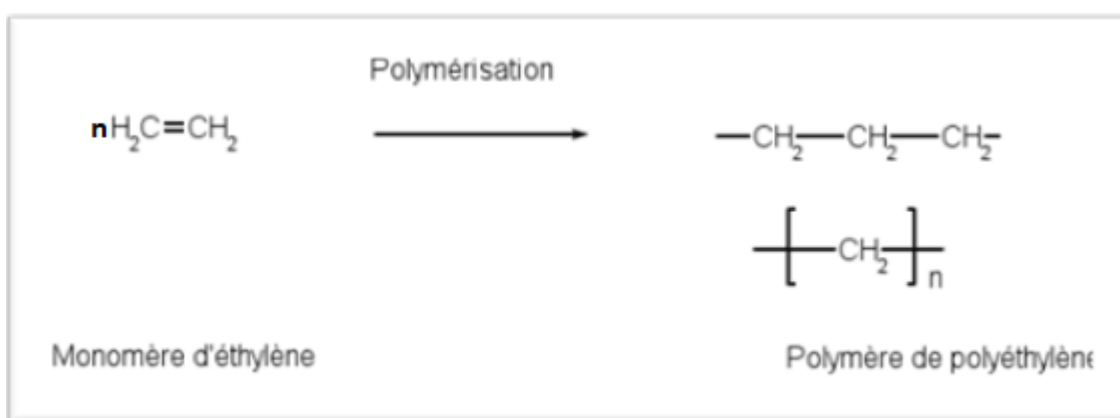


Figure I.12 : Polymérisation du polyéthylène [23].

Le polyéthylène est cristallin, facile à manier et résistant au froid. Plusieurs millions de tonnes de polyéthylène sont produites chaque année car c'est un matériau extrêmement polyvalent et important sur le plan économique et écologique. Grâce à sa structure chimique simple, le polyéthylène prime sur la plupart des autres matériaux car il peut être réutilisé. Au cours de ces dernières années, le recyclage des produits usés en PE a pris de plus en plus d'importance : 50% du PE constituant les sacs poubelle sont recyclés [23].

I.6.3 Types Du Polyéthylène

Il existe différents types de polyéthylènes classés en fonction de leur densité dépendant du nombre et de la longueur des ramifications présentes sur les chaînes moléculaires. Parmi lesquels on peut citer [25].

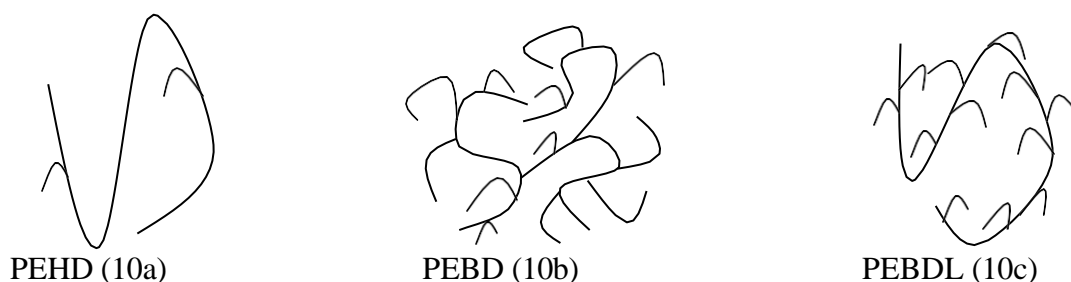


Figure I.13 : Structure des différents polyéthylènes [24]

A) Le Polyéthylène Haute Densité (PEHD)

Le polyéthylène haute densité (PEHD) est un thermoplastique blanc obtenu par polymérisation cationique sous faible pression ($<10\text{MPa}$) et à des températures inférieures à 200°C par le procédé Ziegler (catalyseur organométallique à base de titane). Il se présente sous la forme d'une chaîne macromoléculaire linéaire régulière (figure II2) généralement compris entre 2000 et 50 000 unités de monomères. Ils se manifestent sous la forme de courtes ramifications (1 à 5 ramifications pour 1000 carbone) [25].



Figure I.14 : La Structure Cristalline De PEHD [26].

Le PEHD présente une bonne résistance mécanique, aux chocs, aux flexions et aux cisaillements, même à basse température ($T < 0^\circ\text{C}$). Il a également une faible conductivité thermique donc un bon isolant [27].

C'est un matériau rigide (1600 MPa) avec une excellente résistance à la plupart des solvants (les alcools, les acides dilués...) ce qui lui permet une bonne tenue à long terme (plus de 100 ans).

Certaines propriétés du PEHD sont présentées dans le tableau II.1 ci-dessous.



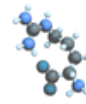
Tableau I-1 : Propriétés du PEHD [28].

Propriétés	Unité	PEHD
PHYSIQUES		
-Masse volumique	g/cm ³	0.955 - 0.970
-Taux de cristallinité	%	75-80
-Masse molaire moyenne	g/mol	10000
MECANIQUES		
-Contrainte à la rupture	MPa	13-25
-Module de traction	MPa	200-300
-Module de flexion	MPa	60-400
-Dureté (shore)	Echelle D	41-60
THERMIQUES		
-T° de fusion	°C	120-136
-T° Vicat	°C	85-87
-Plage de T° de résistance	°C	De -70 à +60

En plus des propriétés citées auparavant, le PEHD est connu pour être insensible à la corrosion, et montre une facilité au soudage avec limitation de nombre de joint avec la soudure donc de source de fuites.

Cependant, le PEHD est sensible aux UV (dégradation photo-lytique) en présence d'oxygéné. Il est aussi sensible aux variations de température pouvant rendre le raccordement sur des réseaux existants critiques si ceux si sont fragiles [29].

Grâce aux diverses propriétés que présente le PEHD, il est l'un des candidats pour les utilisations comme géomembrane. Toutefois, une géomembrane en PEHD est constituée en moyenne de 97% de PEHD, de 2,5% de noir de carbone et de 0,5% d'antioxydant. Ces additifs



sont inclus dans la matrice lors du processus de fabrication. Ils ne sont pas liés chimiquement à la matrice mais sont dispersés à l'intérieur [30].

Les géomembranes en PEHD présentent une grande inertie vis-à-vis de nombreux produits chimiques. Elles sont cependant délicates à mettre en œuvre du fait de leur manque de souplesse, de leur forte dilatation thermique, et de la technicité de leur raccordement. De plus, elles sont sensibles au phénomène de fissuration sous contrainte [31].

D'autres applications du PEHD existent comme dans les produits nécessitant une rigidité, faible perméabilité et une bonne résistance chimique, comme le secteur d'emballage : pour la fabrication des flacons (détergents, cosmétiques...), bouteilles, jerricans, réservoirs de carburant d'automobiles, etc. ainsi que dans l'hydraulique comme tuyauterie [32].

B) Le polyéthylène a basse densité (PEBD)

Ce polymère thermoplastique de grande consommation est obtenu par polymérisation radicalaire de l'éthylène sous haute pression à environ 200°C. Pour initier la réaction radicalaire, un initiateur de radicaux libres tel que le peroxyde ou l'oxygène est utilisé.

Le PEBD contient quelques longues et courtes ramifications, de 20 à 40 ramifications pour 1000 carbone. Cette structure donnant ainsi une densité plus faible et une flexibilité plus grande à celle qu'on peut obtenir dans le cas du PEHD [25]. Cependant, cette structure engendre une faible cristallisation des chaînes (moins de 50 à 60 % de partie cristalline par rapport au PEHD) [33].

C) Polyéthylène basse densité linéaire (PEBDL)

Les polyéthylènes basses densités linéaires sont obtenus par copolymérisation de l'éthylène et d'une ou plusieurs oléfines (butène-1, hexène-1, octène-1, tétraméthyl-4pentène-1) sous pression inférieure à 107Pa, où les catalyseurs sont de type Ziegler ou Phillips [9]. Ces produits ont des caractéristiques voisines de celles des polyéthylènes basses densités haute pression (Sa densité vaut 0,92 et un point de fusion qui varie de 115-128°C) [35].

I.6.4 les avantages et Les inconvénients des polyéthylènes

A) Les avantages du polyéthylène

-Un matériau particulièrement polyvalent

Les différents types de polyéthylènes sont prisés pour leurs nombreuses propriétés, qui permettent un large spectre d'utilisations dans tous les domaines.



Parmi leurs qualités, citons :

- l'imputrescibilité (ils ne peuvent pas pourrir) ;
- la résistance à de nombreuses agressions (abrasion, chocs, pression, hautes températures, UV, froid, agents chimiques, eau, oxydation, traction...) ;
- la flexibilité (la matière a tendance à s'étirer plutôt qu'à casser) ;
- la simplicité d'utilisation et de nettoyage

-Un matériau peu cher et facile à produire

Si le polyéthylène est si répandu, c'est aussi parce qu'il est bon marché. Son mode de fabrication est simple et peu coûteux. Il s'agit souvent du matériau présentant le meilleur rapport qualité / prix [38].

- Un plastique recyclable

Le polyéthylène est 100% recyclable. Cela signifie qu'il peut être réutilisé de nombreuses fois, pour diverses applications [37].

B) Inconvénients et limites du polyéthylène

Résistance limitée

- Le polyéthylène n'est pas résistant au feu ;
- Sa résistance à la température de l'eau est limitée ;
- Il peut subir une ovalisation ;
- Les fissures se propagent rapidement dans le polyéthylène [38].

Impact environnemental

- La production de polyéthylène est polluante car elle nécessite l'exploitation de pétrole, l'utilisation de produits chimiques et beaucoup d'énergie.
- La production massive de polyéthylène, notamment pour les emballages, a un impact environnemental important [38].

Recyclage difficile

- -Bien que recyclable, le polyéthylène est difficile à éliminer car sa décomposition est très lente, ce qui peut entraîner une pollution.



Gamme de matériaux limitée

- Le nombre de matériaux qui conviennent au roto-moulage du polyéthylène est limité, bien que la gamme s'élargisse
- Une approche responsable de sa production et de son recyclage permet de limiter son impact environnemental [39].

I.6.5 Utilisation des polyéthylènes

Le polyéthylène (PE) est l'un des plastiques les plus utilisés au monde, avec de nombreuses applications dans divers domaines industriels :

Emballages et films plastiques

- Moitié des emballages plastiques (films alimentaires, agricoles, etc.)
- Sacs, sachets, sacs poubelles, films étirables
- Récipients souples (ketchup, crèmes hydratantes, etc.) [40].

Produits rigides

- Flacons (détergents, cosmétiques, etc.), bouteilles
- Boîtes type Tupperware, jerricans
- Réservoirs de carburant d'automobiles
- Balises de sécurité [41].

Tuyauterie et canalisations

- Réseaux de canalisations pour le transport de fluides (gaz, pétrole, eau potable, eau usée)
- Gaines de câbles électriques
- Tuyaux et canalisations industrielles [42].

Autres applications

- Équipements sportifs (ski, surf, snowboard, cerfs-volants, etc.)
- Matériel de protection (gilets pare-balles, etc.)
- Éléments de moto

Le polyéthylène est apprécié pour ses propriétés : il est bon marché, non toxique, résistant aux chocs et aux agents chimiques, inerte chimiquement et recyclable. Cependant, il est hautement inflammable et ne peut être exposé à des chaleurs trop importantes [43].

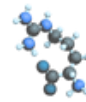


Figure I.15 : Tube en PEHD pour distribution eau et gaz [44].

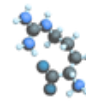


Références bibliographiques

- [1] : Coppens Thomas, (enligne), Définition et Historique de polymère, univarsite libre de Bruxelles, <https://sciences.brussels/printemps>, mars2010.
- [2] : P. Combette et I. Ernoult, physique des polymères tome I : Structure, Fabrication Et Emploi. Hermann éditeurs (2005).
- [3] : Jean-François Gérard,(enligne), contribution à l'utilisation des polymères à mémoire de forme pour les structures à amortissement contrôlé,, Université de Lyon, 01 décembre 2015
- [4] :Jouenne Theeeme,option chimie et physicochimique des polymères, Université Pierre et Marie Curie, (2005)
- [5] : William D .Callister, Jr. science et génie des matériaux, john Wiley et Sons,Inc (2006)
- [6] : S. Jouenne, thèse de Doctorat ; option chimie et physicochimique des polymères; Université Pierre et Marie Curie, (2005)
- [7] : N. Nemiche «Synthèse et caractérisation de copolymères séquencés à séquences hydrophiles de poly(1,3-dioxolane), de poly(éthylène glycol) et de poly(N-vinylpyrrolidone)», Université Ahmed Ben Bella - Oran, Algérie (2013).
- [8] : Mansouri Naïma(en ligne) , Chapitre I Structure des polymères et leurs classifications, Cours univarsite batna 2 disponibles sur : <https://staff.univbatna2.dz/> consulter le mars 2024
- [9] :https://www techno-science_net/glossaire-definition/Classification-des-polymeres
- [10] :M. Medkour, Polymères: synthèse macromoléculaire; offices des publications universitaires (année)
- [11] : C.DECKER ,Photoinitiated crosslinking polymerisation ,Ecole Nationale de Chimie, lJnivarsit6 de Haute-Alsace, France 1996.
- [12] : Jean-François, Lahitte, homopolymerisation et copolymerisation de macromonomeres de polystyrene par catalyse de metaux de transition, Universite louis pasteur, 15 novembre 2002.
- [13] : <https://cdn.futura-sciences.com/cdn-cgi/image/>
- [14] :https://www.academia.edu/35537757/Classification_des_polym%C3%A8res



- [15] : D.A. Tomalia, J. M.J. Fréchet. Dendrimers and other Dendritic Polymers; Wiley, New York, (2001).
- [16] : Abdoulaye Seyni, : Propriétés physico-chimiques et d'usage de matériaux composites à charge dégradable produits par co-broyage, Université de Toulouse, <https://oatao.univ-toulouse.fr>, 11 décembre 2008
- [17] : M. Fontanille, P. Vairon ; Polymérisation; Techniques de l'ingénieur, Traité plastiques et composites, Université Bordeaux, 10 juillet 2009
- [18] : M. Carrega, «Matériaux polymères». 2ème édition ed, Paris: DUNOD, 2007
- [19] : <https://miao.ensad.fr/wp-content/uploads/2018/08/%C3%A9lastom%C3%A8res.jpg>
- [20] : Kebir Medjhoua Aouali Zohra, Matériaux II : Polymères et composites, Université Ibn Khaldoun Tiaret
- [21] : L. Djoudi « notion fondamentale sur les polymères », Article, Université Mohamed Khider - Biskra, Algérie (2007).
- [22] : Chaoui Kamel , approche expérimentale de taux de restitution d'énergie et du travail essentiel de rupture dans les couches périphériques (externe et interne) d'un tube en hdpe , université badji mokhtar annaba, 2019.
- [23] : A, Nechad. Elaboration d'une membrane de filtration d'eau à base de polyéthylène basse densité et de gypse de Bouzgaïa , mémoire de magister, Université Hassiba Benbouali , Chlef, 2008/2009.
- [24] : V, Chaffraix. Etude de l'extrusion du polyéthylène téréphtalate et de ses mélanges non comptabilisés avec le polyéthylène haute densité, mécanique [physics.med-ph], Ecole nationale supérieure des mines, Paris, 2002.
- [25] : Vincent Chaffraix ; «étude de l'extrusion du polyéthylène téréphtalate et de mélange non compatibles avec le polyéthylène haut densité» , paris , 16 décembre 2002.
- [26] : OMNEXUS «Polyéthylène <https://omnexus.specialchem.com/selection-guide/polyethylene-plastic#HDPE>
- [27] : Fabienne FARCAS (IFSTTAR) et Nathalie TOUZE-FOLTZ (Irstea) «Durabilité des Géo-synthétiques dans les installations de stockage des » déchets RAPPORT FINAL , Décembre 2009 – Mars 2013



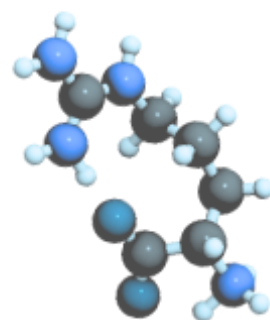
- [28] :SAKHRAOUI MERIEM ; «Fabrication de tubes en Poly Chlorure de Vinyle (PVC et en Polyéthylène Haute Densité (PEHD)»rapport de soutenance,Université de Bouira ,2018 /2019.
- [29] : BENSGHIR ILHEM, Étude comparative de géomembranes industrielles Université Mohamed El Bachir El Ibrahim Bordj Bou Arreridj,2019.
- [30] :CARLOTA PON ;“Durabilité des géo-membranes en polyéthylène haute densité utilisées dans les installations de stockage de déchets non dangereux » Université Paris- Est, Français,2012.
- [31] :S.LAMBERT ; «Les géo-membranes Ingénieries eau-agriculture-territoires », Lavoisier ; IRSTEA ; CEMAGREF, 1997.
- [32] :Atmani Abdraouf ; «comportement mécanique en traction monotone d’un polymère associé au carbonate de calcium (PEHD 5502/CaCO3) » université de Annaba, 2016 2017.
- [33] :Omnexus:«Polyéthylènehttps://omnexus.specialchem.com/selection-guide/polyethylene-plastic#HDPE
- [34] :CHALAL SID ALI ; «étude des propriétés mécaniques d’un n composite PEBD à base d’une charge en céramique modifiée » ; ..université de Boumerdes 2017
- [35] : S, Füzesséry . Polyéthylène basse densité, Techniques de l’ingénieur, A 3310,1-34.
- [36] :Khaldoune Fouad et Salmi Mourad ;“Simulation numérique d’écoulements tridimensionnels non-isothermes de fluide non-newtonien : application mise en forme des Polymères” ,université de M’sila , 2018/2019
- [37] :Marion Mesbah , avantages et inconvénients de ce matériau,https://www.marques-de-france.fr/definition/polyethylene/#dautres-utilisations-du-polyethylene, 28 août 2023.
- [38] :https://www.soudureplastique.ma/10-inconvenients-ou-limitations-des-tuyaux-en-pe/
- [39] :Adam Bernacki, Avantages et inconvénients des matières plastiques https://plastipol.pl/fr/avantages-et-inconvenients-des-plastiques, 23 mars 2023.
- [40] :Wikiwix « Indicateur des échanges import/export », sur Direction générale des douanes.,7 août 2015.
- [41] :https://www.artis-groupe.fr/blog/polyethylene-inconvenients
- [42] : Les caractéristiques du polyéthylène (PE) & son utilité :https://www.naite.fr/blog/caracteristiques-polyethylene ,2022.



[43] : Avoir une vision claire sur les inconvénients liés au polyéthylène : <https://www.artis-groupe.fr/blog/polyethylene-inconvenients>, 2021.

[44] : <https://tpdemain.com/wp-content/uploads/2023/02>.

Chapitre II



Généralité sur les argiles



II.1 Introduction

Les matériaux argileux (ou plus simplement "argiles") existent en abondance sur la surface de la terre. Du fait de leur mode de formation, ce sont en général des matériaux polyphasiques, composés à la fois de phases minérales et organiques. Les phases minérales pures, dites "minéraux argileux", représentent alors des proportions variables du matériau global. Cependant, des conditions hydrothermales ont parfois favorisé la formation de matériaux argileux formés de phases d'une plus grande pureté.[1]

Grâce à leurs propriétés, les argiles sont utilisables pour différentes applications. Outre la fabrication de matériaux de construction, elles sont utilisées, à titre d'exemple, pour l'élaboration de matériaux polymères ou encore le raffinage d'huile alimentaire, la cosmétique ou la médecine. Grâce à leurs propriétés micro et macroscopiques, les argiles, jouent aussi un rôle important dans le stockage des déchets. A cet égard, les argiles ont des propriétés intéressantes pour constituer une barrière imperméable autour de déchets. Au contact des eaux souterraines, la barrière argileuse va se saturer progressivement. Ses propriétés, tant mécaniques qu'hydrauliques et physico-chimiques vont évoluer au cours de cette phase de saturation. En particulier, le spectre de porosité de l'argile va être profondément modifié. [2]

Donc, par leur faible perméabilité, leur capacité d'échange de cations permettant le rôle de "piège" face aux pollutions métalliques, les argiles soient sous forme modifiées soient à l'état brut sont d'excellents matériaux utilisés dans le de stockage de déchet [3].

II.2 Définition de l'argile

Le mot argile a une origine grecque, il vient du terme argiles dérivé d'Argos qui signifie blanc ; et selon la définition latine, l'argile "*argilla*", se définit comme une terre grasse et molle contenant un ensemble de particules fines ($< 2 \mu\text{m}$) [4].

L'argile est un mélange de minéraux argileux et d'impuretés cristallines sous forme des débris rocheux de formule générale (Al_2O_3 , XSiO_2 , YH_2O). L'intérêt accordé ces dernières années à l'étude des argiles par de nombreux laboratoires dans le monde se justifie par leur abondance dans la nature, l'importance des surfaces qu'elles développent, la présence des charges électriques sur cette surface et surtout l'échangeabilité des cations inter-foliaires. Ces derniers, appelés aussi cations compensateurs, sont les principaux éléments responsables de

L'hydratation, du gonflement, de la plasticité et de la thixotropie, ils confèrent ainsi aux argiles des propriétés hydrophiles [5].



II.3 Origine

L'argile est principalement produite par l'altération des roches, suivie par une évolution continue sur le temps à l'échelle géologique, tout en passant d'un minéral argileux à un autre et en changeant ses propriétés initiales en fonction de l'environnement.

On trouve deux types d'argile :

- Les argiles d'altération (gisement primaire) : décomposition de la roche mère (granite, gneiss, feldspath) sous l'action de l'eau, du CO₂ ou de la chaleur.
- Les argiles de sédimentation (gisement secondaire) : décomposition de la roche mère puis transport et sédimentation [6].

II.4 Structure des argiles

Les minéraux argileux sont des aluminosilicates présentant une structure en feuillets, d'où leur appellation de phyllosilicates, et sont classés selon leur microstructure. [7]

Ces cristallites d'argile sont formées par l'empilement parallèle de couches élémentaires dont la charpente est principalement composée d'ions d'oxygène et d'hydroxyde, alors que les plus petits cations sont localisés dans les cavités de la charpente [8].

Cet empilement de feuillets élémentaires est ordonné comme suit :

- Les plans sont constitués d'atomes ;
- Les couches tétraédriques et octaédriques sont constituées de combinaisons de plans ;
- Les feuillets tétraédriques et octaédriques sont constitués de combinaisons de couches ;
- Ainsi le cristal est le résultat de l'empilement de ces couches.

La structure des argiles est représentée dans figure I.1 [9].

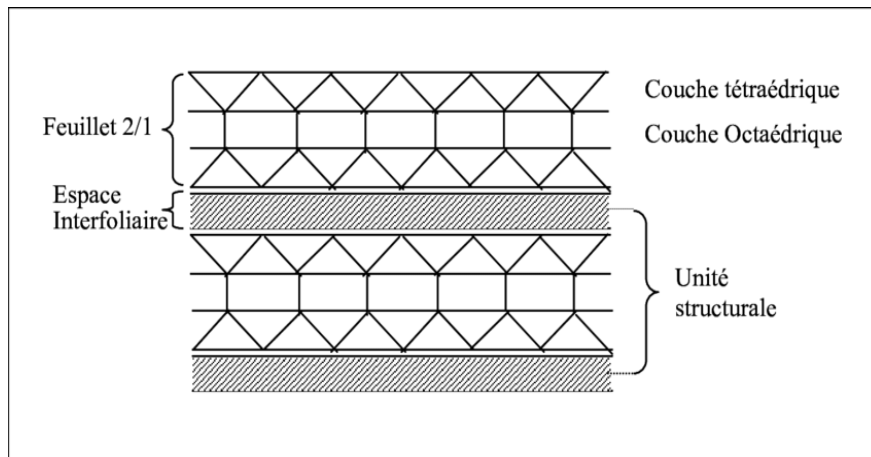
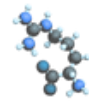


Figure II.1 : la structure générale d'une argile [10].

- **Couche tétraédrique** : dans chaque couche tétraédrique, un atome de silice est situé au centre d'un tétraèdre équidistant de quatre atomes d'oxygènes ou hydroxydes. Le groupe de tétraèdre de silice ($\text{Si}(\text{OH})_4$) est disposé selon un réseau hexagonal, qui se répète infiniment. Il s'agit d'une combinaison différente entre deux unités de couche octaédrique et de couche tétraédrique (Figure III.2), ainsi que la modification de la structure de base qui forme la gamme de minéraux argileux possédant des caractéristiques différentes.
- **Couche octaédrique** : elle est formée par des octaèdres composés de six oxygènes et/ou hydroxyles et d'un cation central généralement Al^{3+} et/ou Fe^{3+} et/ou Mg^{2+} et/ou Fe^{2+} [11].

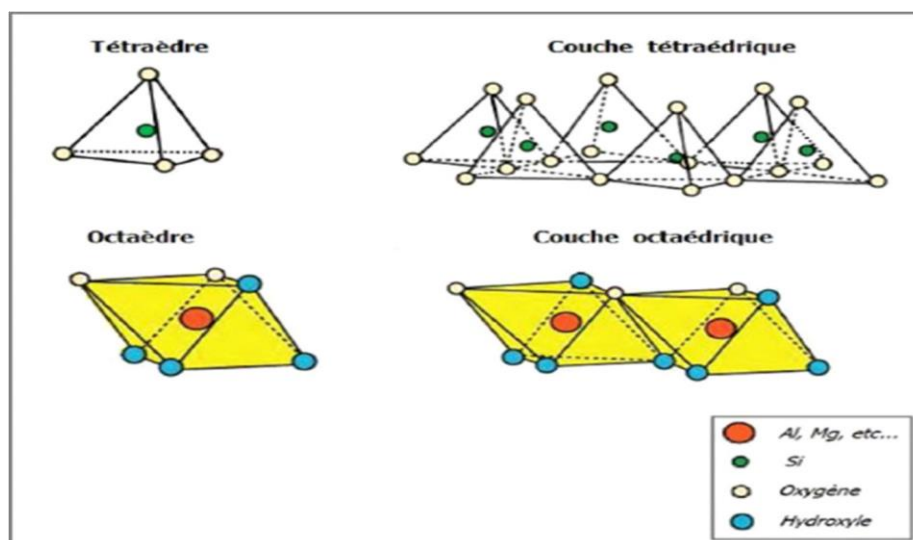
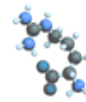


Figure II.2 : Représentation des tétraèdres et des octaèdres [12].



II.5. Classification des minéraux argileux

On distingue parmi les minéraux argileux trois grands groupes (1/1, 2/1 et 2/1/1), leur distinction a été établie en fonction de la composition chimique, de l'épaisseur des feuillets, de la grandeur de l'espace inter-foliaire et de la valeur de la capacité d'échange de cations (Figure 4) [13].

II.5.1 Groupe des minéraux du type 1/1 (T-O) ou minéraux à 7 Å

Le feuillet élémentaire est constitué d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique. Dans la couche octaédrique, deux cavités octaédriques sur trois sont occupées par des cations Al^{3+} , tandis que la couche tétraédrique est dépourvue en principe de substitution isomorphe. Donc le feuillet est neutre et sa capacité d'échange cationique est très faible (0,03 à 15 méq/100 g) (cas des kaolinites) [14]

II.5.2 Groupe des minéraux du type 2/1 (T-O-T) ou minéraux à 10 Å

Ce type correspond aux illites, smectites et vermiculites ; il comporte trois couches :

Deux couches tétraédriques de silice, encadrant une couche octaédrique alumineuse ; mais cette couche octaédrique a une composition différente suivant les argiles, de sorte qu'il convient de distinguer deux types : le premier type est dioctaédrique telles que les illites et les smectites (montmorillonites, saponites, beidellites et les nontronites) et le second type est trioctaédrique (cas des vermiculites) [13].

La couche est dite trioctaédrique si tous les sites octaédriques sont occupés par des cations divalents et dioctaédrique si seuls deux octaèdres sur trois sont occupés par des cations trivalents.

La plupart des espèces de ce groupe sont des minéraux présentant des substitutions tétraédriques ou octaédriques, ou les deux simultanément et conduisent de ce fait à des feuillets chargés avec compensation des charges par l'intermédiaire de cations interfoliaires.

Ces feuillets, séparés par des intervalles plus au moins larges, accusent une capacité d'échange cationique élevée (45 à 140 méq/100g) [15].

II.5.3 Groupe des minéraux du type 2/1/1 (T-O-T-O) ou minéraux à 14 Å

Les minéraux argileux de ce groupe sont caractérisés par un feuillet constitué, en plus des trois couches de la série 2/1, par une quatrième couche octaédrique qui s'insère dans l'espace interfoliaire (cas des chlorites). Ces trois groupes caractérisent les phyllites vraies, un quatrième



groupe est représenté par les pseudophyllites, ou argiles fibreuses, telles que la sépiolite et la palygorskite [16].

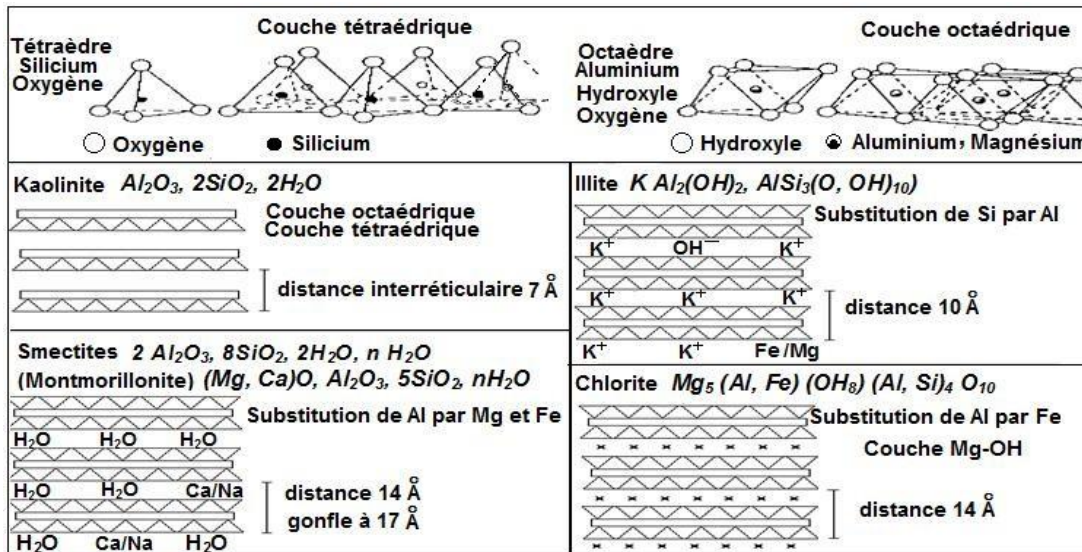


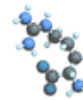
Figure II.3 : Structure des minéraux argileux [13].

II.6 Application des argiles

Le tableau ci- dessous regroupe quelques applications des argiles.

Tableau II.1 : Application et utilisation de l'argile dans différents secteurs [17]

Industrie chimique	➤ Support des pesticides
Energie	➤ Additif d'engrais
Production végétale	➤ Amélioration du rendement de sol.
Martiaux de construction	➤ Ingrédient du ciment.
Pétro chimie	➤ Catalyseur dans le raffinage du pétrole et les lubrifiants. ➤ Dessiccation des gaz et des vapeurs.
Industrie de papier	➤ Papier pour impression et production spéciale.

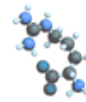


Secteurs d'utilisation	Exemples d'application
Industrie de forage	<ul style="list-style-type: none">➤ Liant et enrobage du forage➤ Ingrédient minérale du forage
Industrie alimentaire	<ul style="list-style-type: none">➤ Clarification et purification des vins.➤ Décoloration des huiles.➤ Filtration des bières.
Industrie pharmaceutique et cosmétique	<ul style="list-style-type: none">➤ Liant des pommades.➤ Adsorbant de malteries.➤ Pharmaceutiques.
Industrie	<ul style="list-style-type: none">➤ Décoloration des effluents de l'industrie textile.
Industrie des colorants	<ul style="list-style-type: none">➤ Vernis et lutte thixotropie



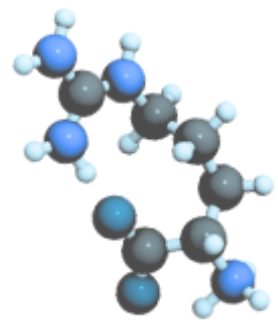
Références bibliographiques

- [1] :Grim r.E. Clay mineralogy, Édité par R.R. Shrock (McGraw-Hill series in Geology, Londres), (1953).
- [2] :Ben Rhaïem H–Analyse multiéchelle de phyllosilicates tunisiens par diffraction aux petits angles des RX et par MET. Relation entre structure, microtexture et propriétés macroscopiques d’hydratation au cours d’un cycle de dessiccation-humectation. Thèse d'Etat de l'Université de Tunis II, 262 p.
- [3] :Shackelford C. D., Craig H., Benson C. H., Katsumi T. , Edil T. B., Lin L. Evaluating the hydraulic conductivity of GCLs permeated with non-standard liquids. Elsevier Science, 18, 133- 161 (2000).
- [4] :BELKASSA, K. Etude des propriétés physicochimiques d'une halloysite modifiée thermiquement et chimiquement, Université de MostaganemAbdelhamid Ibn Badis, (2014).
- [5] :Pedro. F, Les minéraux argileux, Constituants et propriétés du sol, Edition Masson, (1994).
- [6] : Razkaoui A. Etude physique et technologique d'une kaolinite hydratée : l'halloysite., Université de Limoges, (1995).
- [7] :Bouna, L. Fonctionnalisation des minéraux argileux d'origine marocaine par TiO₂ en vue de l'élimination par photocatalyse de micropolluants organiques des milieux aqueux., Université de Toulouse, (2012).
- [8] : Fabries, J et Weisbord, A. Détermination des minéraux des roches au microscope polarisant, Edition Lamarre, (1991).
- [9] :DALI YUCEF, L. Purification et caractérisation de l'attapulгите Algérienne. Application à l'adsorption du bleu de methylene, Université Oran (106 pp), (2012).
- [10] :<https://www.researchgate.net/profile/SabeurKhemakhem/publication/1798991/figure/fig1/AS:408875984539649@1474495039572/6-Schema-de-la-structure-generale-dune-argile.png>
- [11] : Matari Hadjre Bouguerra Sabrina , Valorisation de l'Halloysite Algérienne dans le cadre de la dépollution d'un colorant textile .. Université A. M. OULHADJ – Bouira, (2022).



- [12] : GAUTIER, M. Interactions entre argile ammonie et molécules organiques dans le contexte du stockage des déchets. Université d'Orléans, (2008).
- [13] : Duchaufour, P, Abrégé de pédologie, Edition Masson, Paris, France,(1988).
- [14] :El Hachmi, A.. Argile et minéraux argileux: propriétés physico-chimiques et propriétés et propriétés colloïdes Universite Abdelmalek Essaadi Tetouan, (2013).
- [15] : Morel, R. Les sols cultivés, Edition Technique et documentation–Lavoisier, Paris, France,(1989).
- [16] : Decarreau, A, Matériaux argileux, structure, propriétés et applications, Edition Masson, Paris, France,(1990).
- [17] : Bouthaina. Elimination D'un colorant Basique en solution Aqueuse par une Bentonite Purifiée. universite Badji Mokhtar- Annaba ,(2019).

Chapitre III



Les composites à matrice polymérique



III.1. Introduction

Le développement de nouveaux matériaux est soumis aux besoins des utilisateurs (constructeurs). Ceux-ci veulent toujours des matériaux plus performants, plus économiques et qui durent plus longtemps. Les chercheurs sont le plus souvent amenés à optimiser les solutions déjà utilisées, mais dans certains cas, ils doivent complètement repenser le problème et envisager de " nouveaux matériaux ".

En effet, on ne découvre plus de nouveaux matériaux, mais on crée plutôt des nouvelles associations de matériaux. L'un des résultats de cette association est l'aboutissement à un matériau composite, qui fait le sujet de notre étude.

Ces matériaux sont impliqués dans de nombreux secteurs : aéronautique, automobiles, bâtiment... Toutefois face à des contraintes économiques et environnementales toujours plus exigeantes, l'utilisation de renforts naturels et végétaux dans les composites à matrice organique apparaît aujourd'hui comme une alternative de choix. La recherche sur le sujet s'est ainsi fortement dynamisée au cours de ces dernières années et un certain nombre de produits commencent à apparaître sur le marché (balustrades, bardage, palettes, fenêtres...). De nouvelles applications et des composites plus performants sont déjà anticipés, mais les connaissances restent insuffisantes et des études doivent être menées afin de mieux comprendre certains mécanismes [1].

III.2 Définition des matériaux composites

Un matériau composite MC est constitué de l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux de natures différentes. Leur association est complémentaire et permet d'aboutir à un matériau dont les performances recherchées seront 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 [2].

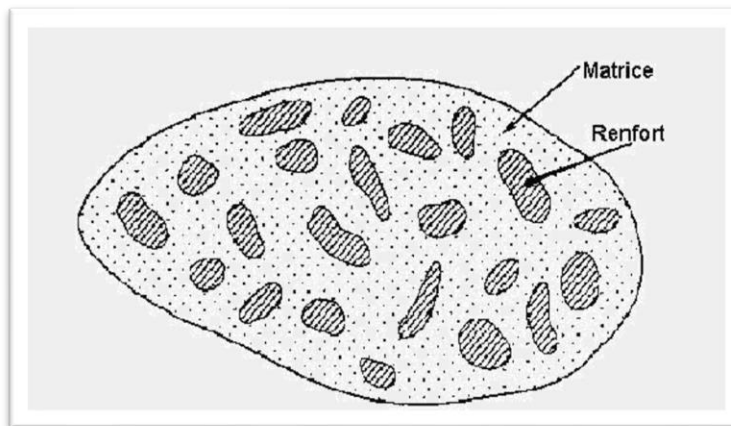
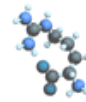


Figure III.1 : Schéma illustratif d'un matériau composite

III .3 Composants des matériaux composites

Les principaux constituants sont le renfort et la matrice. Le renfort a pour rôle d'apporter au matériau composite ses performances mécaniques élevées. La matrice qu'on appelle aussi liant, son rôle est de transmettre aux fibres les sollicitations mécaniques extérieures et de protéger les fibres vis-à-vis des agressions extérieures.

En ajoutant des additifs pour modifier certains des propriétés physiques ou chimiques. On les utilise même pour des raisons économiques et par fois pour faciliter la mise en œuvre.

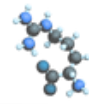
III .3.1 Matrice

La matrice permet de lier les fibres du renfort fibreux entre elles, ainsi que de répartir les efforts (résistance à la compression ou à la flexion). La matrice est facilement déformable et assure la protection chimique des fibres, et lie les fibres du renfort entre elles et assure la répartition de la contrainte c'est « l'emballage ». Les matrices doivent présenter une bonne compatibilité avec le renfort.

Il existe quatre types de matrices utilisés pour la conception des MC :

- **Matrices thermodurcissables** est un matériau polymère à base de résine qui ne peut être mis en forme, en principe, qu'une seule fois, lors de sa synthèse. Sur le plan de la microstructure, il se présente sous forme d'un réseau continu d'atomes reliés chimiquement entre eux par des liaisons fortes (covalentes).

Il peut être considéré comme composé d'une seule macromolécule géante. En dessous de sa T_g , il est dur et généralement cassant (fragile). Au-dessus de T_g , selon la densité du réseau de



liaisons, il est soit dur et résistant (réseau dense) soit très souple (réseau lâche), on parle alors d'élastomère ou de caoutchouc.

- **Matrices thermoplastiques** est un matériau à base de polymère (composé de macromolécules) qui peut être mis en forme, à l'état liquide (visqueux) à une température soit supérieure à sa température de transition vitreuse (T_g) (thermoplastiques amorphes) ou supérieure à sa température de fusion (T_m) (thermoplastiques semi-cristallins). Sur le plan de la microstructure, il se compose de molécules longues, linéaires ou ramifiées, mais chimiquement séparées l'une de l'autre.

Parmi les matrices thermoplastiques, on trouve : le polyéthylène (PE) le polypropylène (PP); le poly (acétate de vinyle) (PAV) (colles à bois et autres adhésifs) ; le poly (chlorure de vinyle) (PVC) (tuyauteries)

Les matrices thermoplastiques possèdent de faibles propriétés mécaniques. Leur renforcement (le plus souvent par des fibres courtes) confère une meilleure résistance mécanique, une bonne stabilité dimensionnelle, ainsi qu'un accroissement de la tenue en température.

- **Les matrices céramiques** dont la mise en forme fait appel à des précurseurs liquides ou gazeux, qui réagissent pour former la matrice ;
- **Les matrices métalliques** qui sont initialement sous forme de métal fondu (ou, parfois, de poudres métalliques que l'on met en forme par frittage) [3].

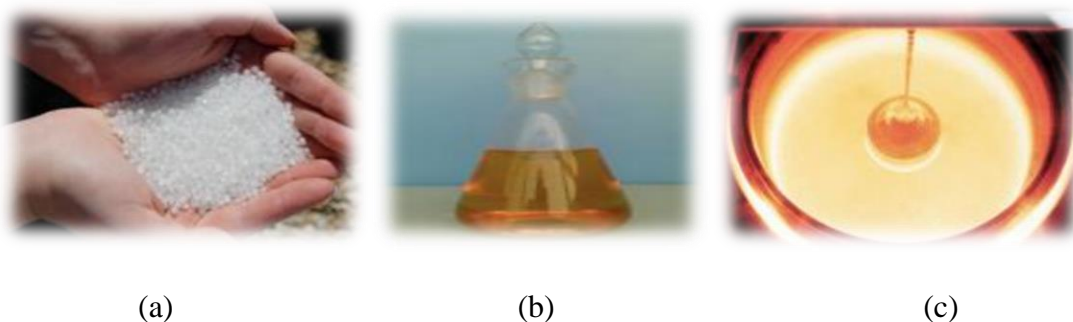
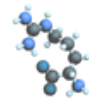


Figure III.2 : Quelques matrices avant mise en forme : (a) granulés (b) résine thermodurcissable, (c) silicium fondu, utilisé pour former une matrice céramique [3].

III .3.2 Renforts

C'est le principal porteur constitutif dans le composite (forme, volume). Il confère aux composites leurs caractéristiques mécaniques : rigidité, résistance à la rupture,



dureté. Ces renforts permettent également d'améliorer certaines des propriétés physiques : comportement thermique, tenue en température, tenue au feu, résistance à l'abrasion, propriétés électriques, etc. Les caractéristiques recherchées pour les renforts sont des propriétés mécaniques élevées, une masse volumique faible, une bonne compatibilité avec les résines, une facilité de mise en œuvre, un faible coût.

En fonction de leur utilisation, les renforts peuvent être d'origines diverses comme il est indiquée sur la figure :

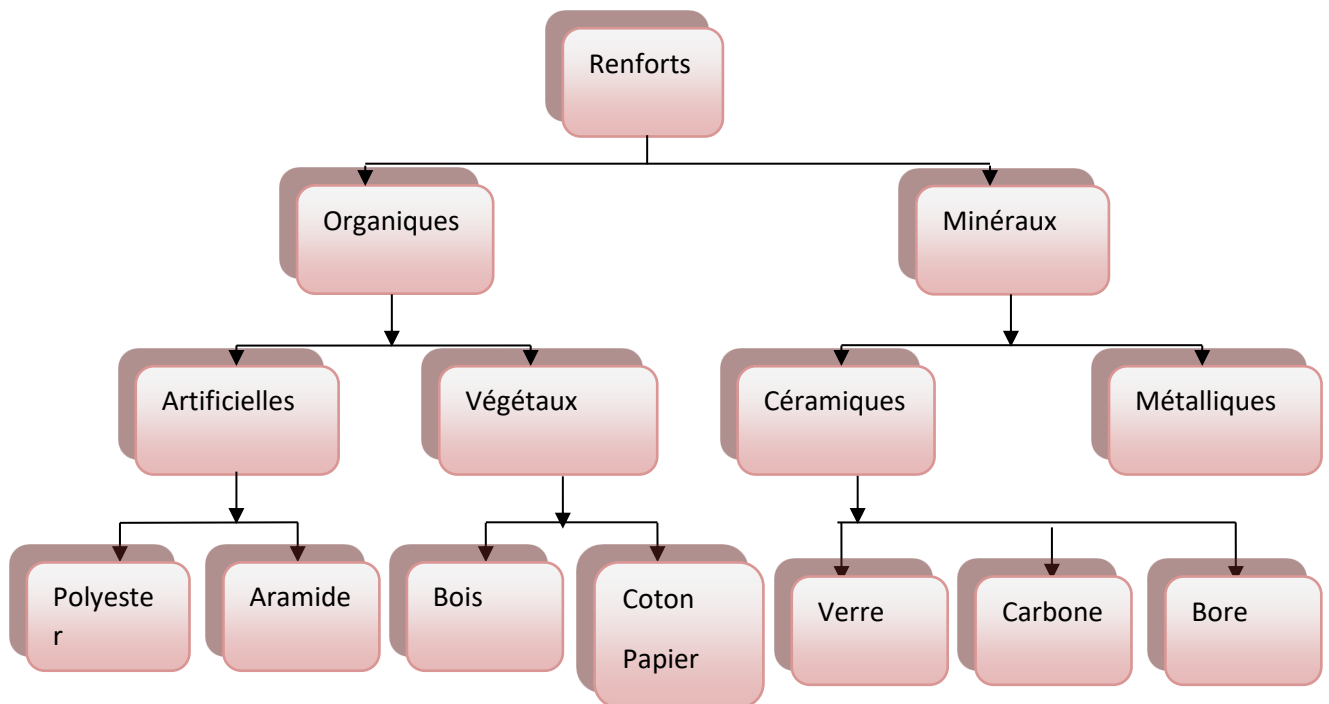


Figure III.3 : Les différents types de renfort de base [4].

- **Renfort en fibres discontinues**

Des fibres courtes, ou particules (charges sous forme de microbilles, de fibres broyées, d'écaillés ou de poudre), permettent d'améliorer certaines propriétés de la matrice (résistance à l'usure, propriétés thermiques, poids). Celle-ci reste l'élément de base et on obtient alors un « polymère renforcé ».



Figure III.4 : (a) Particules (microbilles) de verre ; (b) fibres de verre courtes [3].

- **Renfort continu**

Sous forme de fibres longues qui sont généralement utilisées pour des composites HP. Cette forme fibreuse offre une résistance à la rupture et souvent un module d'élasticité beaucoup plus élevée que ceux du même matériau massif, avec une augmentation de la longueur de 10000 fois, ou bien pour le même volume, la surface est multiplié par 100 dans le cas des fibres de verre [5].

Le principal intérêt de ces fibres est la possibilité de choisir leur orientation, ce qui permet de renforcer la pièce dans les directions selon lesquelles elle est la plus sollicitée. Cependant, les fibres étant de diamètre microscopique (quelques microns), il n'est naturellement pas envisageable de les disposer une à une. Elles sont donc fournies sous la forme de semi-produits pouvant être de plusieurs types :

- Soit des plis ou nappes, pouvant être unidirectionnels (toutes les fibres sont parallèles) ou mats (les fibres sont disposées « en vrac » dans toutes les directions du plan) ; ces plis sont alors fournis en rouleaux ;
- Soit des fils, formés de nombreuses fibres tressées entre elles, et fournis en bobines ;
- Soit des tissus plans préfabriqués à l'aide de ces fils, et fournis en rouleaux)[3].

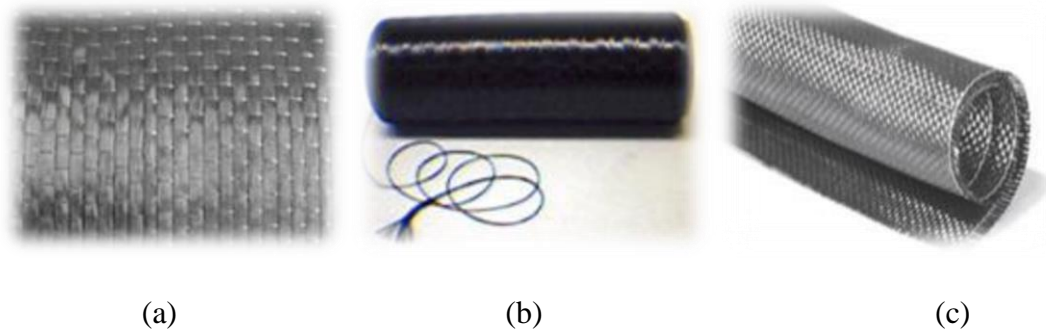
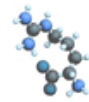


Figure III.5 : Fibres longues de carbone : (a) en rouleaux unidirectionnels, (b) en bobines de fils, (c) en rouleaux de tissu 2D équilibré [3].

III .3.3 Charges

- **Charges renforçantes**

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

- charges sphériques.
- Charges non sphériques.

- **Charges non renforçantes**

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

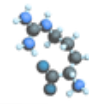
Parmi ces classes on trouve :

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

III .3.4 Additifs

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

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



III.4 Classification des matériaux composites

Les matériaux composites peuvent être classés :

III.4.1 Selon leur taux d'utilisation

Les composites sont classés en deux grandes classes :

- **Les composites à grande diffusion**

Ils occupent une portion de 95% des composites utilisés. Ce sont en général des plastiques armés ou des plastiques renforcés, le taux de renfort est de 30%. Dans 90% des cas, l'anisotropie n'est pas maîtrisée car les renforts sont des fibres courtes.

Les principaux constituants de bases sont les résines polyesters avec des fibres de verre [6].

- **Les composites hautes performances**

Ils sont principalement utilisés dans l'aéronautique et sont d'un coût élevé. Les renforts sont plutôt des fibres longues. Le taux de renfort est supérieur à 50%, et ce sont les renforts qui influent sur le coût. Les propriétés mécaniques (résistance mécanique et rigidité) sont largement supérieures à celles des métaux, contrairement aux composites à grande diffusion. Des méthodes de calculs de structures et d'homogénéisations ont été développées pour les composites hautes performances [6].

III.4.2 Selon la matrice

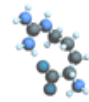
Ils se divisent en :

- Composites à matrice organique (CMO) : thermoplastique ou thermodurcissable ;
- Composites à matrice céramique (CMC) : tel que le silicium ;
- Composites à matrice métallique (CMM) : sous forme de métal fondu.

III.5 Matériaux composites structuraux

Les structures des matériaux composites peuvent être classées en trois types :

- Les monocouches
- Les stratifiées
- Les sandwiches



III .5.1 Monocouches représentent l'élément de base de la structure composite. Les différents types de monocouches sont caractérisés par la forme du renfort : à fibres longues (unidirectionnelles UD, réparties aléatoirement), à fibres tissées, à fibres courtes.

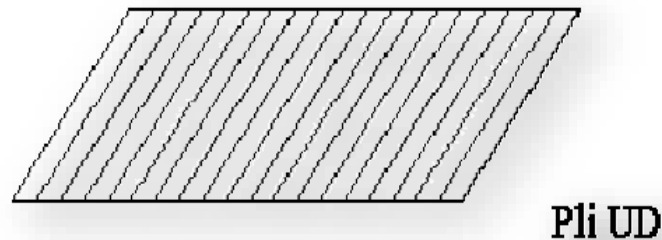


Figure III.6 : composite monocouche

III.5.2 Stratifiés

Un stratifié est constitué d'un empilement de monocouches ayant chacun une orientation propre par rapport à un référentiel commun aux couches et désigné comme le référentiel du stratifié. Le choix de l'empilement et plus particulièrement des orientations permettra d'avoir des propriétés mécaniques spécifiques.

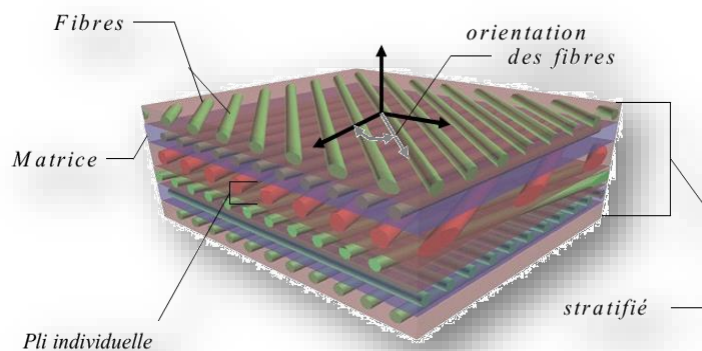


Figure III.7 : composite stratifié [7].

III.5.3 Sandwichs

Matériaux composés de deux semelles (ou peaux) de grande rigidité et de faible épaisseur enveloppant une âme (ou cœur) de forte épaisseur et faible résistance. L'ensemble forme une structure d'une grande légèreté. Le matériau sandwich possède une grande légèreté en flexion et c'est un excellent isolant thermique.

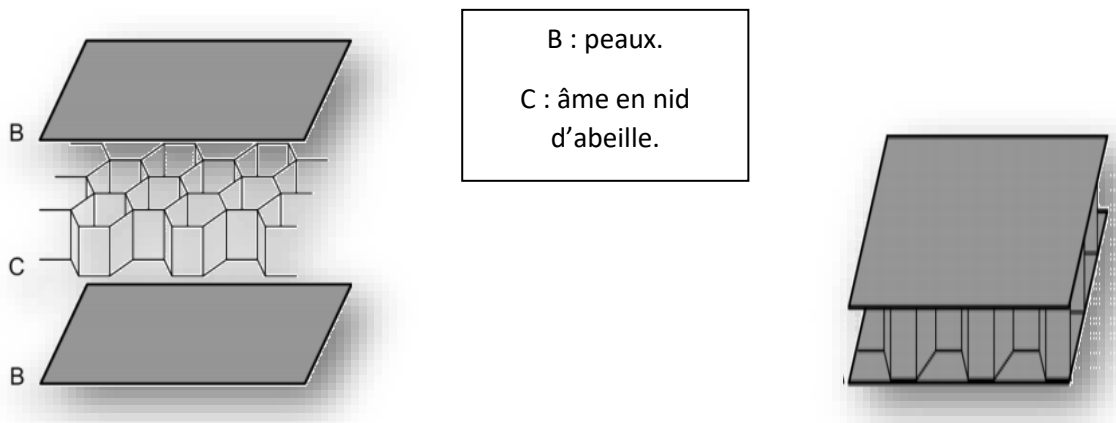
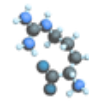


Figure III.8: Composite sandwich [8].

III.6 Technologie de la mise en œuvre

Les techniques de fabrication jouent un rôle considérable dans les composites car chacune des opérations influe de manière irréversible sur le produit finale. De nombreuses méthodes de fabrication ont été développées pour répondre aux besoins, et leurs choix dépend surtout des caractéristiques mécaniques dérivées et de la géométrie du produit.

Trois opérations sont indispensables :

1. Imprégnation du renfort par le système résineux.
2. Mise en forme à la géométrie de la pièce.
3. Durcissement du système
 - Soit par polycondensation et réticulation pour les matrices thermodurcissables,
 - Soit par simple refroidissement pour les matières thermoplastiques.

III.6.1 Technologies manuelles de transformation

Les technologies manuelles de transformation des composites représentent 21% du secteur des composites mais leur développement pourrait être menacé par les directives limitant les émissions de styrène (COV). Les procédés manuels sont utilisés pour la fabrication de pièces de grandes dimensions destinées principalement aux industries :

- de l'aéronautique (voilure, empennage, mobilier) ;
- du ferroviaire (panneaux et aménagement de voitures) ;
- de la construction nautique (coques) [9].



Les technologies manuelles de transformation des composites utilisent des moules ouverts; ce sont principalement :

- **Le moulage au contact**

Il s'agit de réaliser un stratifié en déposant, alternativement, des couches de résine liquide et des couches de tissu. L'opérateur comprime le tout avec un rouleau, ce qui permet d'imprégner le tissu de résine et de chasser l'air. Une fois la stratification terminée, l'ensemble est mis à solidifier dans une étuve ou à température ambiante. Après durcissement de la résine, la pièce est démoulée et détournée[3].

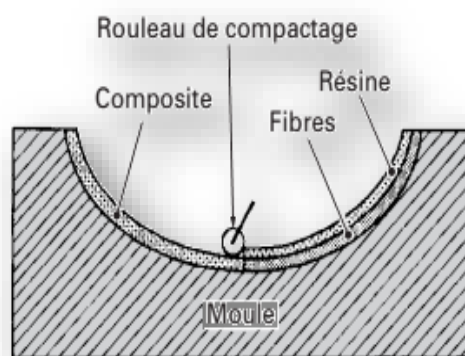


Figure III.9 : Principe du Moulage au contact [10].

- **Moulage par projection**

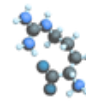
Les matières premières sont mises en œuvre à l'aide d'une machine dite "de projection" comprenant :

- un dispositif de coupe
- projection du renfort (roving)
- un ou deux pistolets projetant simultanément la résine.

Les fils coupés et la résine sont projetés sur la surface du moule puis compactés et ébullés à l'aide de rouleaux et d'ébulleurs. La résine pré accélérée est catalysée en continu lors de sa projection.

Parmi les avantages associés à ce type de moulage on retrouve :

1. Très larges possibilités de forme et dimensions
2. Travail simplifié, suppression de la mise en forme obtenue directement par la projection



3. Investissements très modérés
4. Moule simples, peu onéreux, rapides à réaliser en interne.



(a)

(b)

Figure III.10: Principe du Moulage par projection

(a) Projection ; (b) Pistolet de projection

- **Le drapage autoclavé**

Le drapage autoclavé, réservé aux composites « hautes performances », est devenu très industrialisé (en particulier en aéronautique) grâce au développement de machine à draper ; les étapes de la fabrication sont les suivantes :

- Dépose des tissus ou nappes pré imprégnés préalablement découpés à la forme voulue dans ou sur une forme par plis successifs (phase de drapage) ;
- Couverture de l'ensemble par une membrane souple et étanche et mise sous vide pour éliminer les solvants parasites ;
- L'ensemble est porté en autoclave à haute température ($>200^{\circ}\text{C}$) et haute pression (15 bars) pour la polymérisation (phase d'autoclavage) [11].

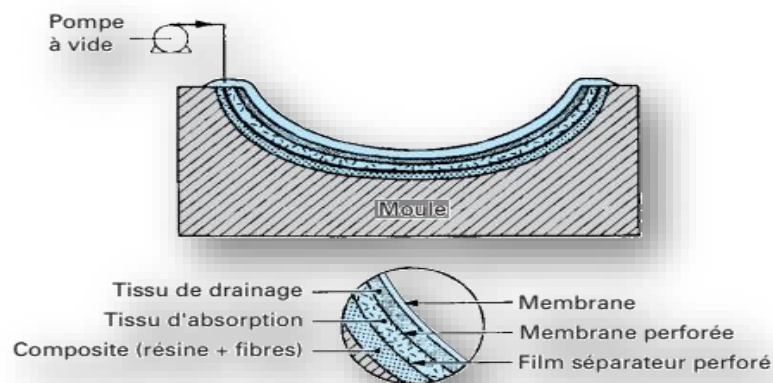
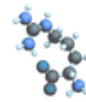


Figure III.11 : Principe du moulage en autoclave [12].



III.6.2 Procédés de transformation par moulage

- **Procédé RTM**

Le procédé RTM (Resin Transfert Molding) consiste à disposer les fibres au sein d'un moule fermé dans lequel on injecte la résine sous pression, à l'aide d'une pompe. Il en existe deux variantes : la RTM « standard » qui utilise un moule très rigide et lourd, et la RTM « éco » ou « light » qui utilise un moule semi-rigide et s'effectue donc à des pressions moins élevées ; une pompe à vide fournit alors une assistance supplémentaire pour aspirer la résine. Par rapport à l'infusion, l'emploi d'un moule fermé permet un meilleur contrôle de l'épaisseur des pièces, moyennant un outillage nettement plus coûteux. . Il permet, en 20 à 30 minutes, la réalisation simultanée du matériau composite et de l'objet fini.

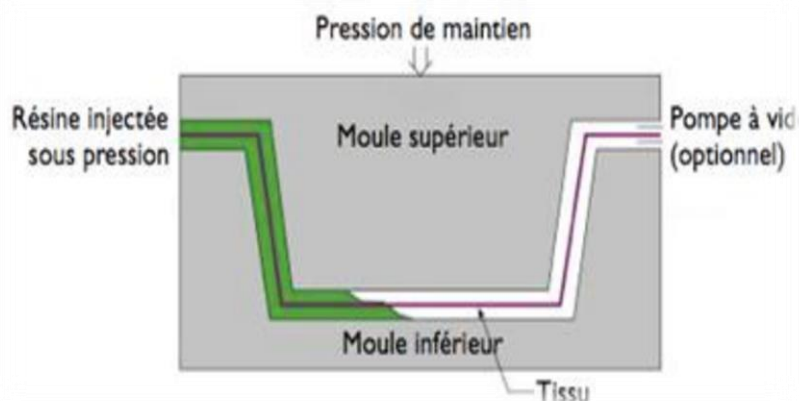
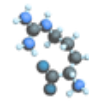


Figure III.12 : La RTM (Resin Transfert Molding) [13].

- **Moulage par compression**

Le moulage par compression est un procédé adapté surtout à la fabrication en grande série car il nécessite des outillages très coûteux (moule et contre-moule massifs, presse). Les matrices thermodurcissables comme celles thermoplastiques sont fréquemment utilisées.

On utilise dans le cas de la mise en forme des thermodurcissables des renforts pré imprégnés sous forme de particules. Les fibres sont présentées sous forme coupée (fibres courtes) et on appelle ces composants BMC (Bulk Molding Compounds). L'orientation des fibres est aléatoire dans le cas de ce procédé. Des variantes de ce procédé consistent à utiliser une matière première livrée sous forme de rouleaux. Des feuilles de renfort pré imprégné sont



découpées à la taille requise et disposées dans l'outillage. Ces feuilles sont appelées SMC (Sheet Molding Compound) [14].

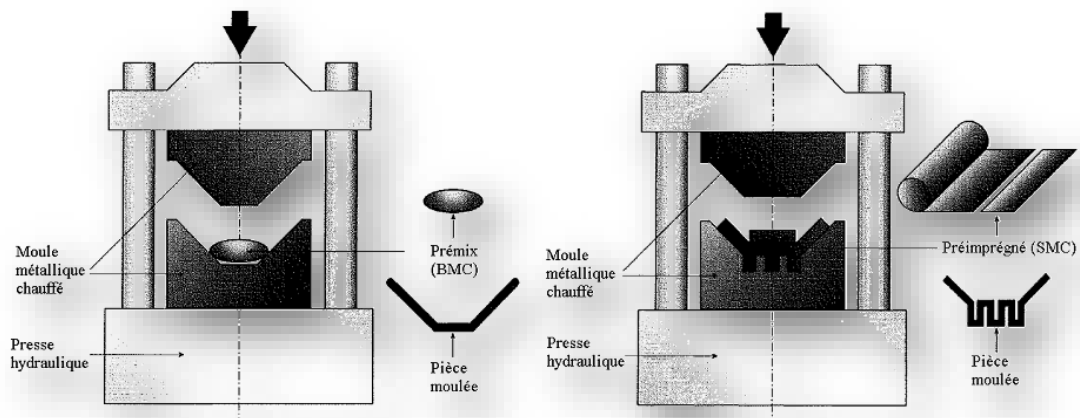


Figure III.13 : Moulage par compression des BMC et des SMC [15].

III.6.3 Procédé de transformation en continu

- **La pultrusion**

Le procédé de transformation en continu, dit pultrusion, est peu développé en France, utilisé par seulement 5 ou 6 transformateurs ; il permet de fabriquer par une opération unique et continue le matériau composite et le produit fini sous forme de profilés longs.

Le renfort filamentaire est imprégné de résine puis formé par traction à travers une filière chauffée qui assure la polymérisation. Les cadences de production sont de l'ordre du mètre de profilé par minute.

Les principales applications des matériaux composites réalisés par la pultrusion concernent des profilés destinés à :

- la construction électrique: isolant électrique ;
- la construction civile et industrielle: plates-formes de ponts, signalisation, échelles ;
- les sports et loisirs : cannes, clubs, perches.

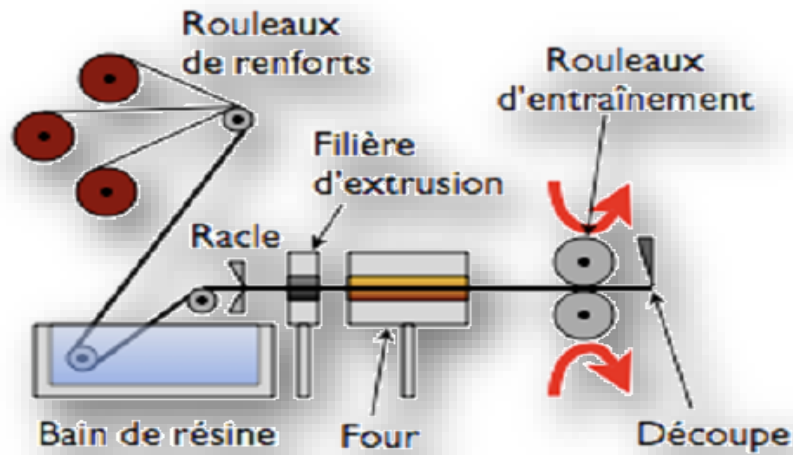
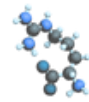


Figure III.14 : principe de la pultrusion [3]

- **L'enroulement filamentaire**

Le procédé d'enroulement filamentaire est adapté à la production en petite série de corps creux de révolution ; il ne représente que 2% des composites produits. Le procédé réalise simultanément le matériau et le produit ; il consiste à enrouler un renfort continu imprégné de résine sur un mandrin tournant. Le temps de cycle peut atteindre quelques jours en fonction du volume et de la complexité des formes.

L'enroulement filamentaire est particulièrement adapté aux composites « hautes performances » (HP) car le procédé, compatible avec des taux élevés de renfort, permet une orientation précise des fibres.

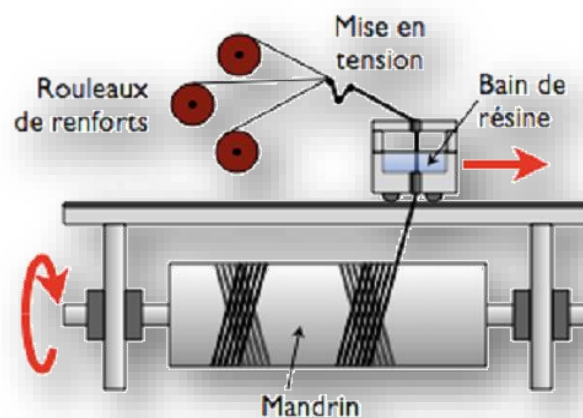
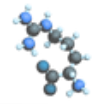


Figure III.15 : principe de L'enroulement filamentaire [3]



III.7 Qualités générales des composites

Tableau III.1 : Avantages et inconvénients des matériaux composites

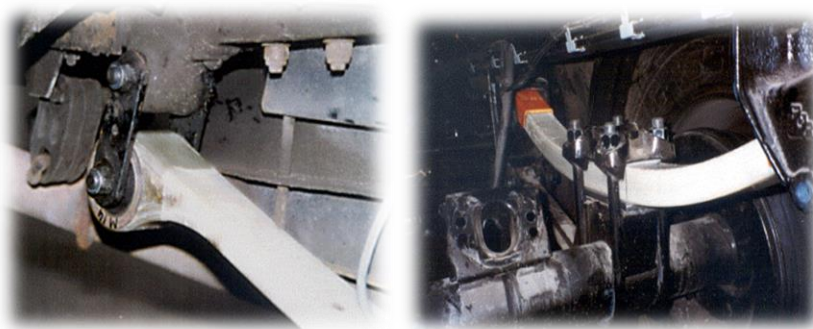
Avantages	Inconvénients
Leur légèreté.	les coûts des matières premières et des procédés de fabrication.
Leur résistance à la corrosion et aussi à la fatigue.	la gestion des déchets engendrés et la réglementation de plus en plus stricte.
Leur insensibilité aux produits comme les graisses, les liquides hydrauliques, les peintures et les solvants.	sensibilité aux agents atmosphériques (rayons UV, humidité, température)
Leur possibilité de prendre plusieurs formes, d'intégrer des accessoires et permettre la réduction de bruit.	faible tenue au feu

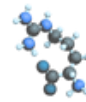
III.8 Domaines d'utilisation des matériaux composites

De nos jours, les matériaux composites ont pris une place importante dans divers domaines : aéronautique, transport, bâtiment, loisirs :

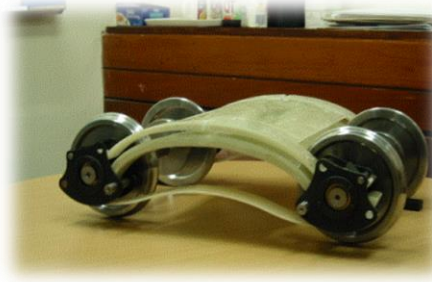
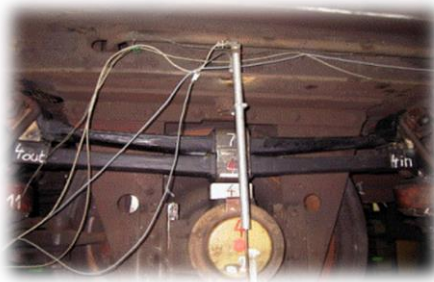
III.8.1 Transport et automobile

- Suspension pour voiture et camion :





- Suspensions à deux phases en fibre de verre pour wagons marchandise



III.8.2 Applications navales

- Structure sandwich : Structures en composite Mat et voiles en fibre de carbone



III.8.3 Applications aéronautiques

- Boeing 787 : 50% de composite



- Aubes d'hélices et turbines





III.8.4 Applications aérospatiales

- Protections thermiques des fusées



- Structures de satellites et lanceurs



III.8.5 Applications sportives

- Voiture de formule 1



- skis en composite





- Vélos de compétition



III-9 Conclusion :

L'objectif des producteurs des matériaux composites est de concurrencer et de surpasser les métaux qui, de leur côté, ne cessent d'optimiser leurs propres caractéristiques. La diversité des matériaux composites et leur souplesse, qui permet de fabriquer ou de composer des caractéristiques à la carte, rendent cet objectif légitime. Pour atteindre ces objectifs, ce secteur doit se développer par l'innovation.

Dans les composites les fibres se trouvent sous formes organiques et naturelles, ces dernières peuvent donner une bonne résistance au matériau grâce à leurs propriétés ce qu'on va le voir dans un prochain chapitre.



Références :

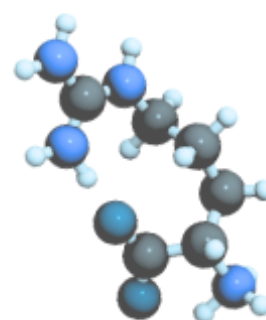
- [1] : Fares Walid .Mr Zalatou Ahmed. Elaboration d'un composite renforcé par des fibres de grenade. Université Ibn Khaldoun – Tiaret 2019.
- [2] : Kamila Rouam, Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique : Mémoire de Magister Université. M'hamed Bougara, Boumerdes , **2014**.
- [3] : F. Daghia and L. Gendre, “Sciences de l'ingénieur.” [en ligne]. Disponible sur : http://www.si.ens-cachan.fr/accueil_V2.php?page=affiche_ressource&id=169.2011
- [4] : **J.E.G. van Dam**, Analytical protocols for characterisation of sulphur-free lignin. Industrial Crops and Products, **2004**.
- [5] : Berthelot, J.-M. Présentation. Sociologie et sociétés, 31(1), 3–10.
<https://doi.org/10.7202/001060ar.1999>
- [6] : Taqiyeddine Moumene. Les composites. Cours. Université Ibn Khaldoun- Tiaret.2013
- [7] : A. R. Blythe. Materials Alert. Electrical resistivity measurements of polymer materials · Science. 1984
- [8] : P. V. Joseph. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing.2003
- [9] : **L. Berreur, B. De Maillard, S. Nösperger**, “L'industrie française des. matériaux composites”, Rapport de synthèse, 13 Mai **2002** [21] : Les caractéristiques du polyéthylène (PE) & son utilité :<https://www.naite.fr/blog/caracteristiques-polyethylene> ,2022.
- [10] : Barrau et Sabatier .<https://www.researchgate.net/profile/Soufyane-Belhenini/publication/369411663/figure>.2010
- [11] : **L. Berreur, B. de Maillard, and S. Nösperger**, “L'industrie française des matériaux composites.” 2001
- [12] : Christophe Binétruy. Physique du moulage des composites avancés : applications 2006
- [13] : <https://docplayer.fr/amp/3898342-Introduction-generale-sur-les-materiaux-composites-frederic-laurin.html>. 2011.
- [14] : **Mihaluta M.**, Martin P., Application of Discrete Event Simulation to nformatique_bancaire.pdf, dernière consultation 03/01/**2011**



[15] : Thi Tuyet Nhung Le. Composites BMC injectés : analyse et modélisation multi-échelles du comportement endommageable. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Arts et Métiers ParisTech, 2011

[16] : Wendlamita Zombre. Durabilité des matériaux composites dans un environnement Génie Civil : expérimentation multi-échelle et analyse statistique. Matériaux. Université de Lyon, 2019

Chapitre IV



Matériaux Utilisés et Techniques Expérimental



IV. Matériaux utilisés

IV.1. Résine :

Le polyéthylène utilisé dans cette étude est un PEHD (de l'unité POLYMED CP2/K situé à la zone industrielle de Skikda). Ce PEHD est obtenu par voie radicalaire selon le procédé de Philips utilisant des basses pressions.

Ses principales caractéristiques sont regroupées dans le tableau IV.1 :

Tableau IV.1 : Principales caractéristiques du PEHD.

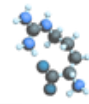
Caractéristiques	Méthodes	Valeur
Indice de fluidité (2.16 kg/190°C)	ASTM D1238	0.6g/10 min
Densité (23°C)	ASTM D1505	0,955
Dureté, Shore D	ASTM D2240	67
Résistance à la traction à la rupture (50mm/min)	ASTM D 638 (Type IV)	28 MPa
Elongation à la rupture (50mm/min)	ASTM D 638 (Type IV)	> 600 %
Module de flexion	ASTM D 790	1200 MPa
Température de fusion	-	194 216 °C

IV.2. Charge

La charge utilisée est l'argile. C'est une charge caractérisée par sa pureté et contient des particules petites, moyennes et grossières.

IV.2.1. Propriétés chimiques de la charge

Les propriétés bien particulières des minéraux argileux sont dues à la petite taille, la structure en feuillets et la charge négative des particules. Elles forment avec l'eau des solutions



colloïdales qui flocculent lorsque les charges de surface des particules sont neutralisées par de ions. Ce phénomène est réversible : les particules retrouvent l'état dispersé lorsque les ions sont éliminés par rinçage. Les argiles fixent l'eau par adsorption à leur surface et augmentent de volume par gonflement. Elles constituent ainsi une réserve d'eau. L'argile sèche développe une tension de succion importante pour l'eau qui peut s'opposer à celle des racines des plantes. Avec adjonction croissante d'eau, la tension de succion diminue, l'ensemble eau-argile devient plastique, puis visqueux et finalement les particules d'argile se dispersent dans l'eau en formant une solution colloïdale.

IV.3. Charge utilisée

IV.3.1 Préparation de l'argile

Pour aboutir à notre résultat qui est celui d'étudier l'effet de la présence de l'argile dans PEHD sur leur stabilité thermique par mélangeur à deux cylindres nous devons traiter l'argile selon les étapes suivantes :

- Broyage de la bentonite ;
- Tamisage de la bentonite ;
- Purification de la bentonite ;

IV.3.2 Broyage de l'argile

La bentonite est extraite du minerai de Skikda sous forme de petits blocs de diamètre moyen de 1 à 10 cm. Du point de vue pratique il est primordial de la faire broyer à l'aide d'un broyeur afin de réduire sa granulométrie, autrement dit la transformer en poudre très fine ayant un diamètre compris entre 69-125nm pour mieux la travailler.

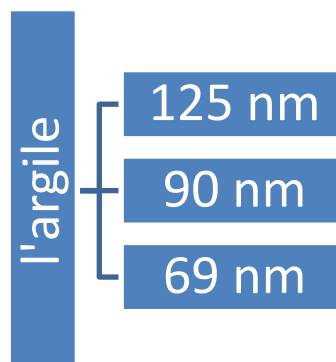


Figure IV.1 : les différents taille de charge utilisée.



IV.4. Méthode de préparation des échantillons

IV.4.1. Malaxage

La préparation des composites a été faite sur le mélangeur à deux cylindres, avec une vitesse de rotation de 32 tr/min à la température de mise en œuvre la mieux adaptée au polyéthylène haut densité est de 175°C, et un temps de mélangeage de 10 min à l'aide d'une spatule jusqu'à fusion du polymère puis incorporation de la charge.

IV.4.2. Broyage

Les feuilles obtenues ont été découpées en petits bandelettes de 2 à 3 cm de longueur, puis on a broyé ces bandelettes en particule de petites tailles.

IV.4.3. Compression

A partir des différents composites, préalablement étuvée, on a fabriqué des plaques pour le test de traction et des éprouvettes pour le test de dureté selon la norme à l'aide d'une presse automatique sous une pression de 100 Kg/cm², une température de 177°C et un temps (préchauffage : 5 min, dégazage : 2 min et compression : 7 min). Les plaques ont été découpées.

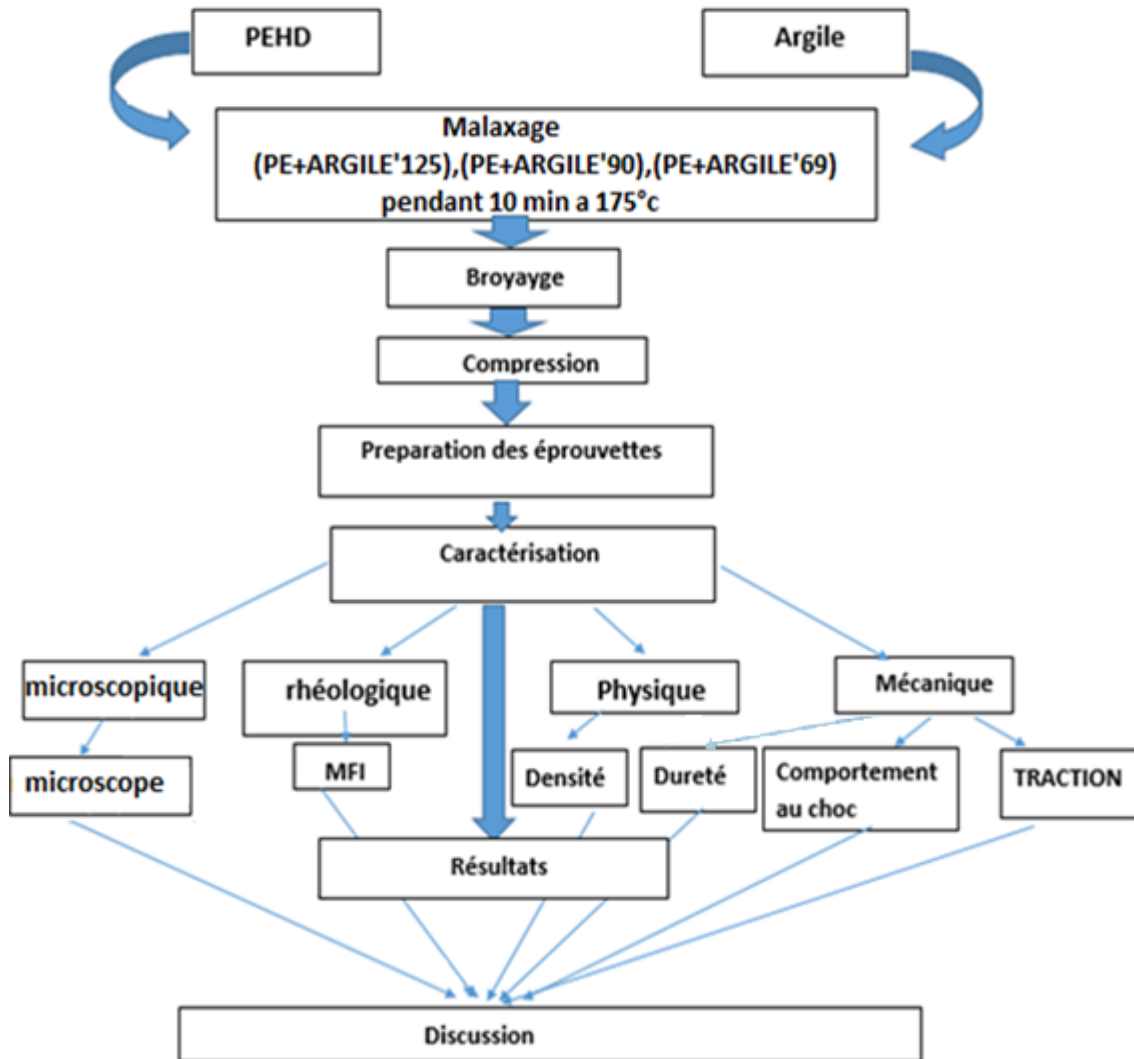


Figure IV.2: Organigramme de l'élaboration et la caractérisation du matériau composite PEHD/Argile

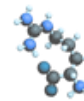
IV.5. Méthode de caractérisation et mode opératoire

Les différentes techniques expérimentales utilisées dans ce travail sont :

IV.5.1. Caractérisation rhéologique

- **Indice de fluidité (Melt Flow Index: MFI)**

Le Melt Flow Index (MFI) est un test de contrôle qualité qui mesure l'écoulement d'une résine à travers une filière. C'est le taux de polymère fondu, en gramme qui est exclu par la filière capillaire en 10 minutes, poussé par une charge spécifique (figure IV. 1). L'unité est le



gramme par 10 minutes.

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

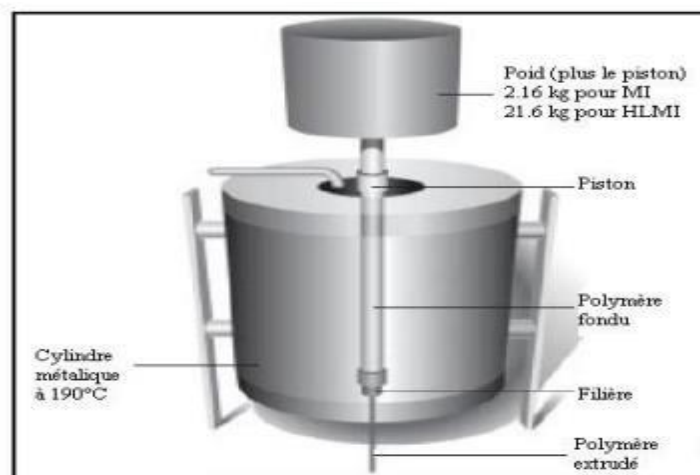


Figure IV. 3 : Appareillage de mesure du Melt Flow Index.

Protocole expérimental

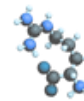
Cette méthode d'analyse est réalisée conformément à la norme ASTM D-1239 Porter l'appareil plastomère à une température de 190 °C pendant au moins 15 minutes, puis nettoyer le cylindre avec du coton et installer la filière. Verser environ 4 gr du produit à analyser dans le cylindre et introduire le piston avec une légère pression.

Préchauffer le produit à analyser sans poids pendant 3 min puis avec poids pendant 3 min et ensuite couper la partie extrudée qui contient des bulles d'air, laisser le produit s'écouler pendant 10 min et couper d'un seul coup la partie extrudée. Finalement peser cette masse qui correspond au MFI de ce produit en gr/10min.

IV.5.2. Analyses physiques

- **Densité**

La densité est mesurée par la technique de la colonne à gradient de densité. Cette colonne est constituée d'un mélange de deux liquides miscibles : eau et éthanol, de composition variable de haut en bas de la colonne, formant ainsi un gradient de densité comprenant les densités extrêmes de la série de matériaux à étudier. L'introduction des billes de densité certifiée avec



une précision de 10^{-4} permet d'étalonner la colonne. Les valeurs de la densité sont des moyennes sur trois essais.

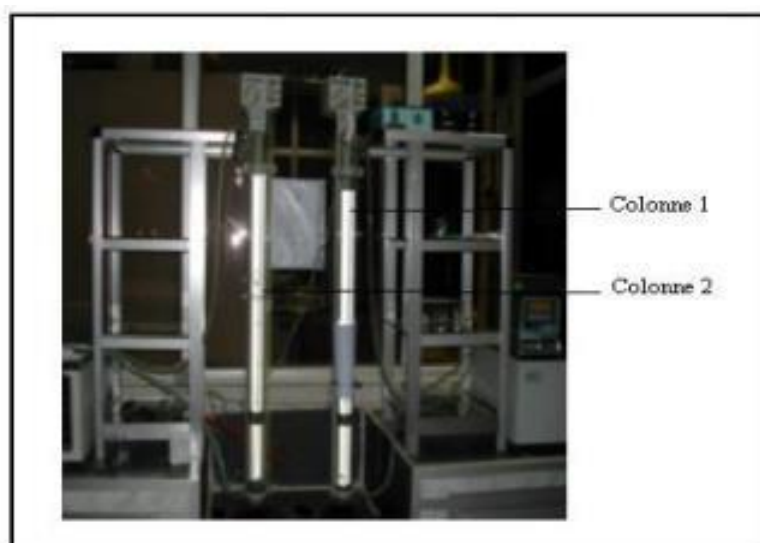


Figure IV.4 : Appareillage des deux colonnes à gradient de densité.

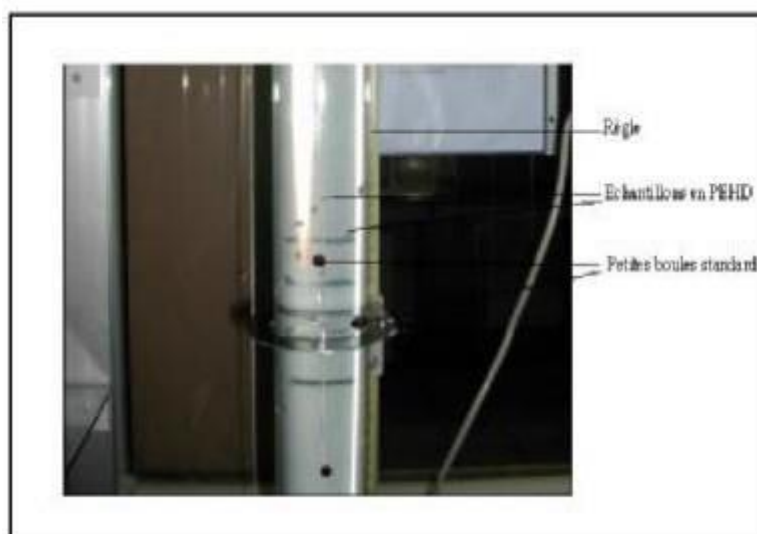
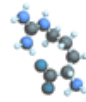


Figure IV. 5 : Une partie d'une colonne à gradient de densité.

Protocole expérimental

Cette méthode d'analyse est effectuée en accord avec la méthode ASTM D-1505 Prendre environ 7 gr de PEHD et faire une petite plaque circulaire de 3 mm d'épaisseur et de 3 cm de diamètre à l'aide de la presse. Couper un petit morceau et l'imbiber dans l'isopropanol puis le plonger dans la colonne de densité. Après 15 min lire la hauteur puis calculer la densité selon la formule suivante :



$$\text{Densité} = (Y / Z) \times (B - A) + A \dots\dots\dots (IV.1)$$

Avec :

Y : Distance entre le spécimen et le flotteur de densité basse.

Z : Distance entre les deux flotteurs (petites boules).

A : Densité du 1^{er} flotteur.

B : Densité du 2^{ème} flotteur.

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

IV.5.3. Essais mécaniques

- **Test de Traction**

Une des caractéristiques les plus remarquables des thermoplastiques Semi-cristallins est leur faculté à subir une grande déformation plastique avant la rupture à la température ambiante. Ce phénomène provient en partie du fait que leur température de transition vitreuse (-100°C pour le PE) est située bien au-dessous de la température ambiante. Contrairement aux polymères vitreux pour lesquels la déformation plastique intervient de façon macroscopique et non homogène dans les tests de traction uniaxiale. Ce phénomène de déformation plastique appelé striction ou instabilité plastique a été largement étudié. La figure ci-dessous montre l'allure typique de la courbe contrainte-déformation nominale en traction uniaxiale et l'évolution du profil de l'éprouvette tandis que celle-ci est étirée à vitesse d'allongement constante.

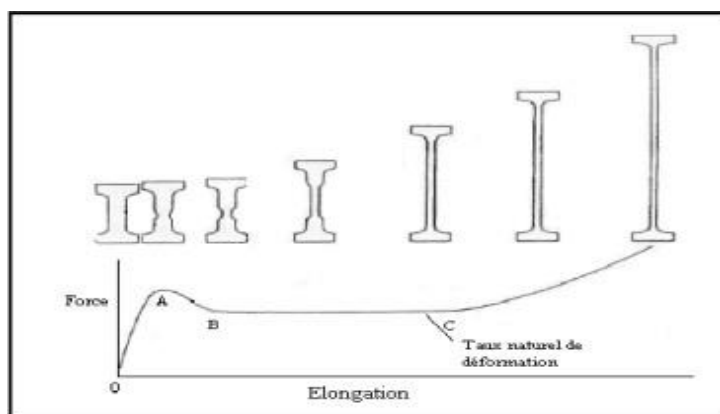


Figure IV.6 : Courbe contrainte déformation d'un polymère semi cristallin en traction uniaxiale.



A partir de cette courbe, on peut décrire les différents types de déformation :

- De 0 à A il s'agit de la déformation élastique réversible du matériau due à la phase amorphe. La courbe initialement linéaire, fait apparaître un certain non linéarité juste avant le point A, par suite des effets viscoélastiques.
- Au point A débute la striction qui correspond à une déformation hétérogène du matériau qui s'amorce sur un défaut au niveau de l'éprouvette (des défauts structuraux tels que de dislocation, des structures en bloc, frontières inter-cristallines, des structure globulaires ou fibrillaires ou des couches amorphes dans les polymères peuvent tous conduire à une distribution non uniforme de la contrainte) : le point A est appelé seuil de plasticité (la limite d'élasticité).
- De A à B la striction se forme jusqu'à stabilisation.
- De B à C la striction se propage le long de l'échantillon jusqu'au taux naturel de déformation.
- Au-delà de C, la déformation redevient homogène grâce à un durcissement structurel lié à l'orientation des chaînes macromoléculaires dans le sens de l'étirage et l'augmentation de la fraction fibrillaire du matériau.

Protocole expérimental

Une éprouvette de type 2 est installée dans l'appareil entre les deux mors (voir figure IV.7), puis après vérification de tous les paramètres, l'essai est exécuté.

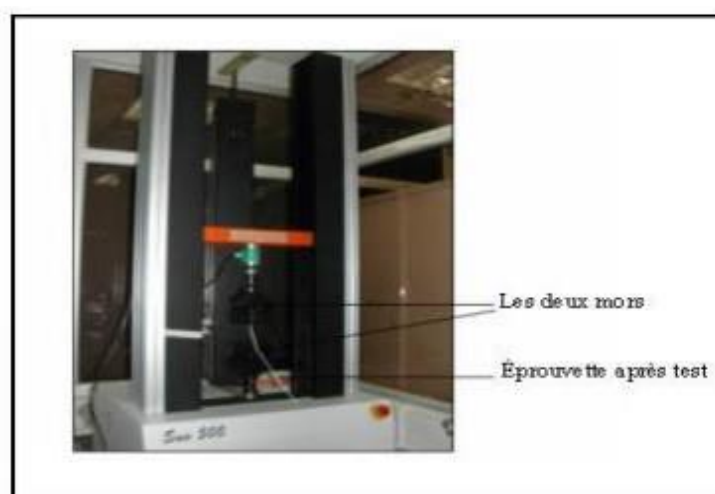
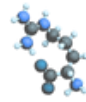


Figure IV.7 : Appareil pour l'essai de traction.



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

$$E = \tau / \epsilon \text{ (N/m}^2\text{)} \dots \text{(IV.2)}$$

E : Module d'élasticité (MPa) ;

τ : Contrainte (N/m²);

ϵ : Déformation (%).

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

$$\tau = F/S \text{ (N/m}^2\text{)} \dots \dots \dots \text{(IV.3)}$$

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

S : Section initiale (m²).

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

$$\Delta r = \Delta l / l_0 \text{ (%) } \dots \dots \dots \text{(IV.4)}$$

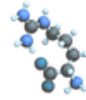
$\Delta l = l - l_0$: Allongement.

l_0 : Longueur initiale de l'éprouvette.

l : Longueur finale de l'éprouvette.

- **Dureté SHOR D**

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



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

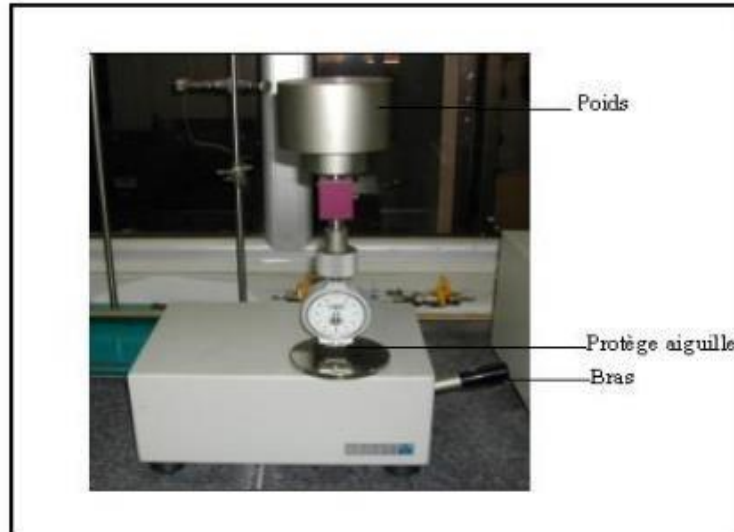


Figure IV.8 : Appareillage de mesure de la dureté SHOR D.

Protocole expérimental

Selon la norme ASTM D-2240 les échantillons en plaque de 6 mm d'épaisseur sont préparés à l'aide de la presse, puis placés sous l'aiguille. En agissant sur le bras du levier jusqu'à pénétration de l'aiguille on peut lire la valeur indiquée par celle-ci. Trois essais sont réalisés en différents points, puis la moyenne est calculée.

- **Comportement au choc**

Le choc résulte de l'application d'une sollicitation mécanique à grande vitesse (plusieurs mètres par seconde) et à énergie élevée, engendrant la rupture d'une éprouvette en une fraction de seconde. Il permet de juger, dans des conditions expérimentales données, de la fragilité d'un ensemble matériau-échantillon, la fragilité étant d'avantage synonyme de faible allongement que de faible énergie de rupture. Le résultat dépend du processus de relaxation moléculaire associé au temps de rupture et à la température, ainsi que de la géométrie (entailles) et de l'hétérogénéité (défauts) qui engendrent des concentrations de contraintes. Tous les équipements actuels de



laboratoire et les méthodes normalisées associées découlent directement de l'étude des métaux; ils correspondent à l'application d'une énergie par percussion (pendule ou chute d'une masse) et à la mesure, dans le meilleur des cas, de son affaiblissement après rupture. Il y a deux types d'essais suivant l'appareillage et le mode de sollicitation :

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

a. Méthodes pendulaires

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

b. Méthode Charpy

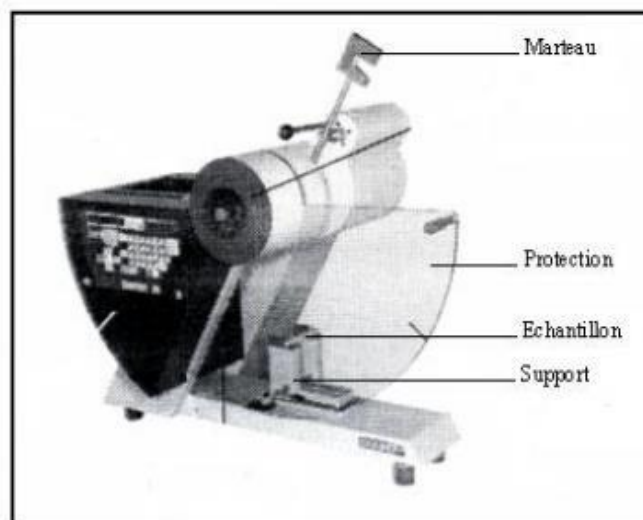


Figure IV.9 : Appareillage pour le calcul de la résilience Charpy.

c. Méthode par flexion d'éprouvettes encastrées à une extrémité

Méthode Izod

La méthode la plus courante est connue sous la référence Izod (ISO 180). Elle est très utilisée



aux Etats-Unis (ASTM D-256), mais limitée en France à la caractérisation des polystyréniques (T51-911 identique à la norme ISO 180 et voisine de la norme ASTM D-256). La géométrie des éprouvettes et de l'entaille (en V) est analogue à celle des éprouvettes Charpy, avec cependant une longueur plus courte. Une méthode Dynstat similaire, mais avec des éprouvettes plus petites, est utilisée en France pour la caractérisation des matières thermo durcies chargées, à usages électriques (T51- 017).

Calcul :

$$a_N = A_N / b(h-1) \dots (IV.5)$$

Où :

a_N : L'énergie cinétique absorbée par l'éprouvette sans entaille au moment de l'impact, en Joule.

b : La largeur de l'éprouvette mesurée au centre de celle-ci en (cm).

h : L'épaisseur de l'éprouvette en (cm)

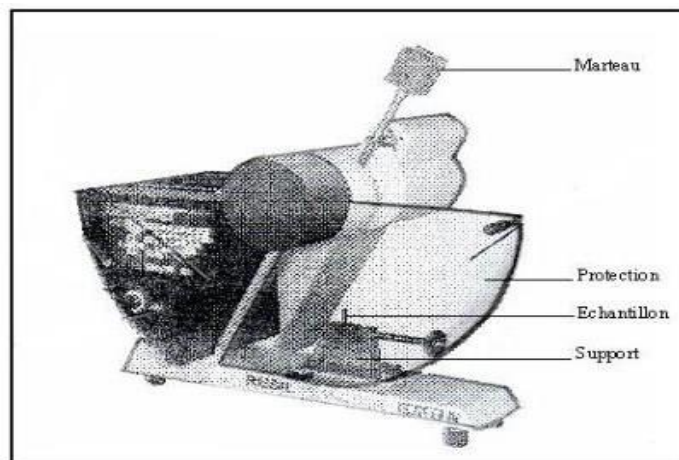


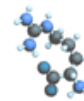
Figure IV.10 : Appareillage pour le calcul de la résilience Izod

IV.5.4 Caractérisation morphologique

- **Microscopie**

Afin d'observer la répartition des différents renforts au sein de la matrice thermoplastique, des échantillons ont été photographiés au microscope optique.

Des plaques d'environ 50mm x 50mm x 1mm ont été préparées à l'aide d'une presse de thermocompression. Elles sont ensuite été placées sous le microscope et observés puis pris des photos à trois points pour chaque échantillon avec un facteur de grossissement de 100X et une



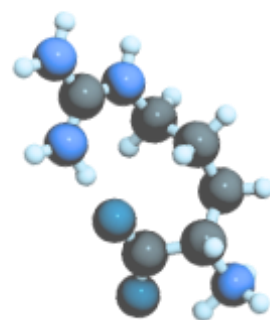
précision de 0.1. photos à trois points pour chaque échantillon avec un facteur de grossissement de 100X et une précision de 0.1.



Figure IV.1 : Microscope PHYWE

Chapitre V

Résultats et discussions





V. Résultats et discussion

V.1. Test Rhéologique

- **Indices de fluidité (Melt Flow Index: MFI)**

L'indice de fluidité est un outil simple et rapide pour comparer des lots d'un même matériau ou pour estimer les propriétés de fluidité de différents matériaux (typiquement lors de processus d'extrusion), lorsque la compréhension approfondie des propriétés d'un matériau n'est pas nécessaire. La caractérisation poussée du matériau sera réalisée grâce à un fluidimètre. L'indice de fluidité est inversement proportionnel à la viscosité(cisaillement), mais cette valeur n'est pas utile pour déterminer cette dernière (il donne juste une estimation approximative). Les résultats du test MFI pour les différents mélanges sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau V.1. MFI des mélanges PEHD/Argile en fonction du diamètre des grains d'argile

Echantillons	Indices de fluidité	la masse (g)
PEHD pur	0.60	3.5
PEHD+ARGILE'125	0.29	3.5
PEHD+ARGILE'90	0.23	3.5
PEHD+ARGILE'69	0.34	3.5

En portant le MFI en fonction du diamètre des grains d'argile nous obtenons le graphe suivant :

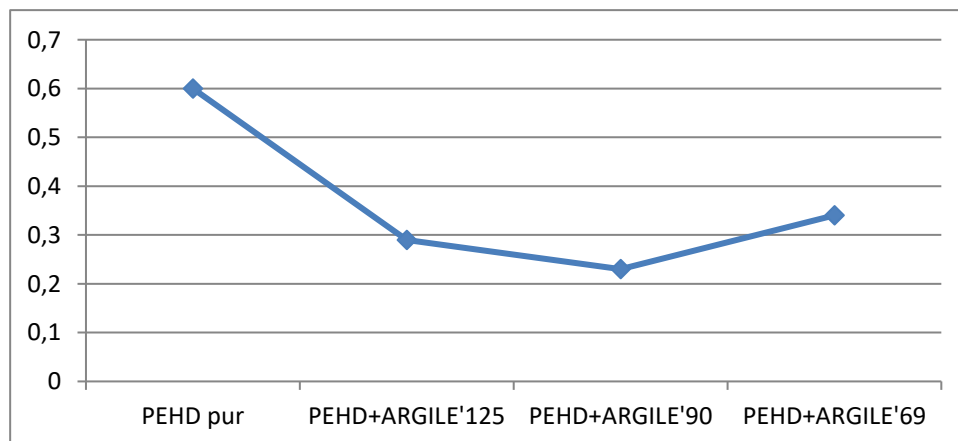


Figure V.1 : Évolution de MFI en fonction du diamètre des grains d'argile



D'après la figure IV.1 on observe que MFI de tout l'échantillon sont inférieure à celle de PEHD vierge quel que soit le diamètre des grains d'argile. Ceci est dû, au fait que les particules rigides de l'argile, l'argile ne coule pas donc elle ne fond pas, elle joue le rôle d'un obstacle contre l'écoulement du polymère,

Par contre pour les composites on observe que l'indice de fluidité de 69 est supérieur à celle de 125 et 90 ceci est dû à la bonne dispersion des particules de l'argile ce qui rend les chaînes plus libres.

D'autre part, l'indice de fluidité de 125 est supérieur à celui de 90 et inférieur à celui de 69 ceci est dû à la mauvaise dispersion d'argile de taille 125 (formation des agrégats).

V.2. Test physique

- **Densité**

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

Tableau V.2. Résultats de la densité à 23°C des mélanges PEHD/Argile en fonction du diamètre des grains d'argile

échantillons	densité
PEHD	0.9555
PEHD+ARGILE'125	0.9778
PEHD+ARGILE'90	0.9748
PEHD+ARGILE'69	0.9752

En portant la densité à 23°C en fonction du diamètre des grains d'argile nous obtenons le graphe suivant :

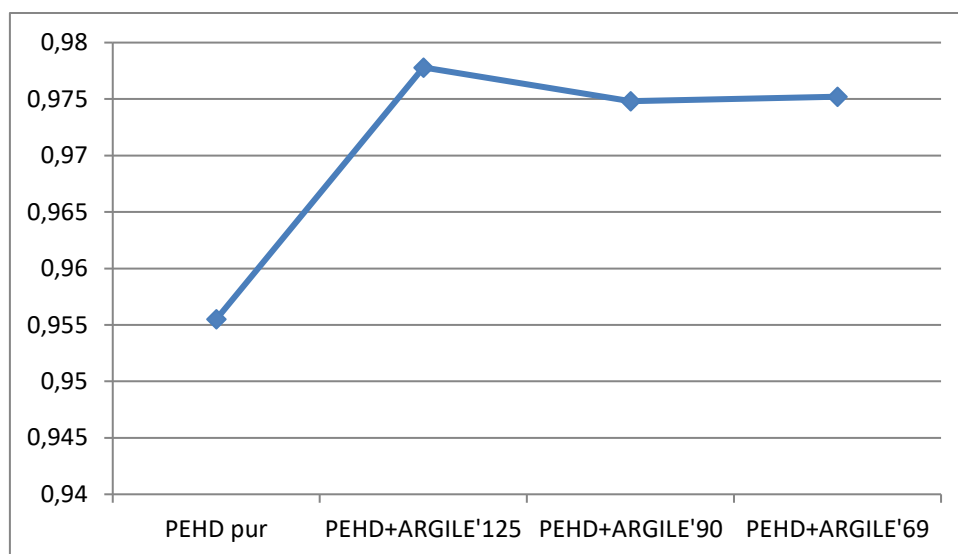


Figure V.2 : Evolution de la densité à 23°C pour des PEHD/Argile en fonction du diamètre des grains d'argile

Globalement, l'ajout d'une phase inorganique au polymère conduit à une augmentation de la densité. Une croissance de la densité est observée pour tous les matériaux. Cette importante augmentation d'une part s'explique vraisemblablement par la diminution du volume libre, ce dernier est occupé par des particules plus denses que les chaînes de polyéthylène. Et d'autres part par due à une augmentation de la phase de polymère liée au les particules rigide.

Par contre on remarque que la densité réduit avec la diminution de la taille d'argile, ceci est due au la dispersion de l'argile au sein de notre polymère, et donc réduit la phase minérale entre les chaînes (la phase la plus dense).

V.3. Tests mécaniques

V.3.1. Dureté Shore D

Les résultats de la dureté Shore D pour les différents mélanges sont les suivant :

Tableau V.3. Résultats de la dureté SHORE D des mélanges PEHD/Argile en fonction du diamètre des grains d'argile.

Echantillons	durté shore
PEHD pur	61.00



PEHD+ARGILE'125	67.33
PEHD+ARGILE'90	66.33
PEHD+ARGILE'69	68.13

La variation de la dureté SHORE D en fonction du diamètre des grains d'argile est présentée dans la figure suivant :

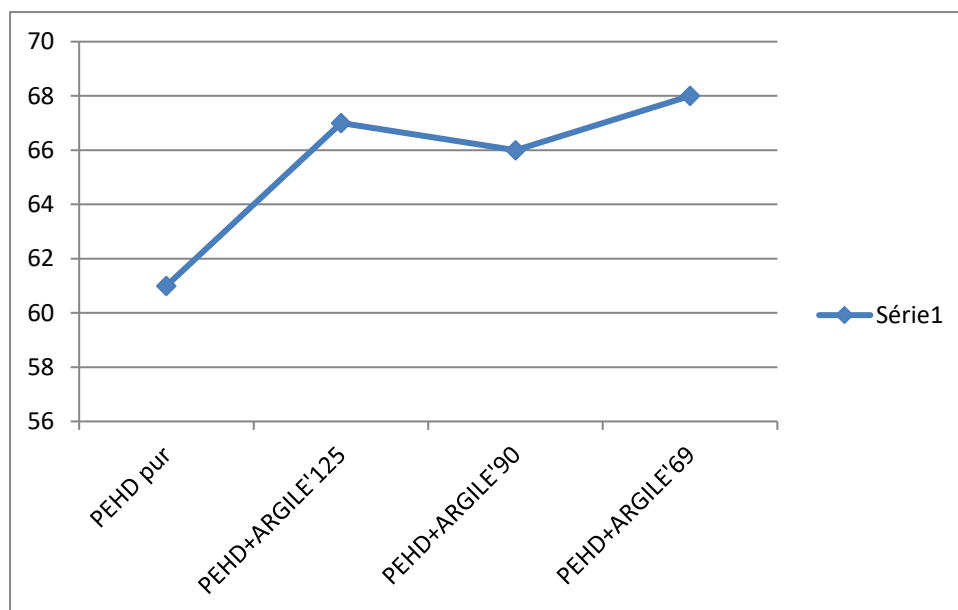


Figure V.3 : Evolution de la dureté SHORE D des mélanges PEHD/Argile en fonction du diamètre des grains d'argile

On observe que la dureté augmente avec l'addition de l'argile, cette augmentation est liée à la rigidité de la phase minérale ajoutée à la matrice organique pour le composite on remarque que les valeurs sont identiques dans la taille des particules n'affaite pas la dureté.

V.3.2. Résistance au choc Izod

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

Tableau V.4. Résultats de la résilience Izod des mélanges PEHD/Argile en fonction du diamètre des grains d'argile

Echantillons	CHOC
PEHD pur	0.292



PEHD+ARGILE'125	0.251
PEHD+ARGILE'90	0.280
PEHD+ARGILE'69	0.172

La variation de la résistance au choc IZOD (résilience) des mélanges PEHD/Argile en fonction du diamètre des grains d'argile est présentée dans la figure suivante :

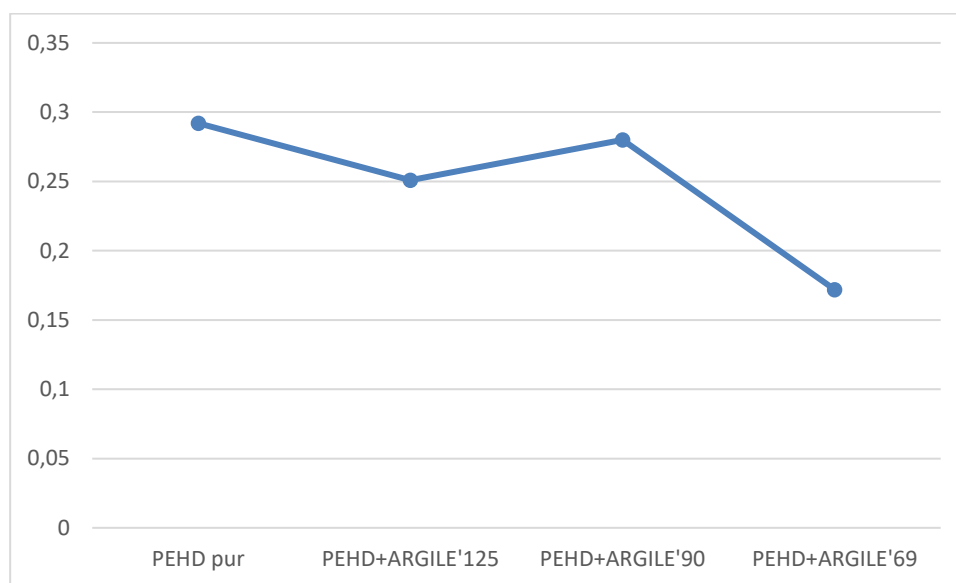


Figure V.4 : Evolution de la résilience Izod des mélanges PEHD/Argile en fonction du diamètre des grains d'argile

D'après la figure IV.5. On remarque que l'addition de l'argile réduit la résilience, ceci est dû à la rigidité élevée de notre charge minérale qui rend notre matériau plus rigide et cassant.

Par contre, on observe que la résilience diminue puis augmente avec le changement de taille d'argile de plus grande à plus petite en termes de taille des particules, cette augmentation au 3^{ème} type d'argile (69nm) est due à la dispersion de l'argile, cette dernière favorise la liberté des chaînes et par conséquent augmente le volume libre entre les chaînes, ce qui rend notre composite souple (non cassant) contrairement à l'argile de 90nm et 125nm.

V.3.3. Traction

Les résultats d'exécution de la traction pour les différents mélanges sont résumés dans le tableau suivant :



Tableau V.5. Les caractéristiques mécaniques des mélanges PEHD/argile a différents types d'argile

	Contrainte (MPa)	Déformation (%)	Module (MPa)
PEHD pur	25.38	18.01	331
PEHD+ARGILE'125	16.35	8.19	374
PEHD+ARGILE'90	12.82	6.93	363
PEHD+ARGILE'69	18.33	7.39	366

- **Test de traction**

a) Evolution de l'allongement à la rupture

La variation de l'allongement à la rupture des composites PEHD, PEHD/argile est illustrée sur la Figure

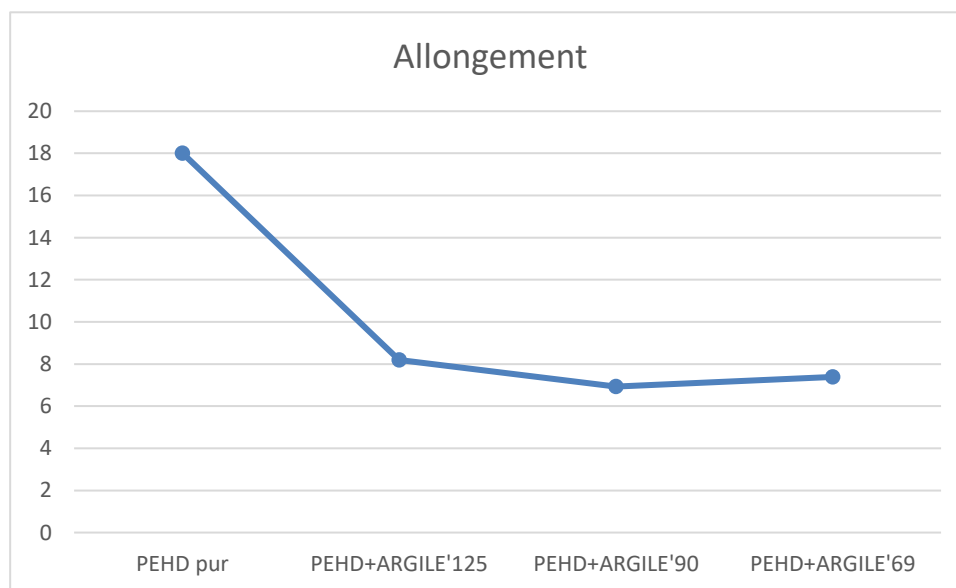


Figure V.5 : Evolution de l'allongement à la rupture des composites en fonction du diamètre des grains d'argile.

D'après la Figure, qui donne les variations de l'allongement à la rupture fonction du taux de charge, On observe une diminution de l'allongement à la rupture pour les composites



PEHD/argile en comparant à ceux de PEHD vierge, il est principalement dû à l'ajout de la charge indéformable et rigide dans la matrice PEHD, ce qui diminue la mobilité des chaînes polymériques et accélère la rupture des éprouvettes à de faibles contraintes.

b) Evolution de la contrainte à la rupture :

L'évolution de la contrainte à la rupture des composites PEHD/argile est illustrée sur la figure V.6

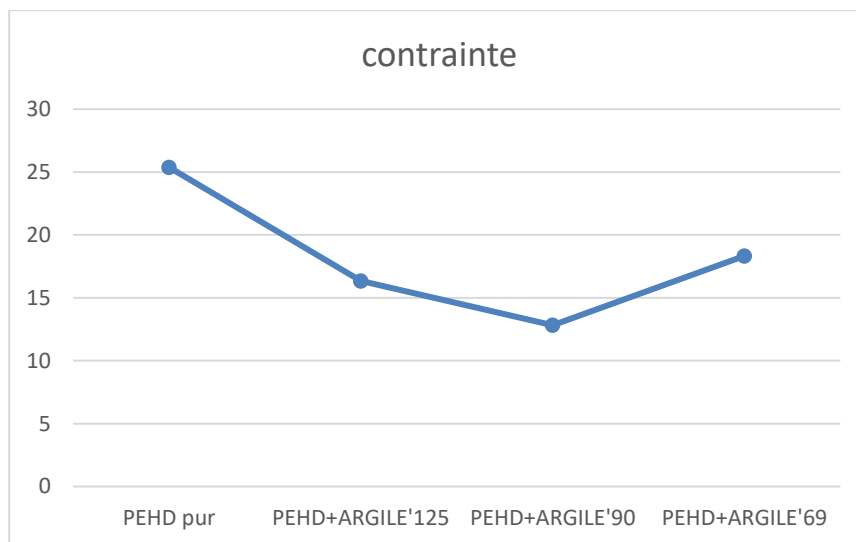


Figure V.6 : Evolution de la contrainte à la rupture des composites en fonction du diamètre des grains d'argile.

D'après la Figure, qui donne les variations de la contrainte à la rupture en fonction du diamètre des grains d'argile, On observe une diminution de la contrainte à la rupture pour les composites PEHD/argile par rapport à celui de PEHD vierge conduisant à une rigidité accrue de notre matériau. Une contrainte de rupture plus faible signifie une résistance mécanique inférieure du composite. Ceci est en réalité dû à une mauvaise dispersion des particules de charge dans la matrice PEHD.

c) Evolution du module d'Young

L'évolution du module d'Young des composites PEHD/argile est illustrée sur la Figure V.7

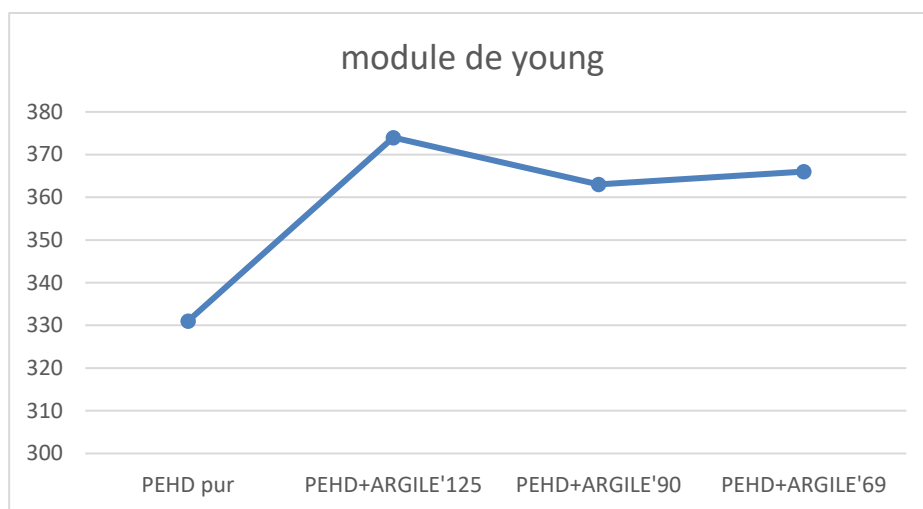


Figure V.7 : Evolution du module d'Young des différents composites en fonction du diamètre des grains d'argile.

D'après la Figure, qui donne les variations de module d'Young en fonction du type d'argile, on observe que l'addition de la charge minéral rigide augment le module d'Young de notre matériau ; les composites deviennent plus rigides que PEHD et moins résistants à la déformation.

V.4. Propriété microscopique

- **Microscope**

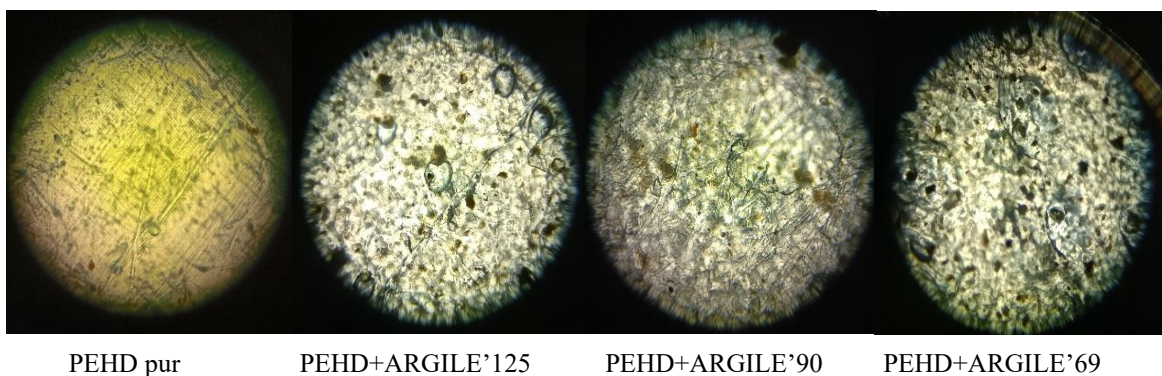
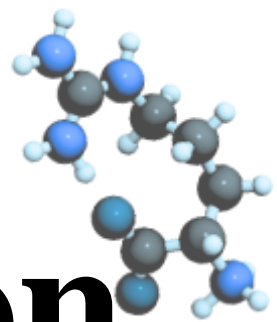


Figure V.8 : dispersion du déférent type d'argile dans le PEHD

On observe la différence entre les images après avoir ajouté la charge au PEHD, On observe la dispersion de l'argile dans le PEHD.

on remarque une dispersion cohérente dans le mélange '' PEHD+ARGILE'69 '' par rapport les autre mélange (PEHD+ARGILE'125 ; PEHD+ARGILE'90) cette dispersion est due au la taille fin de l'argile.

Conclusion générale





Conclusion générale

En conclusion, cette étude a permis de développer et d'analyser un nouveau matériau composite à base de polyéthylène renforcé par de l'argile de Skikda. L'objectif principal était d'améliorer les propriétés mécaniques et rhéologique du polyéthylène en utilisant un renfort naturel local, l'argile de Skikda, largement disponible et peu coûteux.

Les résultats obtenus ont montré que l'incorporation d'argile de local a significativement amélioré la résistance mécanique du polyéthylène. Cette amélioration des propriétés est attribuée à la rigidité de l'argile, renforçant ainsi la structure composite.

De plus, l'étude a mis en évidence l'importance de la méthode d'élaboration et les tailles de particules. Des caractérisations approfondies, telles que la densité et l'indice de fluidité, ont confirmé la structure et la dispersion l'argile utilisé.

Ces résultats ouvrent la voie à de nombreuses applications potentielles dans divers secteurs industriels, notamment dans l'automobile, l'emballage et la construction, où des matériaux légers, résistants et économiques sont recherchés.

Cependant, il convient de souligner certaines limitations de cette étude, telles que la nécessité de poursuivre les investigations sur les propriétés de durabilité à long terme du matériau composite et sur l'optimisation des conditions de traitement pour une meilleure dispersion de l'argile.