

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE 20 AOÛT 1955-SKIKDA

FACULTE DE TECHNOLOGIE

DÉPARTEMENT DE GÉNIE DES PROCÉDÉS



# Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

## **MASTER**

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie des Polymères

### **Matériaux composites à base de PEHD / FNC**

Soutenu le 03/07/2023

Réalisé par :

M<sup>lle</sup>. BOUAITA Khawla

M<sup>lle</sup>. CHEBREK Maya

M<sup>lle</sup>. SELINI Rayane

Encadré par :

Dr. DAIRI Badrina

Dr. BELLILI Nadira

Année Universitaire 2022- 2023

## **Remerciements**

*Nous tenons tout à exprimer non remerciement et notre profonde gratitude au Bon **Dieu (ALLAH)**, le Tout Puissant de nous avoir donné le courage, la force, La santé et la volonté afin que nous puissions accomplir ce travail et réaliser notre but.*

*Notre profonde gratitude va à notre encadrante **Dr. DAIRI Badrina** d'avoir accepté de diriger ce travail et pour le soutien et l'aide qu'elle n'a jamais manqué de nous apporter, pour ses précieuses conseils, ses critiques constructives et ses orientations durant l'élaboration de ce modeste travail.*

*Nos sincères remerciements s'adressent également à l'ensemble des membres de Jury,*

*A nos familles et nos amis qui par leurs prières et leurs encouragements, on a pu surmonter tous les obstacles.*

*Nous tenons à remercier toute personne ayant participé de près ou de loin à l'exécution de ce modeste travail.*

*Merci à tous*

## *Dédicaces*

*On dédie ce modeste travail à*

*Nos très chers parents pour tous les sacrifices consentis, leurs encouragements incessants, et pour leur soutien durant toutes nos années d'études.*

*Nos chères frères et sœurs qui n'ont cessé d'être pour moi des exemples de persévérance et courage pour leurs encouragements permanents et leur soutien moral et pour leurs amours.*

*Nos chères amis qui ont été une source de soutien, inébranlable tout au long de ce parcours académique exigeant.*

*Et à toute personne qui nous a aidé de près ou de loin.*

*Rayane, Maya, Khawla*

## LISTE DES ABREVIATIONS

**UV** : Ultra violet

**CMO** : Composites à matrices organique.

**CMM** : Composites à matrices métallique.

**CMC** : Composites à matrices céramiques.

**PE** : Le polyéthylène.

**PE-BD** : Polyéthylène basse densité.

**LDPE** : Low-density polyethylene.

**PE-BDL** : Polyéthylène à basse densité linéaire.

**LLDPE** : Linearlow-density polyéthylène.

**PE-HD** : Polyéthylène haute densité.

**HDPE** : High density polyethylene.

**PE-UHPM** : Polyéthylène à masse molaire élevée.

**UHMWPE** : Ultra-high molecular-weight polyéthylène.

**PE-R** : Polyéthylène réticulé.

**PEX** : Cross-linked polyéthylène.

**PE-RHD** : Polyéthylène réticulé à haute densité.

**HDXLPE** : High density cross-linked polyéthylène.

**PE-MD** : Polyéthylène à moyenne densité.

**MDPE** : Medium density polyéthylène.

**PE-TBD** : Polyéthylène à très basse densité.

**VLDPE** : Very low density polyéthylène.

**SSC** : Single-site catalysts.

**MAO** : Methylalumoxane.

## Liste des abréviations

---

**PEBDR** : Polyéthylène basse densité radicalaire.

**IF** : L'indice de fluidité à chaud.

**PP** : Polypropylène.

**PVC** : Chlorure de polyvinyle.

**FB** : Fibre de bois.

**PS** : Polystyrène.

**PMPPIC** : Poly [méthylène (polyphenyl isocyanate)].

**PLA** : Polyacide lactique.

**FGO** : farine de grignon d'olive.

**FNC** : fibre de noix de coco.

**FNC 5** : Composite à base de PEHD/FNC à 5%

**FNC 10** : Composite à base de PEHD/FNC à 10%

**FNC 15** : Composite à base de PEHD/FNC à 15%

**MFI** : Le Melt Flow Index.

**HLMI** : High LoadMeld Index.

# LISTE DES FIGURES

## CHAPITRE I

### MATERIAUX COMPOSITES

<b>Figure I.1:</b> Schéma illustratif d'un matériau composite. ....	5
<b>Figure I.2:</b> Classification schématique des différents types de composites. ....	6
<b>Figure I.3:</b> Schéma représentatif de la chaîne macromoléculaire du polyéthylène. .	10
<b>Figure I.4:</b> Polymérisation du polyéthylène .....	11
<b>Figure I.5:</b> Synthèse du PEHD par le processus de Ziegler Natta. ....	13
<b>Figure I.6:</b> Synthèse du PEHD par le processus de Phillips.....	14
<b>Figure I.7:</b> Structure d'un catalyseur de type métallocène .....	14
<b>Figure I.8:</b> Mécanisme de polymérisation par voie métallocène.....	15
<b>Figure I.9:</b> Destination de production de polyéthylène à haute densité PEHD .....	18
<b>Figure I.10:</b> Types de renforts .....	20
<b>Figure I.11:</b> Quelques plantes, origine des fibres utilisées comme renfort dans les matrices polymères.....	21
<b>Figure I.12:</b> Structure chimique de la cellulose .....	22
<b>Figure I.13:</b> Liaisons hydrogène intra et intermoléculaires au sein de la cellulose. .	23
<b>Figure I.14:</b> Cocotier, noix de coco et fibres de coco. ....	26
<b>Figure I.15:</b> Fibres de coco blanches et fibres de coco brunes. ....	27

## CHAPITRE II

### MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

<b>Figure III.1:</b> Photo représentatif du PEHD poudre.....	55
<b>Figure III.2:</b> Les fibres de noix de coco.....	56
<b>Figure III.3:</b> Appareil de malaxage (Malaxeur à deux cylindres). ....	57
<b>Figure III.4:</b> La presse hydraulique. ....	57
<b>Figure III.5:</b> Appareil de mesure de l'indice de fluidité. ....	59
<b>Figure III.6:</b> Pycnomètre.....	60
<b>Figure III.7:</b> Appareillage de mesure de la dureté Shore D. ....	61
<b>Figure III.8:</b> Eprouvette avant le test. ....	61
<b>Figure III.9:</b> Eprouvette après le test. ....	62
<b>Figure III.10:</b> Appareillage de mesure de la résilience Izod. ....	63
<b>Figure III.11:</b> Microscope optique.....	63

## CHAPITRE IV

### RESULTATS ET DISCUSSION

<b>Figure IV.1:</b> La variation de l'indice de fluidité en fonction de taux de fibre de noix de coco. ....	65
<b>Figure IV.2:</b> Evolution de la densité des composites PEHD/FNC en fonction de taux de fibre. ....	66
<b>Figure IV.3:</b> Evolution du taux d'absorption d'eau de composites PEHD/FNC en fonction du temps d'immersion.....	67
<b>Figure IV.4:</b> Variation de la dureté des composites PEHD/FNC en fonction de taux de fibre. ....	69

## Liste des figures

---

- Figure IV.5:** Evolution de la résilience IZOD des composites PEHD/FNC en fonction de taux de fibre. .... 70
- Figure IV.6:** Micrographie en microscopie optique de la surface PEHD Vierge ..... 71
- Figure IV.7:** Micrographie en microscopie optique des surfaces des composites PEHD/ FNC à différents taux de fibres (5%,10% et 15% respectivement) ... 72

# LISTE DES TABLEAUX

## CHAPITRE I

### MATERIAUX COMPOSITES

<b>Tableau I.1:</b> Caractéristiques des résines thermodurcissables.....	8
<b>Tableau I.2:</b> Caractéristiques de quelques thermoplastiques. ....	9
<b>Tableau I.3:</b> Caractéristiques des résines thermodurcissables et des résines thermoplastiques. ....	10
<b>Tableau I.4:</b> Production de polyéthylène à haute densité (PEHD) en 2003, en quelques pays (en milliers de tonnes) .....	18
<b>Tableau I.5:</b> Propriétés physico-mécaniques de plusieurs fibres naturelles.....	24
<b>Tableau I.6:</b> Quelques avantages et inconvénients des fibres végétales.....	25
<b>Tableau I.7:</b> La composition chimique des fibres de noix de coco. ....	27
<b>Tableau I.8:</b> Les propriétés physiques et mécaniques des fibres de noix de coco....	28

## CHAPITRE III

### MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

<b>Tableau II.1:</b> Principales caractéristiques du PEHD (5502).....	55
<b>Tableau III.2:</b> Les compositions massiques des différentes formulations PEHD/FNC. .....	58

# Sommaire

---

**SOMMAIRE**

Introduction générale .....	01
Références bibliographiques .....	03

**CHAPITRE I  
MATERIAUX COMPOSITES**

I.2 Présentation des matériaux composites .....	04
I.2.1 Définition .....	04
I.2.2 Classifications des matériaux composites.....	05
I.2.2.1 Classification selon la forme des constituants : .....	05
I.2.2.2 Classification en fonction des natures des matrices : .....	07
I.2.2.3 Classification en fonction des natures des renforts : .....	07
I.3 Composants des matériaux composites .....	08
I.3.1 Matrice .....	08
I.3.1.1 Matrices thermodurcissables .....	08
I.3.1.2 Matrices élastomères .....	09
I.3.1.3 Matrices thermoplastiques.....	09
I.4 Le polyéthylène.....	10
I.4.1 Définition de polyéthylène.....	10
I.4.2 Différent types de polyéthylènes .....	11
I.4.3 Caractéristiques générales des polyéthylènes .....	12
I.4.4 Synthèse du polyéthylène haute densité .....	13
I.4.4.1 Synthèse par le processus Ziegler-Natta.....	13
I.4.4.2 Synthèse par le Processus de Phillips .....	13
I.4.4.3 Polymérisation de type métallocène .....	14
I.4.5 Les propriétés du polyéthylène haut densité .....	15

I.4.5.1	Le taux de cristallinité.....	15
I.4.5.2	La masse moléculaire.....	15
I.4.5.3	La distribution de la masse moléculaire .....	16
I.4.5.4	Propriétés rhéologiques.....	16
I.4.5.5	Propriétés mécaniques .....	16
I.4.5.5.1	Comportement aux chocs .....	16
I.4.5.5.2	Comportement au fluage .....	16
I.4.5.5.3	Résistance à la fissuration.....	17
I.4.5.5.4	Résistance à l'abrasion .....	17
I.4.5.5.5	Ductibilité et flexibilité.....	17
I.4.5.6	Propriétés thermiques .....	17
I.4.5.7	Propriétés électriques.....	17
I.4.6	Production du polyéthylène à haute densité PEHD .....	18
I.4.7	Domaines d'application du PEHD .....	18
I.4.8	Avantages et inconvénients du PEHD.....	19
I.5	Le renfort .....	19
I.5.1	Renforts particules.....	20
I.5.2	Renforts fibreux.....	20
I.5.3	Fibres lignocellulosiques .....	22
I.5.3.1	Composition des fibres lignocellulosiques.....	22
•	La cellulose :.....	22
•	Les hémicelluloses : .....	23
•	La lignine : .....	23
I.5.3.2	Propriétés physico-chimique des fibres cellulosiques .....	24
I.5.4	Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales comme renforts des matériaux composites .....	25
I.5.5	Intérêt de l'utilisation des fibres naturelles .....	25

I.6 Etat de l'art sur la fibre de noix de coco .....	26
I.6.1 Définition de noix de coco .....	26
I.6.2 Les propriétés physiques et mécaniques des fibres de noix de coco .....	28
I.6.3 Les avantages des fibres de noix de coco .....	28
I.6.4 Les applications .....	28
I.6.4.1 Gilet pare-balle .....	29
I.6.4.2 Les casques .....	29
I.6.4.3 Pièces détachées pour voitures .....	29
Références bibliographiques .....	30

## **CHAPITRE II**

### **RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES**

Rappels bibliographiques.....	35
Références bibliographiques .....	49

## **CHAPITRE III**

### **MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES**

III.1 Matériaux utilisés .....	55
III.1.1 Polyéthylène haut densité (PEHD) : .....	55
III.1.2 La fibre de noix de coco (FNC) .....	56
III.2 Techniques expérimentales .....	56
III.2.1 Préparation des composites PEHD/Fibre de noix de coco .....	56
III.2.1.1 Le malaxage .....	56
III.2.1.2 Moulage par compression .....	57
III.2.2 Techniques de caractérisation des matériaux composites élaborés .....	58

III.2.2.1 Etude des propriétés rhéologiques.....	58
III.2.2.1.1 Mesure de l'indice de fluidité « Le Melt Flow Index » (MFI).....	58
III.2.2.2 Etude des propriétés physiques .....	59
III.2.2.2.1 Test d'absorption d'eau(TH).....	59
III.2.2.2.2 Détermination de la densité.....	60
III.2.2.3 Essai mécaniques.....	61
III.2.2.3.1. dureté shore D .....	61
III.2.2.3.2 Essai de choc (essai Izod) .....	61
III.2.2.4 Caractérisation morphologique par microscopie optique .....	63
Référence bibliographiques.....	64

## **CHAPITRE IV**

### **RESULTATS ET DISCUSSION**

IV.1.Caractérisation des composites PEHD/ Fibre de coco .....	65
IV.1.1 Caractérisation rhéologique .....	65
IV.1.1.1. Mesure de l'indice de fluidité (Melt Flow Index : MFI).....	65
IV. 1. 2 Caractérisations physiques .....	66
IV. 1. 2. 1 Densité.....	66
IV.1.2.2 Test d'absorption d'eau .....	67
IV.1.3 Caractérisation mécanique .....	69
IV.1.3.1 Dureté Shore D .....	69
IV.1.3.2 Résistance au choc (IZOD).....	70
IV.1.4 Caractérisation de l'état de dispersion des fibres de noix de coco dans la matrice Polyéthylène haute densité .....	71
IV.1.4.1 Analyse de la morphologie par microscopie optique .....	71
Références bibliographiques.....	73

CONCLUSION GENERALE .....76  
PERSPECTIVES .....77

# **Introduction générale**

### INTRODUCTION GENERALE

Les matériaux composites sont aujourd'hui largement utilisés pour remplacer les matériaux traditionnels (polymères, céramiques, métaux, alliages) dans tous les domaines. Une telle augmentation est due au fait que de nouveaux matériaux peuvent être développés avec des propriétés adaptées à des applications spécifiques [1].

L'importance des matériaux composites a été cruciale dans l'histoire. Un matériau composite est composé de deux éléments principaux : la matrice et le renfort. La combinaison appropriée de ces composants crée des matériaux avec de meilleures propriétés que lorsqu'ils sont utilisés séparément. Les matériaux composites présentent plusieurs avantages par rapport aux produits traditionnels principalement pour leurs qualités fonctionnelles comme la légèreté, la résistance mécanique et chimique, la diminution des coûts d'entretien et la versatilité dans l'obtention de formes complexes. Ces matériaux peuvent se présenter sous diverses formes et compositions ; ainsi, leurs applications couvrent de nombreux domaines : industrie aéronautique, aérospatiale, maritime, industrie automobile, secteur de la construction, etc [2].

L'utilisation de fibres naturelles pour le renforcement des plastiques est maintenant très répandue dans l'industrie. Ils peuvent être utilisés comme substituant à des matériaux qui coûtent cher et qui de plus ne sont pas écologique [3].

De ce fait, une attention considérable dans la communauté de chercheurs est portée sur l'utilisation des fibres naturelles comme renfort dans la conception des matériaux composites permettant d'associer un matériau résistant, léger, non abrasif, structuré et à faible coût. Cependant, malgré tous ces avantages les fibres naturelles soulèvent un désagrément majeur lorsqu'on les associe avec les matières plastiques en particulier les polyoléfines (telle que : polypropylène, polyéthylène, polystyrène...). En effet, la matière ligneuse possède une forte affinité avec l'eau (caractère hydrophile fort) ce qui crée une incompatibilité d'interface entre les matériaux lignocellulosiques et les thermoplastiques à caractère fortement hydrophobe. Cette incompatibilité interfaciale affecte la synergie entre les différents constituants du composite tout en sachant que l'interface est le lieu privilégié du transfert des contraintes entre le renfort et la matrice. A la base de cet inconvénient que beaucoup de travaux de recherche ont été menés pour tenter d'abaisser la tension superficielle entre les fibres végétales et les thermoplastiques [4].

L'incorporation de matériaux cellulosiques (les fibres de noix de coco) dans la matrice de polyéthylène haute densité affecte un grand nombre de propriétés. Cependant, il s'est avéré que la qualité de l'adhésion seule, ne prédomine pas les propriétés des composites mais d'autres facteurs rentrent également en jeu. Ces derniers sont aussi bien affectés par la fraction, la nature ou la taille de la charge incorporée [4].

L'objectif de cette étude est l'élaboration et la caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de polyéthylène haute densité PEHD utilisé comme matrice polymérique renforcé par les fibres de noix de coco.

A ce titre, les étapes principales de ce travail et par ordre chronologique consistent à :

- Préparation des fibres de noix de coco.
- L'élaboration des composites à base de fibre de noix de coco.
- La caractérisation des composites.
  - 1) Caractérisation rhéologique (Indice de fluidité MFI)
  - 2) Caractérisation physique (Densité, Absorption d'eau)
  - 3) Caractérisation mécanique (Dureté Shore D, Essai de choc IZOD)
  - 4) Caractérisation morphologique (Microscopie optique)

*Le premier chapitre* est une étude consacrée à un état de l'art dans le domaine des composites, des généralités sur les matériaux composites à fibres végétales.

*Le deuxième chapitre* décrira des rappels bibliographiques sur les matériaux composites à fibres lignocellulosiques et les recherches faites sur leurs propriétés.

*Le troisième chapitre* constitue la partie expérimentale qui présente les matériaux utilisés, la préparation des formulations PEHD/FNC et les différentes techniques de caractérisation.

*Le dernier chapitre* est consacré à la discussion de l'ensemble des résultats obtenus à partir des différents tests effectués.

Enfin, une conclusion générale permet de résumer les résultats des travaux présentés et d'ouvrir de nouvelles perspectives de développement.

*Les références bibliographiques*

- [01] *IBRAHIM Mohamed Haisam*, élaboration de matériaux composites modèles unifilamentaires à fibres longues SiC et matrice silice sol-gel et caractérisation micromécanique de l'interface, Thèse de doctorat, INSA de Lyon, (1997).
- [02] *Young Kuk CHOI*, réalisation et caractérisation de composites hybrides verre/epoxy/Ni-Ti adaptatifs, Thèse de doctorat, Lyon, (2002).
- [03] *FRANCK MICHAUD*, rhéologie de panneaux composites Bois/thermoplastiques Sous chargement thermomécanique : Aptitude au postformage, Thèse de doctorat, université laval Québec, Canada et université Bordeaux, France, (2003).
- [04] *Maya Jacob John, Rajesh D. Anandjiwala*, Recent Developments in Chemical Modification and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Composites, Polymer Composites, (in press).

# **Chapitre I**

# **Matériaux**

# **composites**

**CHAPITRE I****GENERALITES SUR LES MATERIAUX COMPOSITES**

*Ce premier chapitre est consacré à une présentation générale de l'évolution des matières plastiques et aux généralités sur les matériaux composites à fibres végétales.*

**I.1 Introduction**

L'étude et la conception des matériaux composites suscitent depuis près d'un siècle un grand intérêt dans les domaines multiples et variés de la chimie moderne. Structures hétérogènes isotropes, ou anisotropes, ils présentent des performances souvent bien supérieures à celles des matériaux homogènes (propriétés chimiques, mécaniques, optiques, thermiques ou diélectriques) qui leur offrent des perspectives d'utilisation fort prometteuses [1].

**I.2 Présentation des matériaux composites****I.2.1 Définition**

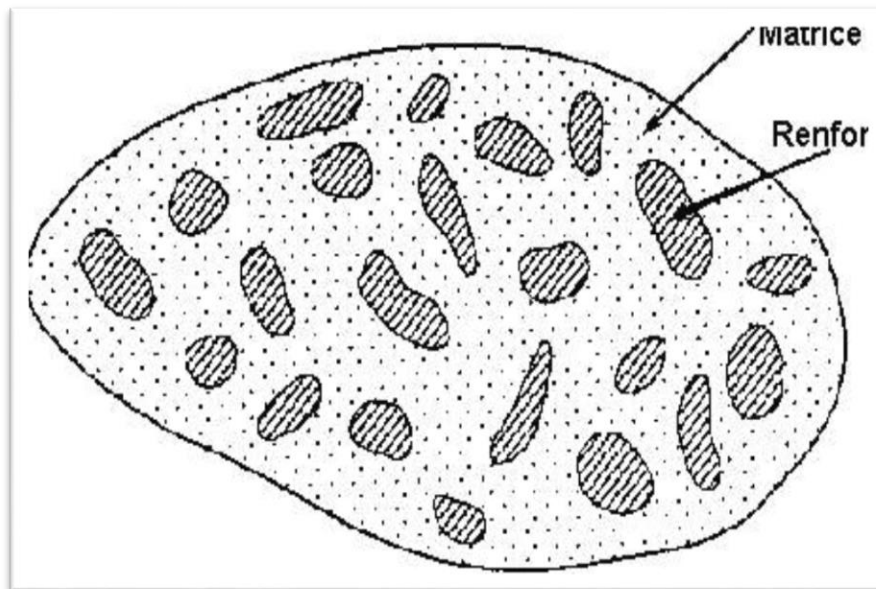
Le terme « matériau composite » désigne un matériau solide et hétérogène, formé de plusieurs composants distincts, dont l'association confère à l'ensemble des propriétés qu'aucun des composants considéré ne possède séparément [2]. La réalisation d'un matériau composite nécessite donc l'association d'au moins deux composants : Le composé principal est appelé matrice. Le second, étant le renfort, qui doit être compatibles entre eux et se solidariser. Pour cela, un agent de liaison, appelé interface, est nécessaire [3].

Des charges et des additifs peuvent être ajoutés au composite sous forme d'éléments fragmentaires, de poudres ou liquide, afin de modifier une propriété de la matière à laquelle on l'ajoute (par exemple la tenue aux chocs, la résistance aux UV, la résistance au feu...) [4].

Les matériaux composites ont été utilisés depuis des décennies. Leurs avantages par rapport aux matériaux classiques résident dans leurs performances et leur légèreté. Ces atouts ont attiré de nombreuses industries comme l'aérospatial, l'automobile, les

infrastructures, le sport...etc. notamment grâce à leur bonne tenue mécanique comparable aux matériaux homogènes comme l'acier et à leur faible masse volumique [5].

Le développement des matériaux composites s'est fait de façon évolutive mais aussi révolutionnaire.



**Figure I.1:** Schéma illustratif d'un matériau composite.

## **I.2.2 Classifications des matériaux composites**

Les composites sont classés selon la forme ou la nature des composants, on les classe aussi selon leurs performances et leurs coûts.

### **I.2.2.1 Classification selon la forme des constituants :**

En fonction de la forme des constituants, les composites sont classés en deux grandes classes :

- **Composites à fibres :**

Les renforts sont sous formes de fibres continues ou discontinues (coupées, courtes, etc.....).L'arrangement des fibres, leurs orientations permettent de moduler à la carte les propriétés mécaniques des matériaux composites, pour obtenir des matériaux allant de matériaux fortement anisotropes à des matériaux isotropes dans un plan.

Le concepteur possède donc un type de matériaux dont il peut modifier et moduler à volonté les comportements mécanique et physique en agissant sur : la nature, la proportion des constituants et l'orientation des fibres.

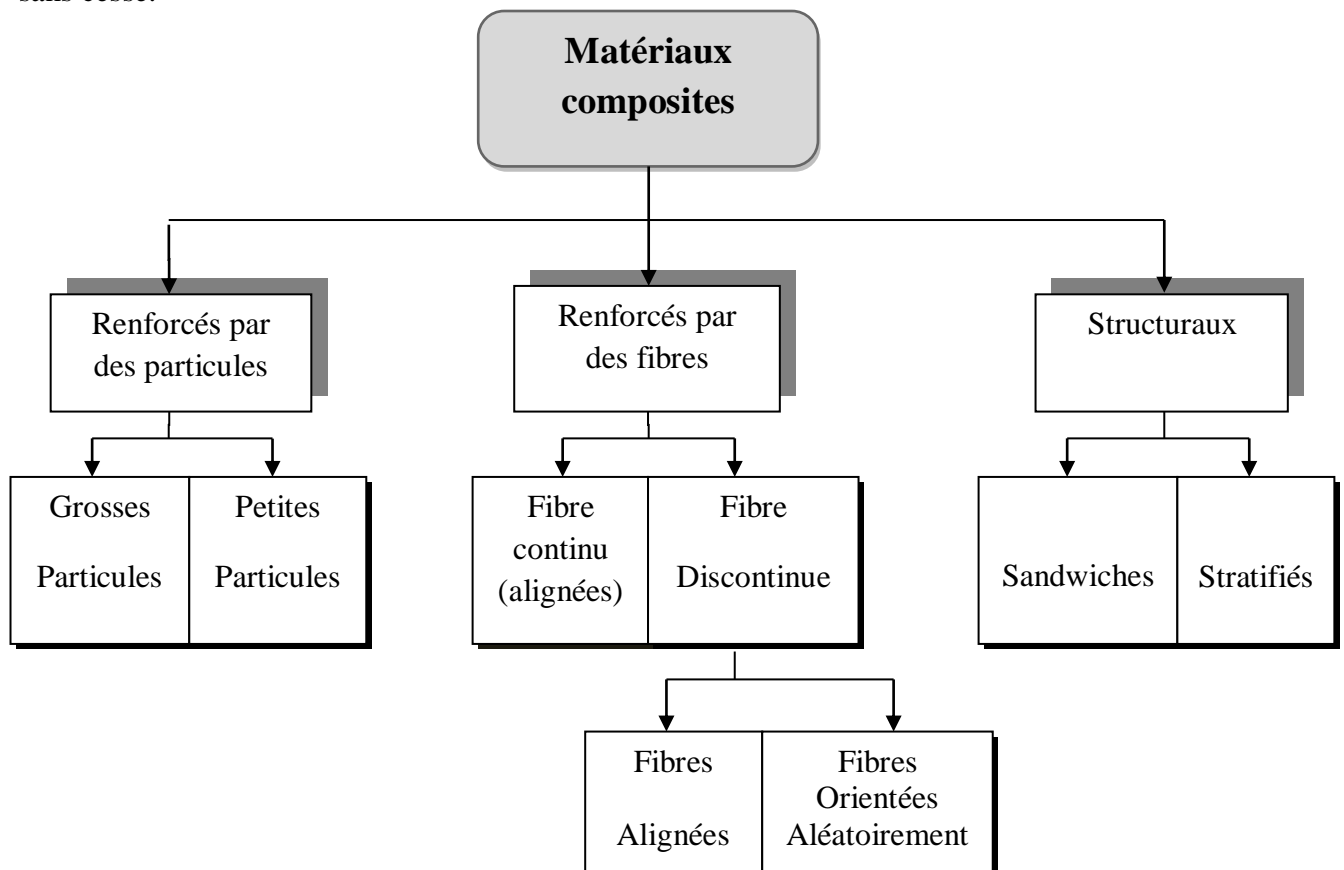
- **Composite à particules :**

Les renforts se trouvent sous formes de particules. Les particules au contraire des fibres ne possèdent pas de dimensions précise ou privilégiée.

Ils sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait, etc.

Assez souvent les particules sont utilisées comme charges pour réduire le coût du matériau sans en diminuer les caractéristiques. Par exemple l'addition des particules d'élastomères dans des matrices polymères fragiles améliore les propriétés à la rupture et au choc par diminution de la sensibilité à la fissuration.

Les composites à particules recouvrent un domaine étendu dont le développement s'accroît sans cesse.



**Figure I.2:** Classification schématique des différents types de composites.

### I.2.2.2 Classification en fonction des natures des matrices :

En fonction de la nature de la matrice, les matériaux composites sont classés en :

- **Composites à matrices organique (CMO) :**

Utilisé pour des  $T^{\circ} < 300^{\circ}\text{C}$ , ils constituent de loin les volumes les plus importants en industries. Possédant des coûts de revient généralement assez bas pour permettre une production de masse.

- **Composites à matrices métallique (CMM) :**

Utilisé pour des  $T^{\circ} < 600^{\circ}\text{C}$ , la matrice de ces matériaux est un métal léger tel que l'aluminium, le magnésium ou le titane.

- **Composites à matrices céramiques (CMC) :**

Utilisé pour des  $T^{\circ} < 1000^{\circ}\text{C}$ , réservé aux applications de pointes et travaillant à haute températures (spatial, nucléaire et militaire, etc.).

Beaucoup plus coûteux, il s'agit d'une matrice de céramique renforcée de fibres courtes ou de filaments.

### **I.2.2.3 Classification en fonction des natures des renforts :**

A ces types de matrices sont associés divers renforts, seuls certains couples d'association ont un usage industriel et d'autres font toujours l'objet de recherche dans les laboratoires.

Parmi ces composites nous citerons :

1- Composites à matrices organique (résines et charges) avec :

- Des fibres minérales : verre, Carbone, etc.
- Des fibres organique : Kevlar, polyamides, etc.
- Des fibres métalliques : bore, aluminium, etc.

2- Composites à matrices métallique :

- Des fibres minérales : Carbone, carbure de silicium(Sic).
- Des fibres métalliques : bore.
- Des fibres métallo-minérales : fibres de bore revêtues de Sic

3- Composites à matrices céramique :

- Des fibres métalliques : bore.
- Des particules métalliques : cermets.
- Des particules minérales : carbures, nitrures, etc.

### I.3 Composants des matériaux composites

#### I.3.1 Matrice

La matrice permet de lier les fibres du renfort entre elles, ainsi que de répartir les efforts (résistance à la compression ou à la flexion). Elle est facilement déformable et assure la protection chimique des fibres. Dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère [6].

On peut décomposer les matières plastiques en deux grandes classes : les thermoplastiques et les thermodurcissables. Cette distinction se base sur leurs structures moléculaires et leur comportement sous l'effet d'une forte température [7].

##### I.3.1.1 Les matrices thermodurcissables

Les polymères thermodurcissables sont constitués d'un réseau tridimensionnel de macromolécules. Ils sont obtenus à partir de monomères polyfonctionnels par polycondensation ou polyaddition. Les monomères réagissent entre eux ou avec de petites molécules servant de liant [8].

Les thermodurcissables durcissent de façon définitive lors de leur synthèse. La transformation est donc irréversible. Ce sont les matrices les plus utilisées dans la production de matériaux composites. On trouve les résines polyester qui, associées à des fibres de verre ont une bonne tenue à la température et aux agents chimiques, les résines époxy qui possèdent d'excellentes propriétés mécaniques, thermiques et chimiques, et les résines phénoliques qui résistent bien au feu [9]. Le **tableau I.1** montre les principales caractéristiques des résines thermodurcissable

**Tableau I.1:** Caractéristiques des résines thermodurcissables [10].

Résine	$\rho$	$\sigma_{traction}$ (GPa)	MOE (GPa)	$T_c$ (°C)
Polyester	1,2	50–65	3	120
Phénol Formal déhyde	1,2	40–50	3	120-150
Époxyde	1,1- 1,4	50–90	3	120-200
Polyuréthane	1,1- 1,5	20–50	1	100-120
Vinyle-ester	1,15	70–80	3,5	14

### I.3.1.2 Les matrices élastomères

Sont des polymères présentant des propriétés élastique obtenus après réticulations, ils supportent de très grandes déformation avant rupture.

### I.3.1.3 Les matrices thermoplastiques

Les thermoplastiques se présentent sous forme de chaînes linéaires ou branchées qui ne sont liées entre elles que par des liaisons faibles (Vander Waals ou hydrogène). Il faut les chauffer pour les mettre en forme et les refroidir pour les fixer. Cette opération est réversible. Elles ont de faibles propriétés mécaniques ; un renforcement par l'incorporation de charge leur confère une tenue thermique et mécanique améliorée et une bonne stabilité dimensionnelle [11].

Les matrices thermoplastiques les plus courantes sont le poly (chlorure de vinyle) que l'on trouve dans les colles et adhésifs, le polyéthylène dont on se sert pour fabriquer les jouets, les bouteilles de shampoing ou les sacs de supermarchés, le polypropylène pour les boîtes alimentaires ou les revêtements de sols, le polystyrène qui intervient dans les meubles, emballage, électroménager, l'automobile, la construction, les radios, les téléviseurs, jouets, articles de maison et couverts jetables. **Le tableau I.2** montre quelques caractéristiques des polymères thermoplastiques les plus utilisés.

**Tableau I.2:** Caractéristiques de quelques thermoplastiques [12,13].

Polymère	$\rho$ ( $g/cm^3$ )	$\sigma_{\text{traction}}$ ( $N/mm^2$ )	MOE ( $N/mm^2$ )	A (%)	$R_{(IZOD)}$ ( $Kj/m^2$ )	$T_{fle}$ ( $^{\circ}C$ )
PVC	1,5	50	2400	10-50	-	60
PS	1,05	40	2800-3500	4	-	90
HDPE	0,95	30-35	1000	700-1000	5	77
PET	1,39	2,5	3400	90	3	80
PMMA	1,19	65	3300	4	15	95
PP	0,91	20-40	1100-1600	200-1000	-	100

**Tableau I.3:** Caractéristiques des résines thermodurcissables et des résines thermoplastiques [14].

Matrices	Thermoplastiques	Thermodurcissables
Etat de base	Solide prêt à l'emploi	Liquide visqueux à polymériser
Stockage matière de base	Illimité	Réduit
Mouillabilité des renforts	Difficile	Aisée
Moulage	Chauffage+refroidissement	Chauffage continu
Cycle	Long	Court
Tenue au choc	Assez bonne	Limitée
Tenue thermique	Réduite	Meilleure
Chute et déchets	Recyclables	Disparus

## I.4 Le polyéthylène

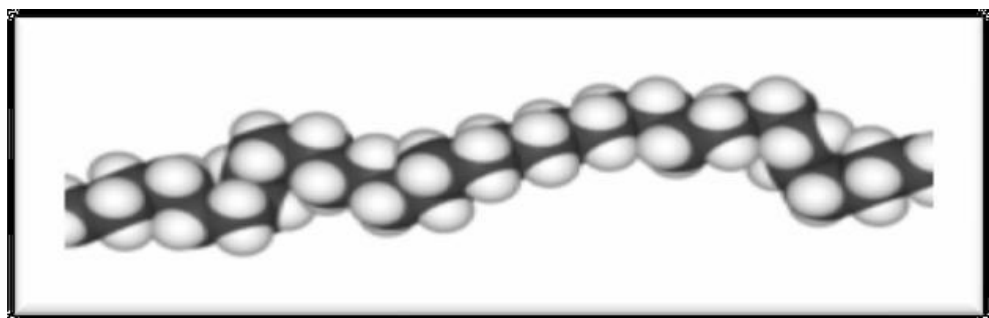
### I.4.1 Définition de polyéthylène

Le Polyéthylène est l'un des polymères les plus simples et les moins chers. C'est un plastique. 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 :

–  $(\text{CH}_2 - \text{CH}_2)_n$  [15].

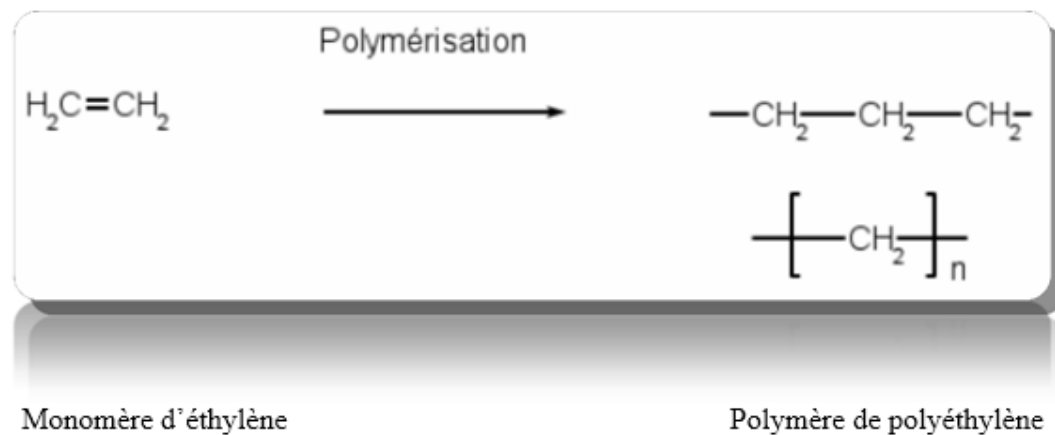
Dans la famille des polyéthylènes les produits se différencient par leurs structures moléculaires issues de leur mode de synthèse [16].

❖ Schéma représentatif du polyéthylène :



**Figure I.3:** Schéma représentatif de la chaîne macromoléculaire du polyéthylène [15].

❖ La polymérisation du polyéthylène est représentée dans la figure suivante :



**Figure I.4:** Polymérisation du polyéthylène [15].

Le polyéthylène est un thermoplastique translucide, facile à manier et résistant au froid. Cette matière plastique représente le tiers de la production totale des matières synthétiques et constitue la moitié des emballages plastiques. 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. Il existe différents polyéthylènes classés en fonction de leur densité. Celle-ci dépend du nombre et de la longueur des ramifications présentes dans le matériau [15].

#### I.4.2 Différent types de polyéthylènes

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

- PE-BD, polyéthylène basse densité (en anglais LDPE, low-density polyethylene).
- PE-BDL, polyéthylène à basse densité linéaire (en anglais LLDPE, linear low-density polyéthylène)
- PE-HD, polyéthylène haute densité (en anglais HDPE, high density polyethylene)
- PE-UHPM, polyéthylène à masse molaire élevée (en anglais UHMWPE, ultra-high molecular-weight polyéthylène)
- PE-R, polyéthylène réticulé (en anglais PEX, cross-linked polyéthylène)

- PE-RHD, polyéthylène réticulé à haute densité (en anglais HDXLPE, high density cross-linked polyéthylène)
- PE-MD, polyéthylène à moyenne densité (en anglais MDPE, medium density polyéthylène)
- PE-TBD, polyéthylène à très basse densité (en anglais VLDPE, very low density polyéthylène) [17].

### I.4.3 Caractéristiques générales des polyéthylènes

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

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

Un cas particulier est celui des PE linéaire de très forte masse molaire ( $M_w > 3.106$  g/mol) dont la cristallisation peut être partiellement inhibée ( $d = \sim 0.94$ ), non par la proportion des branches, qui est faible, mais par la viscosité très élevée du milieu.

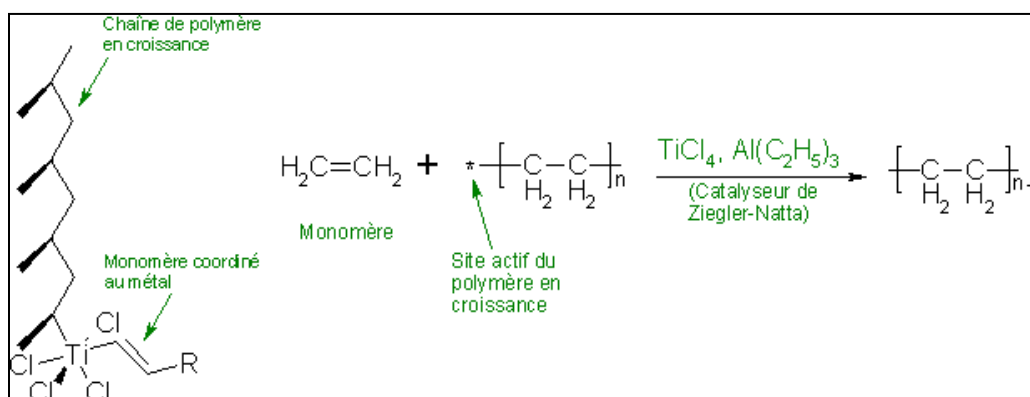
La forte densité d'énergie cohésive des zones cristallines est responsable de la faible solubilité du polyéthylène : il est insoluble dans tous les solvants à la température ambiante et n'est soluble, à haute température ( $T > 80^\circ\text{C}$ ) que dans certains hydrocarbures (décahydronaphtalène...) des hydrocarbures halogéné (o-dichlorobenzène, trichlorobenzène...) ou bien des cétones, des esters et des éthers portant des groupe alkyle lourds (diamyl éther). L'insolubilité du PE à la température ambiante a nécessité, pour sa caractérisation structurale en solution, la mise au point de technique opérant à haute température. En raison de sa structure paraffinique, le PE présente un caractère hydrophobe marqué et une inertie chimique, sa résistance à la dégradation thermo-oxydante est en étroite relation avec son taux de ramification car les hydrogènes tertiaires sont plus sensibles que les secondaires à l'attaque de l'oxygène moléculaire [18].

### I.4.4 Synthèse du polyéthylène haute densité

Le polyéthylène haute densité (PEHD) est obtenu par la polymérisation cationique catalysée de l'éthylène. On utilise principalement les catalyseurs de **Ziegler-Natta** et les catalyseurs à base de chrome réduits et activés à haute température (**procédé de Phillips**) [19].

#### I.4.4.1 Synthèse par le processus Ziegler-Natta

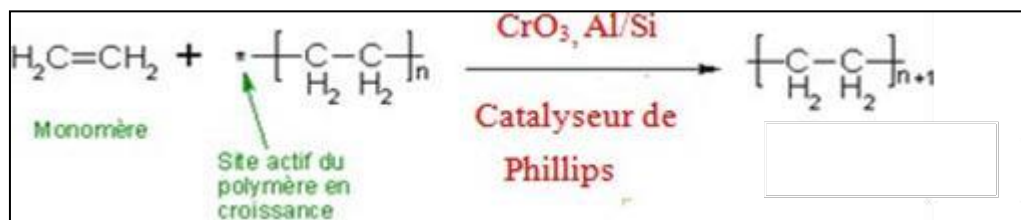
Ce procédé est fondé sur l'emploi d'un catalyseur à base de tétrachlorure de titane associé à un composé organométallique, un chlorure d'alkyl aluminium. Les premières unités de polymérisation en solution ont peu à peu laissé la place à d'autres fonctionnant en suspension dans un hydrocarbure du type hexane. Les températures de réaction sont, généralement, légèrement inférieures à 100 °C et la pression est de quelques Méga Pascals. Le degré de copolymérisation dépend des proportions relatives d'éthylène et de comonomère dans le milieu réactionnel. La masse molaire est contrôlée par un agent de transfert qui est l'hydrogène. Le procédé de fabrication du polyéthylène haute densité par le processus de **Ziegler-Natta** est représenté par la **Figure I.5**.



**Figure I.5:** Synthèse du PEHD par le processus de Ziegler Natta [19].

#### I.4.4.2 Synthèse par le Processus de Phillips

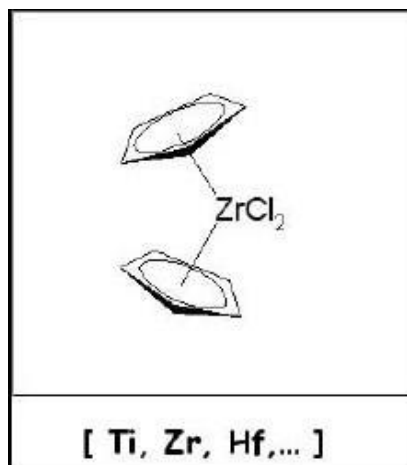
Ce procédé est basé sur l'emploi d'un catalyseur à l'oxyde de chrome hexavalent (CrO<sub>3</sub>) sur un support de silice et/ou d'alumine. Le premier procédé Phillips consistait en une polymérisation en solution dans le cyclohexane. La production du polyéthylène haute densité par le processus de **Phillips** est illustrée par la **figure I.6**.



**Figure I.6:** Synthèse du PEHD par le processus de Phillips [19].

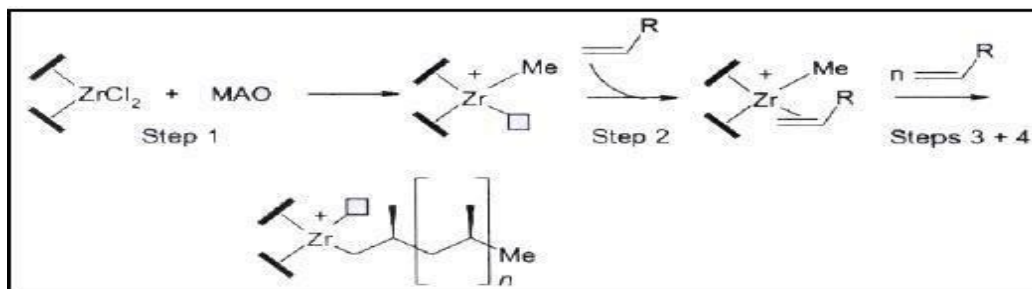
#### I.4.4.3 Polymérisation de type métallocène

Ce procédé est utilisé pour produire une gamme de copolymères éthylène- $\alpha$ -oléfine moins polydispersés que ceux obtenus avec le procédé Ziegler-Natta. Pour ce faire on utilise des catalyseurs à base de métallocènes tels que les zirconocènes [20], où chaque molécule de catalyseur contient un seul type de site actif qui polymérise le monomère de manière identique. Les catalyseurs de type métallocènes sont par conséquent communément appelés «single-site catalysts, (SSC) ». L'atome du métal du groupe IV est attaché à deux ligands cyclopentadiènes, pouvant être reliés entre eux et plus ou moins substitués. Les catalyseurs métallocènes peuvent être supportés sur un support de silice ; on note aussi la possibilité d'utiliser un Co-catalyseur de type MAO (methylalumoxane) jouant le rôle d'échange de ligand et augmentant l'activité du catalyseur [21].



**Figure I.7:** Structure d'un catalyseur de type métallocène

Dans le cas d'une synthèse utilisant un Co-catalyseur MAO, la **figure I.8** illustre lors de la première étape l'action de conversion du catalyseur après complexation en espèce active possédant une position de coordination libre pour le monomère. Celui-ci vient alors complexer le zirconocène, puis s'insérer entre une liaison Zr-C libérant de nouveau une position de coordination libre pour répéter l'opération, formant ainsi dans un temps très court la chaîne polymère [21, 22].



**Figure I.8:** Mécanisme de polymérisation par voie métallocène [20].

La polymérisation métallocène a lieu dans des conditions opératrices douces, similaires aux conditions Ziegler Natta.

Les caractéristiques moléculaires des résines métallocènes sont contrôlées par la structure du catalyseur, le rapport entre les comonomères, et les conditions de polymérisation.

#### I.4.5 Les propriétés du polyéthylène haut densité

Les propriétés des polyéthylènes dépendent essentiellement de trois paramètres structuraux à savoir : la cristallinité, la masse moléculaire et la distribution des masses moléculaires [23].

##### I.4.5.1 Le taux de cristallinité

Le taux de cristallinité est étroitement dépendant de la structure moléculaire. Il est faible dans le cas du polyéthylène basse densité radicalaire (PEBDR), dû à sa structure branchée qui empêche pratiquement les molécules de se serrer les unes contre les autres, et est élevé dans le cas du PEHD homopolymère, dû à la structure linéaire de ses chaînes qui se replient facilement pour former des cristallites.

L'incorporation des branches courtes dans les chaînes linéaires, favorisant l'encombrement stérique, abaisse la cristallinité. La diminution du taux de cristallinité amène à la

diminution de la densité, et par conséquent à l'augmentation de certaines propriétés mécaniques comme la résistance au choc [23].

#### **I.4.5.2 La masse moléculaire**

D'une manière générale, plus les chaînes polymériques sont longues (masse moléculaire grande) plus la viscosité à l'état fondu est élevée, la mise en œuvre est plus difficile et les propriétés mécaniques sont meilleur. Dans la pratique, la détermination de l'indice de fluidité à chaud (IF) du PE, qui est inversement proportionnel à la viscosité, donne une estimation sur sa masse moléculaire [23].

#### **I.4.5.3 La distribution de la masse moléculaire**

En plus de la densité et de la masse moléculaire, la répartition des masses moléculaires est un facteur qui peut aussi affecter les propriétés du PE. Un polymère avec une distribution étroite se cristallise plus rapidement avec un grand uniforme permettant d'avoir une grande rigidité et un minimum de torsion.

Une large distribution assure la facilité de mise en œuvre ainsi qu'une bonne résistance au choc et à la fissuration sous contrainte [23].

#### **I.4.5.4 Propriétés rhéologiques**

Le PEHD à l'état fondu présente un comportement viscoélastique non linéaire, cela signifie que sa viscosité diminue avec l'augmentation du cisaillement. Lors de l'extrusion, le polyéthylène est soumis à un gradient de vitesse de cisaillement, du cylindre de l'extrudeuse à la filière.

Il est donc important de connaître la courbe de viscosité-vitesse de cisaillement sur l'étendue de la plage de cisaillement. La mesure de l'indice de fluidité à chaud (MFI) permet d'estimer la viscosité à une vitesse de cisaillement donnée [24].

#### **I.4.5.5 Propriétés mécaniques**

##### **I.4.5.5.1 Comportement aux chocs**

Les PEHD et PEMD ont une excellente résistance aux chocs et sont capables de dissiper une partie de l'énergie transmise au cours du choc par des mécanismes de déformation [25].

**I.4.5.5.2 Comportement au fluage**

Le phénomène de fluage qui désigne l'évolution au cours du temps de la matière soumise à charge constante est une des manifestations de la nature viscoélastique des matières plastiques.

Cette propriété doit nécessairement être prise en compte dans le dimensionnement des tuyaux qui sont soumis à contrainte et destinés à des applications de longue durée [23].

**I.4.5.5.3 Résistance à la fissuration**

Les nouvelles générations de PE présentent un excellent comportement à la fissuration des tubes. En plus de la pression interne, d'autres charges peuvent être exercées sur un tube lors de son installation ou lorsqu'il est en service comme par exemple des poinçonnements et des défauts de surface causés par une pose peu précautionneuse.

Une haute résistance à la propagation lente de fissures est dès lors importante pour atteindre la durée de vie calculée [25].

**I.4.5.5.4 Résistance à l'abrasion**

La structure du PE lui assure un coefficient de friction faible, permettant dans certaines limites un frottement à sec avec les métaux.

La résistance à l'abrasion des tuyaux en PE est remarquable et ces tuyaux se révèlent supérieurs à l'acier pour le transfert de substances abrasives en suspension [23].

**I.4.5.5.5 Ductibilité et flexibilité**

La ductibilité du PE permet aux réseaux de bien résister aux vibrations et contraintes liées aux mouvements de terrain. Le tube est flexible ; ainsi il s'adapte parfaitement à des conditions de pose nécessitant des changements de direction et des tracés difficiles. Le tube PE s'adapte aussi au mouvement du sol [23].

**I.4.5.6 Propriétés thermiques**

Le point de fusion du PEHD se situe entre 120 et 136°C. La conductivité thermique et le coefficient de dilatation thermique linéaire sont fonction du taux de cristallinité, ils sont plus élevés pour les homopolymères que les copolymères [23].

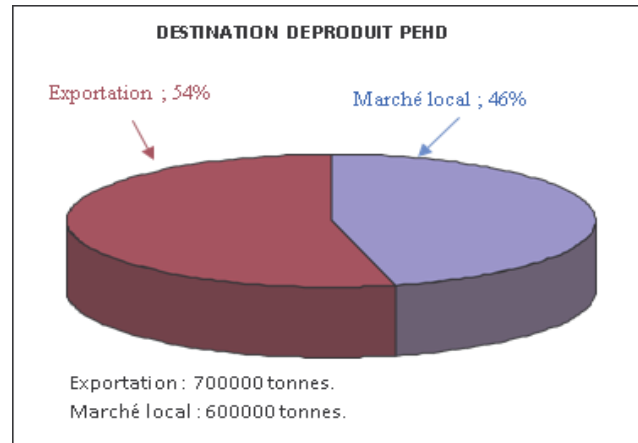
**I.4.5.7 Propriétés électriques**

Le PE présente d'excellentes propriétés d'isolation électrique quelles que soient sa masse moléculaire et sa cristallinité. Sa faible permittivité relative et son faible facteur de dissipation diélectrique font de lui un matériau de choix en isolation électrique [23].

#### I.4.6 Production du polyéthylène à haute densité PEHD

En Algérie, l'usine qui produit ce polymère se trouve dans la wilaya de Skikda ; c'est la société POLYMED (Société Méditerranéenne des Polymères) dans la zone industrielle SONATRACH; produit le PEHD suivant le procédé PHILIPS, d'une densité comprise entre 0,94 et 0,965 g/cm<sup>3</sup>.

Sa production est de 130.000Tonne/An, d'où 54% est exportée **Figure I.9** [26].



**Figure I.9:** Destination de production de polyéthylène à haute densité PEHD [26].

Le **tableau I.4** représente la production de PEHD en quelques pays dans le monde en 2003, en milliers de tonnes.

**Tableau I.4:** Production de polyéthylène à haute densité (PEHD) en 2003, en quelques pays (en milliers de tonnes) [26].

Pays	PEHD (milliers de tonnes)
Etats-Unis	7976
Europe	4845
Japon	1170
France	505

#### I.4.7 Domaines d'application du PEHD

Le PEHD doit répondre à plusieurs applications aux usages très variés et qui sont:

➤ **Films :**

- La sacherie.

- L'industrie : les emballages, films pour la construction.
- L'hygiène : couches-bébés.
- L'agriculture : séries, tunnels...
- **Objets moulés:** Dans le domaine des objets moulés, le polyéthylène haute densité s'est développé dans le secteur industriel : manutention, eaux, bouchonnage, et dans les applications techniques telles que le mobilier urbain.
- **Extrusion-soufflage:** Le domaine de l'extrusion-soufflage est réservé principalement au polyéthylène haute densité pour fabriquer des : bouteilles, flacons, bidon de lait, récipients pour lessive, détergents...
- **Tuyaux:** Dans l'application des tuyaux, le polyéthylène haut densité est employé pour la réalisation de tuyauteries de gaz, et pour les tuyaux sous pression, eau chaude, chauffage par le sol [18].

#### **I.4.8 Avantages et inconvénients du PEHD**

##### ✓ **Avantages**

- Mise en œuvre aisée;
- Excellentes propriétés d'isolation électrique;
- Résistance aux chocs;
- Grande inertie chimique ;
- Qualité alimentaire;
- Perte du caractère perméable des PE que ce soit à l'eau, mais aussi à l'air et aux hydrocarbures [5].

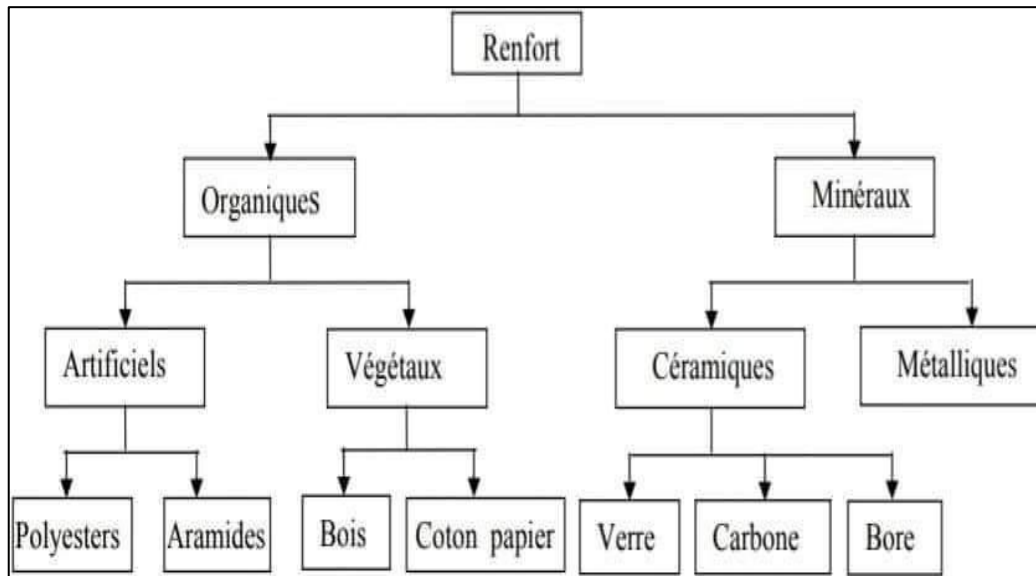
##### ✓ **Inconvénients**

- Sensibilité aux UV en présence d'oxygène.
- Sensibilité à la fissure sous contrainte.
- Mauvaise tenue à la chaleur.
- Collage important [27].

### **I.5 Le renfort**

Souvent sous forme de fibres, le but des renforts dans les matériaux composites est essentiellement d'accroître leurs propriétés mécaniques (rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc.) et d'améliorer des propriétés physiques, tels les comportements au feu et à l'abrasion, la tenue en température ou les propriétés électriques. Les caractéristiques

recherchées dans les renforts sont une masse volumique faible, une compatibilité avec les matrices et une facilité de mise en œuvre. Les renforts constitués de fibres se présentent sous les formes suivantes: linéique (fils, mèches), tissus surfaciques (tissus, mats), multi directionnelle (tresse, tissus complexes, tissage tri directionnel) [25]. La classification des types de renforts couramment rencontrés est indiquée sur la **Figure I.10**.



**Figure I.10** : Types de renforts

### I.5.1 Les renforts particules

Le renfort est sous forme de particules, sans dimensions privilégiée. Contrairement aux renforts fibres. Les particules sont généralement utilisés pour améliorer les propriétés Particulières des matériaux ou des matrices, telles que la rigidité, le comportement thermique, la résistance à l'abrasion, la diminution du rétrécissement, etc.

Remarque1: Dans de nombreux cas les particules sont employées comme charges pour réduire le coût des matériaux sans dégrader les caractéristiques initiales. Le choix de l'association de particule matrice dépend des propriétés voulues [28].

Remarque2: Les renforts des composites sont considérés comme nano-charges si au moins une de leurs dimensions morphologiques est inférieure à 100 nm. Elles peuvent être classées en fonction de leur géométrie, c'est-à-dire nanoparticules, nanotubes ou nano-fibres et nano-feuillets [29].

### I.5.2 Les renforts fibreux

Les renforts peuvent être d'origines divers : végétale, minéral, artificielle, etc. et les renforts les plus largement répandus sont sous formes de fibres ou formes dérivées et

constituent une fraction volumique du matériau composite généralement comprise entre 0,3 et 0,7.

#### ❖ Les fibres naturelles

Les fibres naturelles sont classées généralement en fonction de leurs origines : animale, végétale et minérale. Les fibres d'origine végétale sont principalement des fibres ligno-cellulosiques qui proviennent habituellement du bois (de feuillus ou de résineux). D'autres fibres peuvent être utilisées comme des fibres de tige ou de feuilles comme les pailles de céréales, les cannes ou les roseaux, des fibres prélibériennes comme le lin, le chanvre ou le kenaf, des fibres de feuillus comme l'abaca ou le sisal ou des fibres de grains comme le coton ou les noix de coco [30].

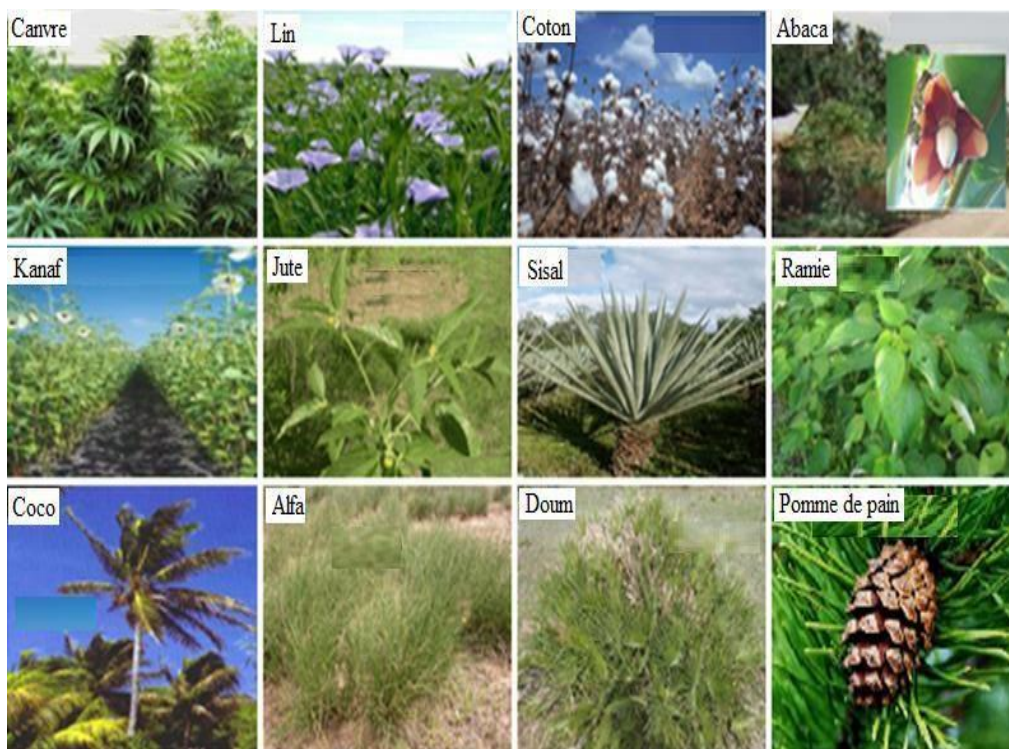


Figure I.11 : Quelques plantes, origine des fibres utilisées comme renfort dans les matrices polymères [31].

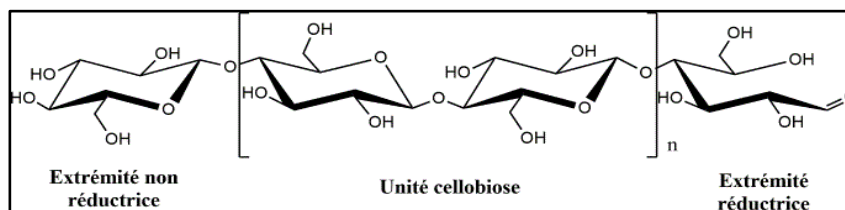
### I.5.3 Les fibres lignocellulosiques

#### I.5.3.1 Composition des fibres lignocellulosiques

Les fibres lignocellulosiques sont principalement constituées de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Leurs proportions varient en fonction de l'origine botanique de la fibre étudiée.

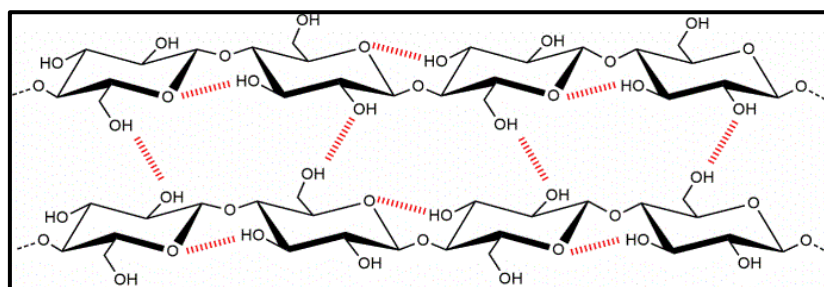
- La cellulose :

La cellulose est le polymère le plus abondant à la surface de la Terre. Il s'agit d'un homopolymère linéaire constitué exclusivement d'unités D-glucopyranose, reliées entre elles par des liaisons  $\beta$ -1,4. La brique élémentaire de la cellulose, composée de l'assemblage de deux unités anhydroglucose, est appelée cellobiose, comme le montre la **Figure I.12**. Les chaînes de cellulose présentent la particularité d'avoir deux extrémités chimiquement différentes. L'une est appelée extrémité réductrice, elle correspond à l'extrémité dont la fonction alcool anomérique de l'unité anhydroglucose est libre. De ce fait, elle est en équilibre avec la forme aldéhyde minoritaire. L'autre extrémité est appelée extrémité non réductrice. La cellulose possède une structure semi-cristalline, c'est-à-dire qu'elle présente à la fois des zones très ordonnées (zones cristallines) et des zones désordonnées (zones amorphes). Les zones cristallines vont conférer à la cellulose son importante résistance mécanique, alors que les zones amorphes vont conduire au gonflement de la cellulose en présence de solvant.



**Figure I.12:** Structure chimique de la cellulose

L'établissement d'un grand nombre de liaisons hydrogènes intra- et intermoléculaires au sein de la cellulose (**Figure I.13**), lui confère certaines de ses propriétés particulières, comme sa structure fibrillaire semi-cristalline ou encore sa relative insolubilité. La cellulose est en effet insoluble dans l'eau et dans la plupart des solvants organiques classiques, ce qui complique grandement les réactions chimiques sur cette dernière [34].



**Figure I.13:** Liaisons hydrogène intra et intermoléculaires au sein de la cellulose.

- **Les hémicelluloses :**

Les hémicelluloses sont des hétéro-polysaccharides ramifiés, constitués d'enchainements d'hexoses et d'adesuroniques, dont le degré de polymérisation est compris entre 50 et 250 unités dans le bois. Les cinq sucres consécutifs des hémicelluloses du bois sont le glucose, le mannose, le xylose, le galactose et l'arabinose. La composition chimique des hémicelluloses varie des racines aux branches mais également d'un arbre à un autre. Elles possèdent une structure tridimensionnelle, amorphe et n'ont qu'une faible résistance mécanique. Les hémicelluloses sont solubles dans l'eau et peuvent être extraites de la paroi cellulaire par des solutions alcalines.

- **La lignine :**

Les lignines sont des polymères bio-synthétisés à squelette aromatique qui résulte de la polymérisation de trois monomères de départ : l'alcool p-coumarique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique. L'assemblage de ces trois monolignols par différents types de liaisons chimiques conduit à un composé amorphe et hydrophobe. La composition chimique des lignines varie également en fonction de l'espèce végétale choisie.

### **I.5.3.2 Propriétés physico-chimique des fibres cellulose**

De manière générale, les fibres de cellulose utilisées comme renfort de composites améliorent significativement les propriétés mécaniques comparées à la matrice pure, ce qui justifie leur utilisation croissante. La rigidité des fibres permet en effet d'augmenter le module d'Young ainsi que la résistance à la traction des composites.

Les propriétés intrinsèques des fibres de cellulose, telles que leurs propriétés mécaniques, leur composition, leur teneur en eau ou encore leurs dimensions, vont jouer un rôle déterminant sur les performances des matériaux composites. Ainsi, en fonction de la nature des fibres utilisées, différentes propriétés physico-mécaniques peuvent être obtenues.

Tableau I.5: Propriétés physico-mécaniques de plusieurs fibres naturelles [36].

Fibre	Résistance à la Traction (MPa)	Module d'Young (GPa)	Elongation à la rupture (%)	Densité (g/cm <sup>3</sup> )
Abaca	400	12	3-10	1,5
Bagasse	290	17	-	1,25
Bambou	140-230	11-17	-	0,6-1,1
Lin	345-1035	27,6	2,7-3,2	1,5
Chanvre	690	70	1,6	1,48
Jute	393-773	26,5	1,5-1,8	1,3
Kénaf	930	53	1,6	-
Sisal	511-635	9,4-22	2,0-2,5	1,5
Ramie	560	24,5	2,5	1,5
Palme	248	3,2	25	0,7-1,55
Ananas	400-627	1,44	14,5	0,8-1,6
Coco	175	4-6	30	1,2
Curaua	500-1150	11,8	3,7-4,3	1,4

### I.5.4 Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales comme renforts des matériaux composites

**Tableau I.6:** Quelques avantages et inconvénients des fibres végétales [36].

Avantages	Inconvénients
Faible coût	Fort comportement hydrophile
Propriétés mécanique spécifique importantes	Faible stabilité dimensionnel
Biodégradabilité	Biodégradabilité
Non abrasif	Faible tenus thermique (<230° C)
Neutre pour l'émission de CO <sub>2</sub> .	Demande peu d'énergie pour être produite
Demande peu d'énergie pour être produite	Variation de la qualité dépendante Des conditions de croissance de la plante
Pas de résidu après incinération	Demande un contrôle pour une Application industriel
Non irritant lors de la manipulation des fibres	Renfort discontinue
Bonne isolation thermique et acoustique	
Ressource renouvelable	
Faible densité	

### I.5.5 Intérêt de l'utilisation des fibres naturelles

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

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

Les principaux avantages des fibres naturelles (Tableau I.6) sont leur coût, leur légèreté, leur disponibilité et leurs propriétés mécaniques spécifiques élevées. Grâce à un compromis idéal rigidité/résistance/légèreté, les composites renforcés par des fibres

végétales concurrencent efficacement les matériaux traditionnels contenant des charges ou fibres minérales [38].

## I.6 Etat de l'art sur la fibre de noix de coco

### I.6.1 Définition de noix de coco

La fibre de noix de coco est extraite de la coque extérieure d'une noix de coco. Le nom commun, le nom scientifique et la famille de plantes de la fibre de noix de coco sont respectivement : Coir, *Coco nucifera* et *Arecaceae* (Palmier). La culture de la noix de coco est concentrée dans les ceintures tropicales d'Asie et d'Afrique de l'Est [39].



**Figure I.14:** Cocotier, noix de coco et fibres de coco.

Il existe deux types de fibres de noix de coco, les fibres brunes extraites des noix de coco nature et les fibres blanches extraites des noix de coco immatures, comme le montre la **Figure I.15**. Les fibres de noix de coco sont rigides et résistantes et ont une faible conductivité thermique (Asasutjarit et al2005) [40]. Les fibres de noix de coco sont disponibles dans le commerce sous trois formes, à savoir la soie (fibres longues), le matelas (relativement court) et le décortiqué (fibres mixtes). Ces différents types de fibres ont des utilisations différentes selon les besoins. Selon le site officiel de l'année internationale des fibres naturelles 2009, environ 500 000 tonnes de fibres de noix de coco sont produites

chaque année dans le monde, principalement en Inde et au Sri Lanka. Sa valeur totale est estimée à 100 millions de dollars. L'Inde et le Sri Lanka sont également les principaux exportateurs, suivis par la Thaïlande, le Vietnam, les Philippines et l'Indonésie. Environ la moitié des fibres de coco produites est exportée sous forme de fibre brute.



Figure I.15: Fibres de coco blanches et fibres de coco brunes.

Les fibres de noix de coco contiennent de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine comme composition principale. Ces compositions affectent les différentes propriétés des fibres de noix de coco. Le prétraitement des fibres modifie la composition et, en fin de compte, modifie non seulement ses propriétés mais aussi celles des composites. Parfois, il améliore le comportement des fibres, mais parfois son effet n'est pas favorable. La composition chimique des fibres de coco est présentée dans le tableau ci-dessous.

Tableau I.7: La composition chimique des fibres de noix de coco [41-44].

Fibre	Hemicellulose (%)	Cellulose (%)	Lignine (%)	Référence
Coco	31,1	33,2	20,5	Ramakrishnaand Sundararajan2005
	15 -28	35 -60	20 -48	Agopyanetal.2005
	-	43	45	Satyanarayanaet al.1990
	16,8	68,9	32,1	Asasutjaritet al.2007
	0,15 -0,25	36 -43	41 -45	Corradiniet al.2008

### I.6.2 Les propriétés physiques et mécaniques des fibres de noix de coco

Les propriétés physiques et mécaniques des fibres de noix de coco sont présentées dans le tableau ci-dessous.

**Tableau I.8:** Les propriétés physiques et mécaniques des fibres de noix de coco [45-48].

Diamètre (mm)	Longueur (mm)	Résistance à la traction (mm)	Elongation (mm)	Vide Perméable (%)	Module d'élasticité (GPa)	Densité (kg/m <sup>3</sup> )	Référence
<b>0,4-0,10</b>	60-250	15-323	75	-	-	-	Ramakrishna et al.2005
<b>0,21</b>	-	107	37,7	56,6-73,1	2,8	1104-1370	Agopyan et al.2005
<b>0,3</b>	-	69,3	-	-	2	1140	Paramasivam Etal.1984
-	-	50,9	17,6	-	-	1000	Ramakrishna et al.2005
<b>0,27±0,0073</b>	50±10	142±36	24±10	-	2±3	-	Lietal. 2007
<b>0,11-0,53</b>	-	108-252	13,7-41	-	2,5-4,5	670-1000	Toledo et al. 2005
<b>0,12±0,005</b>	-	137±11	-	-	-	870	Munawaret al.2007

### I.6.3 Les avantages des fibres de noix de coco

Les fibres de coco présentent de nombreux avantages généraux. Ils sont par exemple à l'épreuve des mites, résistants aux champignons et à la pourriture, offrent une excellente isolation thermique et sonore, sont difficilement inflammables, ignifuges, insensibles à l'humidité et à la moisissure, robustes et durables, résilients, reprennent leur forme même après une utilisation constante, totalement exempts d'électricité statique et faciles à nettoyer.

### I.6.4 Les applications

Outre les applications en ingénierie, les fibres de coco sont également utilisées dans le fil, les cordes, les tapis, les matelas, les brosses, les sacs, le calfeutrage des bateaux, les tapis, les géotextiles, les panneaux d'isolation et les emballages.

**I.6.4.1 Gilet pare-balle**

**Yuhazri et Dan (2008) [49]** ont développé un gilet pare-balles unique en fibre de noix de coco, qui offre toute la protection que l'on peut trouver dans un gilet ordinaire. Il est non seulement économique, mais aussi plus léger. Un gilet pare-balles normal coûte environ 4000 USD et pèse 9 kg, mais ce gilet ne pèse que 3 kg et coûte 480 USD. Le test a prouvé que le gilet était capable d'arrêter des balles de calibre 9 mm à une distance de 5 m. Ils ont également testé un matériau composite hybride à fort impact avec des fibres de noix de coco comme renfort pour le blindage balistique, et des résultats satisfaisants ont été rapportés.

**I.6.4.2 Les casques**

**Yuhazri et Dan (2007) [50]** ont utilisé des fibres de noix de coco dans la fabrication d'un casque de moto. Ils ont utilisé des résines époxy de polymère thermodurcissable comme matériaux de matrice et des fibres de noix de coco comme renforcement. Après la mise au point de la méthode de fabrication des coques de casque, des tests mécaniques (pénétration dynamique) ont été effectués sur ce matériau composite afin de déterminer ses performances. Le résultat des performances mécaniques a montré que les fibres de noix de coco se comportaient bien en tant que renfort approprié de la matrice de résine époxy.

**I.6.4.3 Pièces détachées pour voitures**

Une équipe de chercheurs de l'université Baylor tente de développer une technologie permettant d'utiliser la fibre de noix de coco en remplacement des fibres de polyester synthétique dans les composites moulés par compression. Leur objectif est d'utiliser les fibres de coco pour fabriquer des revêtements de coffre, des planchers et des revêtements de portes intérieures de voiture.

Les références bibliographiques

- [1] D. Roy, S. Massey, A. Adnot, A. Rjeb, « Action of water in the degradation of low-density polyethylene studied by X-ray photoelectron spectroscopy », *Express Polymer Letters*, 1: 506–511, (2007).
- [2] B. Neher, M. R. Bhuiyan, H. Kabir, R. Qadir, « Study of Mechanical and Physical Properties of Palm Fiber Reinforced Acrylonitrile Butadiene Styrene Composite », *Materials Sciences and Applications*, 5: 39-45, (2014).
- [3] A. BOUDENNE, «Etude expérimentale et théorique des propriétés thermophysiques de matériaux composites à matrice polymère», Thèse de Doctorat, Université PARIS XII, y (2003).
- [4] S. Bouzouita, «Optimisation des interfaces fibre/matrice de composites à renfort naturel», Thèse de Doctorat, l'École Centrale de Lyon, (2011).
- [5] L. Y. EL Hadji Babacar, «Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose», Thèse de Doctorat, L'INP Grenoble, (2008).
- [6] J. P. Trotignon, J. Verdus, A. Dobraczynski, M. Piperau, « Matières plastiques, structures-propriétés, mise en œuvre, normalisation », Edition Nathan. (2006).
- [7] D. Nabi Saheb, J. P. Jog, « Natural Fiber Polymer composites: A review », *Advances Poly Techn*, 18: 351–363 (1999).
- [9] E. J. JULES, « Couplages entre propriétés thermiques, réactivité chimique et viscosité des matériaux composites thermodurcissables en relation avec les conditions de leur élaboration fondée sur l'hystérésis *diélectrique* », Thèse de Doctorat, Ecole nationale supérieure d'arts et métiers, (2001).
- [10] L. Berreur, B. de Maillard, S. Nosperger, « L'industrie française des matériaux composites », Rapport, Nodal Consultants, (2002).
- [11] L. Berreur, « L'industrie française des panneaux composites », Rapport, Ministère de l'économie des finances et de l'industrie, France. (2002).

- [12] H. H. Kausch, N. Heymans, C. J. Plummer, P. Decroly, « Matériaux polymères: propriétés mécaniques et physiques », presses polytechniques et universitaires romandes, Lusanne, (2001).
- [13] J. C. Morin, « Guide de l'utilisateur des profiles plastiques », Syndicat national des profilés plastiques, Paris, France, (2000).
- [14] Haddadi Manel, « Etude numérique avec comparaison expérimentale des propriétés thermo physiques des matériaux composites à matrice polymère », mémoire Master en physique, université d'El Hadj Lakhdar Batna, (2011).
- [15] Chala Khaoula, «Elaboration et caractérisation d'un matériau à base de Polyéthylène basse densité recyclé et chargé par le Talc», Mémoire de Master, Génie de l'environnement, Université Mohamed Khider, Biskra, (2016).
- [16] Abdeladim Assia et Ben batouche Samira, « Elaboration et contribution à l'étude de sacs tissés oxobiodégradables à base de PP et PE », Mémoire de Master chimie des matériaux, Université A. Mira, Béjaïa, (2013).
- [17] Bouterfa Meriem, « Etude de la détermination du paramètre d'interaction entre deux polymères par voie mécanique, effet du comptabilisant sur ce paramètre », Mémoire de magister, Génie des polymères, Université Ferhat Abbas Sétif 1, (2011).
- [18] Methia Akli et Rezzoug Mohamed Amine, « Etude de la diffusion de l'irganox 1076 dans polymère recyclé à base de PEHD », Mémoire de Master, Génie de l'environnement, Université A. Mira, Béjaïa, (2017).
- [19] Sadoun Sofiane, « Contribution à l'étude expérimentale d'un polyéthylène à haute densité (PEHD) effet de la température et de la essaie de déformation », Mémoire de magister, matériaux avances, Université Baji Mokhtar Annaba, (2007).
- [20] Jérôme Dupuy. «Synthèse de nouveaux catalyseurs pour la polymérisation de l'éthylène», Thèse de doctorat, Université Lyon, (1994).
- [21] Kamminsky W, Laban A. «Metallocene catalysis », Applied catalysis. A: General 222(1-2), 47-61, (2001).
- [22] Scheirs J, Kamminsky W. «Metallocene-based polyolefins, UK: Wiley», 1, 526, (2000).
- [23] CHETTOUM Hacene, «Synthèse et caractérisation des composites PEHD/CaCO3»

; Mémoire de master, Université de 20 Aout 1955 Skikda, **(2015)**.

- [24] «Guide d'étude des réseaux en polyéthylène» Edition 2011-2012 ; disponible sur <https://docplayer.fr/7134103-D-etude-des-reseaux-en-polyethylene.html>, (consulté le 14 mai **(2019)**).
- [25] BOUTERFA Meriem, «étude de la détermination du paramètre d'interaction entre deux polymères», mémoire de magister, université Ferhat Abbas Sétif, **(2011)**.
- [26] Nadia Kadri, « Etude de propriété des composite PEHD/fibre R-PET et PEHD/SEBS- g-MA /fibre R-PET : Effets du taux et du traitement de surface des fibres », Mémoire
- [27] Hanane Alidra, « Influence des additifs (noir de carbone) sur la qualité du polyéthylène Haute Densité », Ecole IAP6Boumerdes, **(2017)**.
- [28] Houideg Abdellah, « Transfert de charge et frottement fibre /matrice d'un matériau composite (T 300/914), Mémoire de Magister en physique », université des sciences et de la technologie Mohamed Boudiaf, Oran, **(2012)**.
- [29] Jeans-Michel Thomassin « Les nanocomposites à base de nouveaux matériaux légers ultra performants », Bulletin de la société royale des sciences de liège, **[En ligne]**, 2013, vol. 82, p.143-148. disponible sur :<https://hal.archives-ouvertes.fr/cel-01529026/document>.
- [30] M. Fontanille, Y. Gnanou, « Structure moléculaire et morphologie des polymères », Technique de l'ingénieur, A3042 : 1-27, **(1994)**.
- [31] M. Malha, « Mise en œuvre, caractérisation et modélisation de matériaux composites : polymère thermoplastique renforcé par des fibres de doum ». Thèse de Doctorat, Université Mohammed V- Agadal, **(2013)**.
- [32] Rowell RM; Han JS.; Rowell JS. « Characterization and factors effecting fiber properties in natural polymers and agro fibers based composites ». Natural polymers and bio-based composites, 115-135. **(2000)**.
- [33] O. Faruk, A.K. Bledzki, H.P. Fink, M. Sain, « Biocomposites reinforced with natural fibers », 2000-2010, Prog. Polym. Sci. 37 1552–1596. **(2012)**.
- [34] Belkacem C, « Etude expérimentale du comportement mécanique des stratifiées a renfort en matières végétale ». Mémoire de Magister, Université de Boumerdès, **(2006)**.

- [35] Aziz MA, Paramasivam P, Lee SL. « Concrete reinforced with natural fibres », *New Reinforced Concrete*; pp. 106-140. **(1984)**.
- [36] Asasutjarit C, Hirunlabh J, Khedari J, Charoenvai S, Zeghmati B, « Shin UC Development of coir-based light weight cement board », *Constr. Build. Mater.* 21(2): 277-288. **(2007)**.
- [37] Ramakrishna G, Sundararajan T . « Studies on the durability of natural fibres and the effect of corroded fibres on the strength of mortar ». *Cement Conc. Comp.*, 27(5): 575-582. **(2005)**.
- [38] Agopyan V, Savastano JH, John VM, Cincotto MA . « Developments on vegetable fibre-cement based materials in Paulo », Brazil: An overview. *Cement Conc. Comp.*, 27(5): 527-536. **(2005)**.
- [39] Satyanarayana KG, Sukumaran K, Mukherjee PS, Pavithran C, Pillai SGK . « Natural fibre-polymer composites ». *Cement Conc. Comp.*, 12(2): 117-136. **(1990)**.
- [40] Corradini E, De Morais LC, De Rosa MF, Mazzetto SE, Mattoso LH, Agnelli JA . « A preliminary study for the use of natural fibers as reinforcement in starch-gluten- glycerol matrix ». *Macromolecular Symposia*; pp. 245-246: 558-564. **(2008)**.
- [41] Paramasivam P, Nathan GK, Das Gupta NC. « Coconut fibre reinforced corrugated slabs ». *Int. J. Cement Comp. Lightweight Conc.*, 6(1): 19-27. **(1984)**.
- [42] Li Z, Wang L, Wang X . « Cement composites reinforced with surface modified coir fibers ». *J. Comp. Mat.*, 41(12):1445-1457. **(2007)**.
- [43] Toledo FRD, Ghavami K, England GL. « Free, restrained and drying shrinkage of cement mortar composites reinforced with vegetable fibres ». *Cement Conc. Comp.*, 27(5): 537-546. **(2005)**.
- [44] Munawar SS, Umemura K, Kawai S. « Characterization of the morphological, physical, and mechanical properties of seven nonwood plant fibre bundles ». *J. Wood Sci.*, 53(2): 108- 113. **(2007)**.
- [45] Yuhazri MY, Dan MMP. « High impact hybrid composite material for ballistic armor ». *J. Adv. Manuf. Technolo.*, 2(1): 1-10. ISSN 1985-3157. **(2008)**.

- [46] Yuhazri MY, Dan MMP. « Helmet shell using coconut fibre (DecoHelmet) ». J. Adv. Manuf. Technol., 1(1): 23-30. ISSN 1985-3157. (2007).

**Chapitre II**  
**Rappels**  
**bibliographiques**

---

## CHAPITRE II

### RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES

Les matériaux composites bois/polymères, ont acquis une large popularité au sein de la communauté scientifique durant ces dernières années [1]. Les objectifs de recherche en matière de nouveaux matériaux sont : gain de performances, faible coût, et amélioration de la fiabilité. Toutefois, en raison de l'incompatibilité entre la matrice et le renfort, l'utilisation d'agents compatibilisants est devenue une nécessité impérieuse.

Selon Kasliwal & Jones [2], l'utilisation de fibres naturelles dans les résines thermoplastiques est généralement bénéfique en raison de leur disponibilité, de leur capacité de renouvellement et de leur degré favorable de l'efficacité en termes de résistance/poids. En raison de ces facteurs, les composites plastiques renforcées par des fibres naturelles ont fait l'objet d'une attention particulière dans la modification des thermoplastiques des résines telles que le PP, le PEHD et le PVC (chlorure de polyvinyle). Ces composites sont potentiellement applicable aux sols, aux éléments de meubles, aux portes et aux systèmes de construction utilisant des structures légères et des palettes pour les structures de stockage. Une autre application potentielle est la fabrication des panneaux intérieurs d'automobiles, en raison de l'augmentation de la rigidité de la résine thermoplastique fournie par ces fibres et à l'augmentation de la température de ramollissement.

Mansur et Aziz [3] ont étudié les composites de ciment renforcés par des mailles de bambou, et ont découvert que ce matériau de renforcement pouvait améliorer la ductilité et la ténacité de la matrice de ciment, et augmenter de manière significative sa résistance à la traction, à la flexion et à l'impact. D'autre part, les composites en polyester renforcé de toile de jute ont été testés pour l'évaluation des propriétés mécaniques et comparés avec les composites en bois, et il a été constaté que le composite en fibre de jute a une meilleure résistance que les composites en bois. Un composite thermoplastique renforcé par des fibres de pâte a été étudié et il s'est avéré qu'il présentait une combinaison de rigidité accrue d'un facteur de 5,2 et de résistance accrue d'un facteur de 2,3 par rapport au polymère vierge.

Fidelis et al [4] ont étudié l'effet de la séquence d'empilement sur les propriétés mécaniques des composites hybrides jute-noix de coco tissés et ont suggéré que les couches de verre à l'extrémité ont une bonne résistance mécanique.

Ils sont conclus que le PEHD recyclé et le PEHD vierge pourraient être utilisés pour fabriquer des composites hybrides renforcés de fibres ayant des propriétés de traction et de flexion plus élevées.

**Schneider et Karmaker [5]** ont mis au point des composites à base de fibres de jute et de kenaf et de résines de polypropylène, et ont indiqué que les fibres de jute offraient de meilleures propriétés mécaniques que les fibres de kenaf.

**Ishizaki et al [6]** ont étudié la traction, la flexion et les propriétés de compression des composites renforcés de fibres de soie de coco et ont évalué les propriétés de traction des composites hybrides de polyester renforcés de fibres de verre et de bambou.

**S. J. Kim et al. [7]** ont réalisé une étude comparative sur les propriétés mécaniques de composites PP/Fibre de bois et PP/Fibre de coton. Ils ont remarqué que la résistance en traction de composites PP/FB est conditionnée par la qualité de l'interphase. Cette résistance est meilleure pour de fortes interactions qui permettent un meilleur transfert des efforts à la matrice à travers l'interphase. A l'inverse, les composites PP/Fibre de coton exhibent un comportement différent indépendant de la qualité de l'interphase. Selon ces auteurs, ceci démontre que la résistance en traction des composites ne dépend pas seulement de l'adhésion interfaciale, mais peut dépendre aussi, de la taille des charges, de leur nature hydrophile et notamment de la nature chimique. D'un autre côté, ils ont pu montrer que la résistance en flexion de ces composites dépend, en plus, du grade de la matrice utilisée

**B. A. Acha et al. [8]** ont fait varier le taux de fibre de jute incorporé dans une matrice de PP et mettent en évidence l'augmentation du module d'Young avec le taux de fibres. Ceci a été également prouvé par **T. T. L. Doan et al [9]**. Ce comportement est relié à l'utilisation d'une charge rigide à haut module. En contrepartie, une réduction de la déformation à la rupture est enregistrée à cause de la limitation imposée sur l'allongement de la matrice par l'utilisation de cette charge rigide. Au même temps, ils ont constaté que malgré une faible adhésion de la matrice aux fibres, une augmentation de la résistance en traction est obtenue. Ce qui est expliqué par l'effet de la longueur des fibres. Avec l'ajout d'agent de couplage, les auteurs ont constaté une diminution de la déformation des composites qu'ils ont expliqué par la rigidification de l'interphase entre fibre et matrice ce qui empêche la mobilité des chaînes macromoléculaires donc limite la déformabilité de la matrice. Les tests de choc ont également

montré une faible énergie de propagation pour les composites comptabilisés ce qui est une indication d'une bonne adhésion entre la matrice PP et les fibres

**H. S. Yang et al. [10]** ont démontré l'influence du procédé de transformation sur la dispersion, en conséquence sur les propriétés mécaniques de composites PP/Farine de cosse de riz et celles du PP/Farine de bois. Ils ont trouvé que les propriétés mécaniques en traction des composites préparés par une extrudeuse à double vis sont meilleures que celles de composites préparés par une mono vis. Ceci est expliqué par l'amélioration de la dispersion des charges dans la matrice. La résistance en traction et le module des composites ont montré une amélioration même en absence de l'agent modifiant Avec l'incorporation de cet agent, ce progrès est beaucoup plus important pour les composites obtenus avec une double vis. Ces conclusions, ont confirmé l'étude réalisée ultérieurement **par A. K. Bledzki [11]** et qui ont trouvé aussi des propriétés mécaniques intéressantes de composites PP/Fibre de bois préparés avec une extrudeuse à double vis, par rapport à celles de composites obtenus par des mélanges internes à différents taux de cisaillement.

La proportion de bois dans les CBP est un paramètre qui a été beaucoup étudié (Soucy, 2007). Généralement, l'ajout de farine de bois dans une matrice plastique augmente sa rigidité, mais diminue sa résistance, **Yam et al. [12]** ont conclu que la rigidité en flexion et en traction des CBP augmente avec la proportion massique de bois (de 0 à 60 %) tandis que la résistance en traction et la résistance à l'impact diminuent.

**Geethamma et al [13]** ont étudié le comportement mécanique dynamique du caoutchouc naturel et des composites renforcés par des fibres de coco courtes.

Des composites fibres de coco-polyester ont été testées comme casques, comme toitures et comme boîtes à lettres [14]. Ces composites, dont la charge de fibre de coco varie de 9 à 15 % en poids, ont une résistance à la flexion d'environ 38 MPa. Les composites en fibre de coco-polyester avec des fibres de coco non traitées et traitées, et avec une charge de fibre de 17 % en poids, ont été testés en flexion et en impact Izod avec entaille [15]. Les résultats obtenus avec les fibres non traitées montrent des signes évidents de la présence d'une interface faible de longues fibres arrachées sans aucune résine adhérant aux fibres et de faibles propriétés mécaniques ont été obtenues. Bien que présentant de meilleures performances mécaniques, les composites avec fibres traitées ne présentent cependant qu'une augmentation modérée des valeurs des propriétés mécaniques analysées. Un traitement alcalin est également signalé pour les fibres de coco [16]. Les composites fibre-polyester traités, dont la fraction volumique varie

de 10 à 30 %, présentent de meilleures propriétés que les composites à fibres non traitées, mais la résistance à la flexion de ces composites était systématiquement inférieure à celle de la matrice vierge. Une valeur maximale de 42,3MPa est rapportée contre une valeur de 48,5MPa pour le polyester pur. L'acétylation des fibres de coco augmente le comportement hydrophobe, accroît la résistance aux attaques de champignons et augmente également la résistance à la traction des composites coco-polyester [17]. Ce pendant, la charge de fibre doit être assez élevée, 45 % en poids ou même plus, pour obtenir un effet de renforcement significatif lorsque le composite est testé en tension. De plus, même avec des fractions de charge élevées en fibre de coco, il n'y a pas d'amélioration de la résistance à la flexion [18]. Il ressort de ces résultats que les traitements habituels des fibres signalés jusqu'à présent n'ont pas modifié de manière significative les performances mécaniques des composites en fibres de coco-polyester [19].

Les résultats de **Wambua et al [20]** montrent que les performances mécaniques des fibres de coco comme renforcement dans les plastiques sont médiocres et inférieures à celles des autres fibres naturelles. Cette performance inférieure peut être liée à la mauvaise interface fibre-matrice, aux propriétés des fibres, à la faible teneur en cellulose et à la forte teneur en lignine dans sa composition, à l'angle élevé formé entre les microfibrilles, de grand diamètre et de diamètre variable. D'autre part, le diamètre variable et la forme elliptique que l'on trouve dans les cellules de la fibre de coco permettent une plus grande flexibilité et résistance au contact avec l'eau, améliorant la capacité du polymère fondu à maintenir le contact avec la fibre (mouillabilité) *Frank (2005) [21]*.

**Mulinari et al [22]** ont étudié les propriétés mécaniques des composites renforcés de la fibre de noix de coco orientés au hasard et suggérés pour des applications à faible charge. Ils ont indiqué que les composites de cire-époxy présentaient des valeurs moyennes pour la résistance à la traction, la résistance à la flexion et la résistance aux chocs de 17,86 MPa, 31,08 MPa et 11,49 kJ/m<sup>2</sup> respectivement.

**D.Maldasetal [23]** ont étudié l'effet de renforcement de polystyrène PS par les fibres de bois avec des taux de chargement différent. Les résultats de leurs études indiquent que les agents de couplage: isocyanate (poly [méthylène (polyphenyl isocyanate)]) (PMPPIC) et silanes: Vinyltri (2-Methoxyethoxy) silane (A-172) et Gamma-Methacryloxy propyltrim ethoxy silane (A-1100) jouent un rôle important dans l'amélioration des propriétés mécaniques des composites thermoplastiques contenant des fibres de cellulose. Lorsqu'ils ont comparé l'efficacité de différents agents de couplage et les traitements, ont constaté que le revêtement

suivie d'un traitement isocyanate est le plus efficace.

**K. C. M. Nair et al [24]:** Ont étudié l'effet de la longueur des fibres, le taux de chargement, la contrainte et la vitesse de cisaillement et la température sur le comportement rhéologique des matériaux composites à base de polystyrène PS renforcé par des fibres de sisal. A 190°C l'addition des fibres augmente la viscosité des composites. Cela dû à l'interaction accrue entre les fibres et les molécules de polystyrène. Toutefois, à 180°C la viscosité suit l'ordre PS < U106 < U206 < U306 et cela peut être expliqué que la viscosité augmentée rapidement avec l'augmentation du renforcement des fibres en raison des collisions entre les particules. L'indice de l'écoulement des composites PS/ sisal est inférieure à celle de PS vierge cela conduisant à un degré de plasticité plus élevée. Le rapport de gonflement a montré une forte diminution à 10% de charge de fibres, suivie d'une stabilisation pour plus de chargement. L'étude morphologique MEB a montré que à une vitesse de cisaillement plus faible les fibres sont orientées le long de l'extrudât.

L'étude menée par **H. Djidjelli et al [25]** sur les propriétés mécaniques, thermiques et diélectriques des composites à matrice PVC chargée avec la fibre de grignon d'olive, modifiée chimiquement par benzylation a montré une amélioration de l'allongement et de la contrainte à la rupture pour les composites traités ce qui est due probablement au caractère thermoplastique de la FGO après benzylation, par conséquent une bonne adhérence interfaciale. Un gain de 12°C dans la température de début de décomposition est enregistré pour les composites traités (F25B) par rapport à ceux non traités (F25), une perte diélectrique moins importante est enregistrée pour les composites traités (F25B), dans l'intervalle (0 à 70°C). La diminution de la concentration des hydroxyles après traitement, a été mise en évidence par l'analyse IRTF, indiquant clairement que la réaction de mono substitution des ions de sodium par des groupements benzyliques a vraiment eu lieu.

**Pannirselvam et al [26]** Ont étudié les résistances à la traction et à la flexion des noix de coco et de composite époxy renforcés de fibres de coco et accédé la possibilité de l'utiliser comme un nouveau matériau dans des applications d'ingénierie. Les échantillons ont été fabriqués par le procédé de stratification manuelle (30:70 fibres et matrice en poids) et les propriétés évaluées à l'aide du matériau INSTRON Système de test. Résistance à la traction et à la flexion des composites renforcés de la fibre de noix de coco varient de 7,9 à 11,6 MPa et de 25,6 à 67,2 MPa respectivement.

**Schneider et Karmaker [27]** ont mis au point des composites à base de fibres de jute et de kenaf et de résines de polypropylène, et ont indiqué que les fibres de jute offraient de meilleures propriétés mécaniques que les fibres de kenaf

**Cazaurang et al [28]** ont réalisé une étude systématique sur les propriétés des fibres d'henequen et ont souligné que ces fibres ont des propriétés mécaniques adaptées au renforcement des résines thermoplastiques.

**Ahmed et al. [29]** ont effectué des travaux de recherche sur la fibre de coton enroulée en filament et renforcée pour renforcer la résine de polyéthylène haute densité (PEHD).

**Fuad et al [30]** ont étudié le nouveau type de charge à base de bois dérivé de la farine de bois de palmier à huile (OPWF) pour les composites thermoplastiques bio sources par analyse thermogravimétrique et les résultats sont très favorables.

**A. F. Koutsomitopoulou et al [31]** sont intéressées aux matériaux composites contenant de la farine de grignon d'olive dispersées dans la matrice de polyacide lactique PLA. Le but de leur étude est d'étudier l'effet de la farine d'olivier à différents taux de renforcement sur les propriétés physiques et mécaniques de (PLA).

L'analyse thermique de la farine de grignon d'olive montre qu'aucun changement significatif sur la température de dégradation des composites. Ce la signifie que le traitement appliqué sur la farine des noyaux d'olivier n'affecte pas sur le comportement thermique.

Avec la quantité de charge, une augmentation de module de traction pour PLA / farine de grignon d'olive. Une faible diminution de la résistance à la traction avec la fraction volumique de remplissage a été observée.

**A. Zizumbo et al [32]** ont étudié l'adhérence interfaciale entre les fibres de bagasse de canne à sucre et la matrice de polystyrène. Les fibres ont été modifiées avec dichlorométhylvinylsilane. Les composites avec les fibres silanisées ont montré une stabilité thermique plus élevée que les composites avec des fibres non traitées (deux pics de décomposition maxima les à 320°C et à 370°C pour les fibres non modifiées, et de 470°C et à 510°C pour les fibres silanisées). Les propriétés mécaniques des composites comme le module d'Young ont été améliorées (1.9GPa pour les composites avec des fibres non traitées et à 3.3GPa pour les composites avec des fibres silanisées). Ces résultats montrent que l'amélioration des propriétés mécaniques des composites était due à une meilleure adhérence interfaciale entre les fibres et la matrice de polystyrène.

**M. Poletto et al [33]** ont étudié l'effet de la farine de bois et la teneur de chargement ainsi que l'effet d'addition d'agent de couplage poly (styrène-co- anhydride maléique) ASM sur les propriétés mécaniques et la morphologie des composites thermoplastiques à base de polystyrène recyclé.

L'addition de plus de 20% en poids de la farine de bois entraîne une diminution des propriétés mécaniques. Ce problème peut être associée à la formation de quelques agglomérats de particules en raison des liaisons hydrogène intermoléculaires, ce qui réduit les propriétés mécaniques. Alors que l'addition d'un agent de couplage poly(styrène-co-anhydride maléique) SMA pour améliorer l'adhérence interfaciale a montré une augmentation des propriétés de flexion et aux chocs. Les résultats obtenus avec 2% en poids d'un agent de couplage SMA confirmant une meilleure adhérence entre la farine de bois et le polystyrène recyclé. De même l'étude morphologique a révélé l'effet positif de l'agent de couplage sur l'adhésion interfaciale. Alors que l'addition de plus de 2% en poids en teneur d'agent de couplage a provoqué une réduction des propriétés mécaniques étudiées.

Les valeurs de densité obtenues pour les composites ont été comparées avec les valeurs théoriques et ont montré un accord avec la règle des mélanges. Basons sur les résultats de ces travaux, il apparaît que les deux matériaux recyclés peuvent être utilisés pour fabriquer des composites avec des propriétés mécaniques élevées et une faible densité.

**D. Bachtiar et al [34]** ont étudié les propriétés mécaniques des composites de polystyrène (PS) renforcés par des fibres de palmier. L'adhésion entre matrice / fibre été provoquée par une modification de la surface des fibres par un traitement alcalin en utilisant une solution de NaOH à 6%. Ils ont constaté qu'il ya une amélioration de la résistance à la flexion, module de flexion et la résistance au choc des matériaux composites avec des fibres traitées par rapport aux composites avec des fibres non traitées. Tandis que l'utilisation d'un agent comptabilisant polystyrène-block-poly(éthylène-ran-butylène)-block-poly (styrène-greffé-anhydride maleic) a montré une amélioration de la résistance au choc seulement.

**Mohanty et al [35]** ont étudié l'influence de différentes modifications de la surface du jute sur la performance des biocomposites. Plus de 40 % de l'amélioration de la résistance à la traction a été obtenue grâce au renforcement avec du jute traité aux alcalis. La teneur en fibres de jute a également affecté les performances du biocomposite et environ 30 % en poids du jute a montré des propriétés optimales des biocomposites.

**Rozman et al [36]** ont évalué les caractéristiques structurelles et les propriétés mécaniques de composite fibre de coco-polypropylène. Ils ont analysé la variation de la résistance à la flexion en fonction de la fraction de masse des fibres de coco et de la pression de moulage. Les résultats obtenus pour la résistance à la flexion ont permis de comparer les performances techniques des composites avec celles d'autres matériaux conventionnels.

**Bledski & Gassan, [37] ; John & Thomas, (2007) [38]** ont observé que la composition chimique des fibres naturelles est modifiable. Les principaux constituants des fibres lignocellulosiques sont la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. La cellulose peut être considérée comme un polymère linéaire constitué de liaisons glucose-bêta 1,4- glycosidique. La structure linéaire et organisée de la cellulose permet la formation de régions cristallines, présentant de bonnes propriétés, qui se reflètent dans la rigidité des fibres naturelles. L'hémicellulose, autre composant présent en quantités importantes, possède quelques unités répétitives composées de sucres, une structure ramifiée et des propriétés inférieures à celles de la cellulose. La lignine présente une structure complexe, étant un polymère amorphe constitué de groupes aliphatiques et aromatiques et possède également des propriétés mécaniques inférieures à celles de la cellulose, et que dans la plupart des fibres naturelles, les microfibrilles sont orientées par rapport à l'axe de la fibre, présentant un angle typique. Plus la quantité de cellulose est élevée et plus l'angle formé entre les microfibrilles de cellulose dans la fibre est petit, plus les valeurs du module d'élasticité des fibres naturelles sont élevées.

Les propriétés mécaniques d'un composite renforcé de fibres naturelles dépendent de nombreux paramètres, tels que la résistance, le module, la longueur et l'orientation des fibres, en plus de la résistance de la liaison interfaciale entre les fibres et la matrice. Une forte liaison d'interface fibre-matrice est essentielle pour les propriétés mécaniques élevées des composites. Une bonne liaison interfaciale est nécessaire pour un transfert efficace des contraintes de la matrice à la fibre, ce qui permet d'utiliser au maximum la résistance de la fibre dans le composite. La modification de la fibre améliore également la résistance à la dégradation de l'interface et des propriétés du composite induite par l'humidité [39]. En outre, des facteurs tels que les conditions/techniques de transformation ont une influence significative sur les propriétés mécaniques des composites renforcés de fibres. Les propriétés mécaniques des fibres naturelles, en particulier le lin, le chanvre, le jute et le sisal, sont très bonnes et peuvent concurrencer la fibre de verre en termes de résistance et de module spécifiques [40].

**D. Maldas et al [41]** ont étudié l'effet de renforcement de polystyrène PS par les fibres de bois avec des taux de chargement différent. Les résultats de leurs études indiquent que les agents de couplage : iso cyanate (poly[méthylène(polyphony iso cyanate)]) (PMPPIC) et silanes : Vinyltri(2-Methoxyethoxy) silane (A-172) et Gamma Methacryloxypropyltrimethoxy silane (A-1100) jouent un rôle important dans l'amélioration des propriétés mécaniques des composites thermoplastiques contenant des fibres de cellulose. Lorsqu'ils ont comparé l'efficacité de différents agents de couplage et les traitements, ont constaté que le revêtement suivie d'un traitement isocyanate est le plus efficace.

**I. Naghmouchi et al [42]** Le but de son travail est la possibilité d'utiliser la farine de grignon d'olive (FGO) comme charge pour le polychlorure de vinyle (PVC), avec une teneur en charge jusqu'à 50% en poids. Les matériaux composites PVC-FGO obtenues présentent une plus grande rigidité que le PVC pur, l'ajout de FGO réduit la résistance mécanique et les propriétés d'impact des composites. Par exemple, à 40% de charge, la résistance à la traction et la résistance au choc ont été réduites d'environ 30% et 80%, respectivement, par rapport à la matrice PVC pur. Les composites PVC-FGO pourront être utilisé dans plusieurs applications, telles que la construction, l'industrie automobile, ainsi que dans le jardinage.

**C. Nah et al [43]** ont travaillé sur les propriétés mécaniques des composites PP/fibre de jute, la surface de la fibre a été modifiée par un organo-silane. Des composites à différentes concentration de la fibre (1, 5,10 et 15%) ont été élaborés. Les résultats de cette étude révèlent :

Une augmentation du module de Young avec l'augmentation du taux de la fibre que ça soit pour les composites traités ou non traités, par contre une légère amélioration pour les traités comparés aux non traités. Cette amélioration est due principalement à une bonne dispersion, provoquant ainsi une meilleure adhésion fibre/matrice après traitement, avec formation de liaisons chimiques entre la partie hydrophobe du silane et la surface de la matrice et la partie hydrophile avec la surface de la fibre. Le module de perte est attribué à la mobilité des molécules et parfois considéré comme la température de transition vitreuse du matériau. Pour le PP vierge le pic est enregistré comme Tg à 118°C, il grimpe à 158°C avec l'addition de la fibre de jute non traité, et il a décalé vers des températures plus élevées avec l'ajout de la fibre traitée avec le silane. Ceci est dû à l'immobilisation des

molécules du polymère, en raison d'une adhésion interfaciale améliorée, et par conséquent amélioration de la Tg des composites.

**Alain Dufresne et al [44]** ont étudié la réaction d'estérification de la surface des fibres lignocellulosiques par deux types d'halogénures d'acides, le chlorure octadécanoyl et le chlorure dodécanoyl. Des composites à matrice PEBD ont été élaborés à différents taux de la fibre (5, 15 et 30%). Il est apparu clairement que la modification chimique a permis d'améliorer l'adhésion interfaciale et d'obtenir une bonne dispersion de la fibre dans la matrice. Ils ont aussi constaté une augmentation du taux d'adsorption d'eau avec l'augmentation du taux de chargement de la fibre, les composites traités révèlent une meilleure résistance à l'eau comparés aux non traités. Toute fois les composites à fibres traitées ne montrent pas une amélioration des performances mécaniques par rapport aux non modifiés, ce résultat peut être attribué à la forte baisse du degré de polymérisation.

**Magnus Bengtsson et al [45]** ont étudié l'effet du traitement chimique de la farine de bois par les silanes sur les propriétés des composites PEHD/FB. L'élaboration des composites a été effectué au moyen d'une extrudeuse à double vis. Afin de mener à bien cette étude, ils ont établi deux modes de traitement. Tout d'abord, ils ont réalisé une réaction de greffage sur le polyéthylène par voie fondue où ils ont employé le dicumyl peroxyde comme amorceur de réaction radicalaire (ce type de traitement conduit à l'obtention de composites réticulés).

D'autre part, Ils ont étudié un autre traitement chimique de surface de la farine de bois en utilisant le même agent de couplage afin d'avoir des composites non réticulés. A la lumière de leurs résultats, ils ont pu tirer les observations suivantes :

La résistance au fluage et l'élongation à la rupture étaient plus importantes pour les composites réticulés que dans le cas des composites non réticulés où la résistance au fluage a augmenté avec l'augmentation du taux de charge de la FB, qui passe de 0 à 39 %. De plus, la dureté des composites réticulés a également augmenté, ce qui est probablement provoquée par une amélioration de l'adhésion interfaciale entre les deux phases. En outre, le module de flexion semble être inférieur dans le cas des composites réticulés, cette diminution du module de flexion pourrait être expliquée par la diminution du taux de cristallinité pour ce type de composites, mais aussi par la plastification des silanes non réagis.

**Haydaret Beg. [46]** ont présenté un travail concernant l'effet du traitement et du taux de fibres (10-40% en poids) sur les propriétés du composite polypropylène renforcé par des fibres de coco unidirectionnel. Le traitement des fibres a été effectué par l'acide stéarique. Les résultats obtenus ont montré qu'il y a une amélioration de la contrainte à la rupture, le module d'élasticité et la résistance au choc avec l'augmentation du taux de fibres. Mais pour les composites à un taux de fibres de 40%, ses propriétés ont diminué. Pour un taux de fibres élevé, le matériau devient rugueux et la surface présente des ruptures. Ce qui fragilise le système et provoque une diminution des propriétés mécaniques. Les résultats trouvés ont montré aussi que le taux d'absorption d'eau dans les composites a augmenté avec le taux de fibres.

D'autre part, le traitement des fibres par l'acide stéarique a contribué à une augmentation des propriétés mécaniques et de la température de cristallisation, avec une décroissance du taux d'absorption d'eau des composites. Ceci a été attribué à l'amélioration de l'adhésion interfaciale sous l'effet du traitement. Les micrographies des surfaces fracturées ont montré une meilleure adhésion entre la fibre et la matrice après le traitement avec l'acide stéarique.

**Stark et Rowlands [47]** ont examiné l'influence des différents taux d'humidité relative (30%, 56% et 90%) sur les propriétés mécaniques (résistance en traction, résistance en flexion et résistance d'impact) des composites fabriqués à partir de PP avec 20% et 40% de farine de bois. Il a été conclu que l'augmentation du contenu en bois favorise l'absorption d'humidité et pourrait causer plus de diminution des propriétés mécaniques.

Ce résultat est confirmé par celui de **Lin et al [48]** qui ont examiné l'influence de l'absorption de l'humidité sur les propriétés mécaniques des composites formés par des fibres de bois et du PP.

**S. Mishra et al. [49]** ont étudié l'effet de l'utilisation des fibres de la banane, du chanvre, et de sisal comme charges pour le renforcement des composites de polystyrène avec des taux de 55/45, 50/50, 45/55, 40/60 en poids (fibre/ matrice). Les fibres naturelles ont été traités avec de l'anhydride maléique.

Le module d'Young, module de flexion, résistance aux chocs et la dureté Shore- D ont tous diminué avec l'augmentation de la teneur en fibres non traité dans les matériaux composites. Tandis que la contrainte à la traction et la contrainte à la flexion ne montrent pas une tendance spécifique avec l'augmentation de la teneur en fibres dans les matériaux

composites. Les composites en fibres de sisal présentent la plus forte résistance mécanique pour tous les rapports.

Le traitement des fibres par l'anhydride maléique améliore les propriétés mécaniques, telles que son module d'Young, le module de flexion, contrainte à la traction, contrainte à la flexion, résistance aux chocs et la dureté Shore-D par rapport aux composites de fibres non traitées. Elle est due au phénomène de l'estérification de fibres.

**Freire et al [50]** ont étudié les propriétés mécaniques, morphologiques et l'absorption d'eau des composites polyéthylène basse densité chargé de fibres cellulosiques non modifiées et modifiées par estérification avec des acides hexanoïque, dodecanoïque, octadecanoïque et docasanoïque. La modification de la surface des fibres améliore l'adhésion interfaciale avec la matrice polymérique, augmente les propriétés mécaniques et diminue le taux d'absorption d'eau.

D'après **Yin et al [51]**, la résistance en traction du composite PVA/amidon augmente jusqu'à 2% acide borique, puis diminue. L'augmentation de la quantité d'acide borique améliore la réticulation entre le PVA et l'amidon et donc renforce la liaison entre les deux types de molécules, ce qui conduit à une augmentation de la résistance en traction du film. Toutefois, lorsque la quantité d'acide borique est trop élevée, le film devient fragile, et la résistance en traction et l'allongement du film diminuent.

Les résultats de **Dipa Ray et [52]** montrent que le module élastique diminue quand le taux d'amidon augmente de 50% à 60%. D'après eux, l'augmentation du taux de PVA dans la matrice entraîne une diminution du taux de cristallinité dû à l'amidon granulaire et donc un module plus faible. L'augmentation de la teneur de l'amidon conduit aussi à une augmentation de la capacité d'absorption de l'eau et de la biodégradation.

**F. Vilaseca et al [53]** ont étudié les composites élaborés à partir des fibres de jute et d'amidon. Les résultats montrent que la contrainte à rupture augmente de 35, 54 à 68% pour les composites comprenant 10, 20 et 30% (en poids) respectivement de fibres non traitées. Le module d'Young des composites, quant à lui, augmente de 80, 180 et 310% pour les composites renforcés respectivement avec 10, 20 et 30% (en poids) de fibres non traitées.

**A. Djoudi et al [54]** ont étudié le renforcement de plâtre avec les fibres végétales du palmier (dattier). Les résultats montrent que l'augmentation de la fraction massique des fibres du palmier incorporées fait accroître la ductilité du matériau, les meilleurs résultats sont obtenus pour 1,5% en masse de fibres. Par contre la densité décroît à cause de l'augmentation du volume de vide crée par l'ajout des fibres dans la matrice. Les fibres végétales changent complètement le comportement rhéologique du matériau et augmentent considérablement sa résistance à la flexion et le rend moins fragile en améliorant son seuil de fissuration.

**Panaiteescu et al [55]** ont étudié l'effet du taux de la charge sur les propriétés mécaniques du composite PP/fibres de sisal, et ont montré que la résistance à la traction et le module d'élasticité en traction augmentent avec le taux des fibres de sisal. Le module d'élasticité devient double dans le domaine de concentration 0, 5, 10, 15, 20, et 25%. L'augmentation du pourcentage de renforts lignocellulosiques améliore quasi systématiquement les performances mécaniques des composites bois/polymère. Cependant, une trop grande quantité de bois implique une adhésion plus difficile qui conduit à une baisse de performance dans certains cas. Il faut aussi souligner, qu'il existe une proportion de renfort au-delà de laquelle des difficultés majeures apparaissent, notamment au niveau du mode de fabrication.

**Souad Djellaliet al [56]** ont étudié la biodégradation des films PEBD chargés avec deux types d'amidon, amidon du blé et amidon soluble (taux d'amidon allant de 0 à 15 %) enfouis dans le sol d'une décharge publique. La biodégradation a été estimée par la perte de masse, taux de cristallinité, la variation de l'allongement à la rupture et en utilisant IRTF comme technique d'analyse. Ils ont constaté que la perte de masse a augmenté de 55 à 60% pour PEBD/ blé et à 80% pour PEBD/ amidon soluble pendant 360 jours. Concernant le taux de cristallinité ils ont observé qu'il augmente avec le taux d'exposition. Ils ont remarqué que l'allongement à la rupture a diminué avec le temps d'enfouissement tel que le PEBD/blé (6 à 15%) a diminué de 6% à 15 % respectivement et dans le cas de PEBD/ amidon soluble (15%) a diminué de 50%.

**Beg. M. D.H [57]** a étudié des composites polypropylène/fibres de kraft (10 à 60% en poids de fibres) contenant du polypropylène modifié par l'anhydride maléique (MAPP) comme agent de couplage (1 à 4% en poids). Le résultat optimal est obtenu avec 50% en poids de fibres et 3% en poids de MAPP. La contrainte augmente avec la teneur en fibres

jusqu'à 50% en poids de fibres, mais une diminution est observée pour 60% en poids de fibres, qui pourrait être due à l'augmentation de la viscosité, résultant en une mauvaise répartition des fibres. Le module d'Young augmente avec la teneur en MAPP jusqu'à 4% en poids, bien que la différence de module entre 3 et 4% en poids de MAPP soit minime. Il en est de même pour la contrainte. Par conséquent, 3% en poids de semble être la quantité optimale. L'augmentation de la contrainte et du module élastique des échantillons contenant du MAPP semble être due à une meilleure liaison interfaciale.

*Les références bibliographiques*

- [1] M. J. John, R. D. Anandjiwala, *Recent Developments in Chemical Modification and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Composites*, Polymer Composites, 187-207 (2008).
- [2] Kasliwal, S. G., Jones, J. W. Misturadores contínuos realizam boa formulação de termoplásticos com fibras naturais. *Revista Plástico Industrial*, São Paulo, n.83, p. 110-121, jul. (2005).
- [3] Mansur M. A and Aziz M. A, « Study of Bamboo-Mesh Reinforced Cement Composites » *Int. Cement Composites and Lightweight Concrete* , 5(3), 1, pp. 165–171, (1983).
- [4] Fidelis, M. E. A., Pereira, T. V. C., Gomes, O. F. M., Silva, F. A., Filho, R. D. T. « The effect of fiber morphology on the tensile strength of natural fibers ». *Journal of Materials Research and Technology*.;2(2):149–157. ( 2013).
- [5] Schneider JP, Karmaker AC. *J Mater Sc*;15:201. (1996).
- [6] Ishizaki, M. H., Furtado, C. R. G., Leite, M. C. A. M., Leblanc, J. L. « Caracterização Mecânica e Morfológica de Compósitos de Polipropileno e Fibras de Coco Verde: Influência do Teor de Fibra e das Condições de Mistura. *Polímeros* », *Ciência e Tecnologia*, vol. 16, n° 3, p. 182-186, (2006).
- [7] J.W. Kim, D. P. Harper, A. M. Taylor, « Effect of wood species on the mechanical and thermal properties of wood plastic composites », *J. App. Polym. Sci*, 112, 1378-1385 (2009).
- [8] B. A. Acha, M. M. Reboredo, N. E. Marcovich, «Effect of coupling agents on the thermal and mechanical properties of polypropylene–jute fabric composites», *Polym. Inter*, 55, 1104–1113 (2006).
- [9] T. T. L. Doan and all, «Jute /PP composites, Effect of matrix modification», *Compos. Sci. Tech*, 66, 952-963 (2006).

- [10] H. S. Yang, M. P. Wolcott, H. S. Kim, S.Kim, H. J. Kim, «Properties of lignocellulosic material filled PP biocomposites made with different manufacturing processes», *Polym Testing*, 25, 668-676 (2006).
- [11] A. K. Bledzki, M. Letman, A. Viksne, L. Rence, «A comparison of compounding processes and wood type for wood fiber-PP composites», *Compos, Part A*, 36, 789-797 (2005).
- [12] K. L. Yam, B. K. Gogoi, C. C. Lai, S. E. Selke, «Composites from compounding wood fibers with recycled high density polyethylene», *Poly. Eng. Sci*, 30, 693-699 (1990).
- [13] Geethamma VG, Kalaprasad G, Gabriel G. « Dynamic mechanical behavior of short coir fiber reinforced natural rubber composites ». *Composites*;36:1499–506, (2005).
- [14] S.V. Prasad, C. Pavithram, P.K. Rohatgi, « Alkali treatment of coir fibres for coir–polyester composites », *J. Mater. Sci.* 18, 1440, (1983).
- [15] S.V. Prasad, C. Pavithram, P.K. Rohatgi, « Alkali treatment of coir fibres for coir–polyester composites », *J. Mater. Sci.* 18, 1443, (1983).
- [16] C.A.S. Hill, H.P.S.A. Khalil, « The effect of environmental exposure upon the mechanical properties of coir or oil palm fiber reinforced composites », *J. Appl. Polym. Sci.* 77 ,1322. (2000).
- [17] Satyanarayana, K. G., Guimarães, J. L., Wypych, F. « Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part I – Source, production, morphology », properties and applications. *Composites: Part A*, 38, 1694–1709, (2007).
- [18] Frank R. R., « Bast and other fibers », Woodhead Publishing, (2005).
- [19] Dias, R. P., Sousa J. L. A. O., Almeida, L. C. « Aplicação da técnica de correlação de imagens digitais à análise experimental de estruturas de concreto armado ». XX Congress of undergraduate research of University of Campinas, (2012).
- [20] Wambua, P., Ivens, J., Verpoest, I. *Compos. Sci. Tech.*; 64: 1259-1264 , (2003).
- [21] Li, X., Tabil, L. G., Panigrahi S. J. *Polym. Environ*; 15:25-33 (2007).

- [22] Mulinari, D. R., Baptista, C. A. R. P., Souza, J. V. C., Voowall, H. J. C. « Mechanical Properties of Coconut Fibers Reinforced Polyester Composites ». *Procedia Engineering* 10 2074–2079, **(2011)**.
- [23] D. Maldas, B. Kokta C. Daneault, « Influence of coupling agents and treatments on the mechanical properties of cellulose fiber- polystyrene composites », *Journal of Applied Polymer Science*, 37; 751-775, **(1989)**.
- [24] K. C. Nair, R. P. Kumar, S. Thomas, S. C. Shit, K. Ramamurthy, Rheological behavior of short sisal fiber-reinforced polystyrene composite, *Composites Part A: Applied science and Manufacturing*, 31 : 1231-1240, **(2000)**.
- [25] H. Dijdjelli, D. Benachour, A. Boukerrou, O. Zefouni, J. Martinez-Véga, J. Farenc, M. Kaci, Thermal, « dielectric and mechanical study of poly (vinylchloride)/olive pomace composites », *Express Polymer Letters*; 1: 846-852, **(2007)**.
- [26] Mutjé, P., Vallejos, M.E., Girones, J., Vilaseca, F., Lopez, A., Lopez, J.P., Mendez, J.A. «Effect of maleated polypropylene as coupling agent for polypropylene composites reinforced with hemp strands», *Journal of Applied Polymer Science*, 102, 833-840, **(2006)**.
- [27] Schneider JP, Karmaker AC. *J Mater Sc*;15:201. **(1996)**.
- [28] Casaurang M, Herrera P, Gonzalez I and Aguilar V. M, “Physical and mechanical properties of henequen fibers”, *Journal of Applied Polymer Science*, 43, pp. 749- 756. **(1991)**.
- [29] Ahmed E. M, Sahari B, Pedersen P. Non-linear behaviour of unidirectional filament wound COTFRP, CFRP, and GFRP composites. In: *Proceedings of World Engineering Congress, WEC 99, Mechanical and Manufacturing Engineering*, Kuala Lumpur, p. 537–43. **(1999)**.
- [30] Fuad MYA, Rahmad S, Azlan MRN. Filler content determination of bio- based thermoplastics composites by thermogravimetric analysis In: *Proceedings of the Fourth International Conference on Advances in Materials and Processing Technologies*, 98, Kuala Lumpur, p. 268–75. **(1998)**.

- [31] A. F. Koutsomitopoulou, J. C. Bénézet, A. Bergeret, G. C. Papanicolaou, Preparation and characterization of olive pit powder as a filler to PLA-matrix bio-composites, *Powder Technology*, 255 : 10–16 (2014).
- [32] A. Zizumbo, A. Licea-Claverie, E. « Lugo-Medina, E. García-Hernández, D. Madrigal, R. Zizumbo, Polystyrene composites prepared with polystyrene grafted-fibers of sugarcane bagasse as reinforcing material », *Journal of the Mexican Chemical Society*, 55: 33–41 (2011).
- [33] M. Poletto, M. Zeni, A. J. Zattera, « *Effects of wood flour addition and coupling agent content on mechanical properties of recycled polystyrene/wood flour composites* », *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 25: 821–833 (2011).
- [34] D. Bachtiar, S. M. Sapuan, A. Khalina, E. S. Zainudin, K. Z. M. Dahlan, *Flexural and impact properties of chemically treated sugar palm fiber reinforced high impact polystyrene composites*, *Fibers and Polymers*, 13: 894–898 (2012).
- [35] Mohanty, A.K., M.A. Khan and G. Hinrichsen.. Influence of chemical surface modification on the properties of biodegradable jute fabrics- polyester amide composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 31(2):143- 150, (2000).
- [36] Rozman, H. D., Tan, K. W., Kumar, R. N., Abubakar, A., Ishak, Z. A. M., Ismail, H. Theeffect of lignin as a compatibilizer on the physical properties of coconut fiber/polypropylene composites. *European Polymer Journal* 36 1483-1494, (2000)
- [37] Bledski, A. K., Gassan, J. Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress in Polymer Science*. 24 221–274. (1999).
- [38] John, M. J., Thomas, S. *Carbohydrate Polymers* 2007, doi:10.1016/j.carbopol (2007).
- [39] Karnani R, Krishnan M and Narayan R, “Biofiber-reinforced polypropylene composites” *Polymer Engineering and Science*, 37 (2), 476-483. (1997).

- [40] Joseph K, Mattoso L. H. C, Toledo R. D, Thomas S, Carvalho L.H. de, Pothen L, Kala S and James B, "Natural fiber reinforced thermoplastic composites. In Natural Polymers and Agrofibers Composites", ed. E. Frollini, 159-201, (2000).
- [41] M. Tajvidi, G. Ebrahimi, «Water uptake and mechanical characteristics of natural filler–polypropylene composites», Journal of Applied Polymer Science, 88, 941-946, (2003).
- [42] S. Mishra, J. B. Naik, «Effect of Treatment of Maleic Anhydride on Mechanical Properties of Natural Fiber: Polystyrene Composites, Polymer-Plastics », Technology and Engineering, 44, 663–675, (2005).
- [43] Russo P., Carfagna C., Cimino F., Acierno D., Persico P. « Biodegradable composites reinforced with Kenaf fibers: thermal, mechanical, and morphological issues », Advances in Polymer Technology, 32, 313–322, (2013).
- [44] Daniel Pasquini, Eliangela de Morais Teixeira, Antonio Aprigio da Silva Curvelo, Mohamed Naceur Belgacem, Alain Dufresne, «*Surface esterification of cellulose fibres: processing and characterisation of low-density polyethylene/cellulose fibres composites*», Composites Science and Technology, 68, 193-201, (2008).
- [45] I. Naghmouchi, P. Mutjé, S. Boufi, «*Polyvinyl chloride composites filled with olivestone flour: Mechanical, thermal, and water absorption properties*», Journal of Applied of Polymer Science, 131, 41083, (2004).
- [46] H. U. Zaman et M. D. H. Beg, « Effect of Coir fiber content and compatibilizer on the properties of unidirectional Coir fiber/polypropylene composites », Fibers and Polymers, 15, 831-838, (2014).
- [47] NM. Stark, R. E. Rowlands, «Effects of wood fiber characteristics on mechanical properties of wood/polypropylene composites», Wood and fiber science, 35, 167-174, (2003).
- [48] Q. Lin, X. Zhou, G. Dai, «Effect of hydrothermal environment on moisture absorption and mechanical properties of wood flour-filled polypropylene composites», Journal of Applied Polymer Science, 85, 2824-2832, (2002).

- [49] S. Mishra, J. B. Naik, «Effect of Treatment of Maleic Anhydride on Mechanical Properties of Natural Fiber: Polystyrene Composites, Polymer-Plastics », *Technology and Engineering*, 44, 663–675, (2005).
- [50] Yeping Yin, Jianfang Li, Yingchun Liu, Zhong Li, *Starch Crosslinked with Poly(vinyl alcohol) by Boric Acid*, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 96, 1394-1397, (2005).
- [51] Dipa Ray, Suparna Sengupta, Siba P. Sengupta, Amar K. Mohanty, Manjusri Misra, *A Study of the Mechanical and Fracture Behavior of Jute-Fabric-Reinforced Clay-Modified Thermoplastic Starch-Matrix Composites*; *Macromol. Mater. Eng.* 292, 1075-1084, (2007).
- [52] F. Vilaseca, J.A. Mendez, A. Pèlach, M. Llop, N. Canigueral, J. Gironès, X. Turon, P. Mutje, *Composite materials derived from biodegradable starch polymer and jute strands*, *Process Biochemistry* 42, 329-334, (2007).
- [53] A. Djoudi, M.M, Khenfer, A. Bali, *Etude d'un nouveau composite en plâtre Renforcé avec les fibres'' du SBEIDCO – 1st International Conférence on Sustainable Built Environment Infrastructures in Developing Countries ENSET Oran (Algeria) - October 12-14, (2009).*
- [54] D. M. Panaitescu et al, *L'effet de l'interface dans les composites de fibres naturelles et de matières plastiques*, *Revue Roumaine de Chimie*, 52, 409–414, (2007).
- [55] S. Nekkaa, M. Guessoum et N. Haddaoui. *Water absorption behavior and impact properties of spartium junceum fiber composites*. *International Journal of Polymeric Materials*, 58, 468-481, (2009).
- [56] Souad Djellali, Nassima. Benmahmoud, Tahar Sadoun, *Biodegradation of low density polyethylene/starch films exposed to soil burial*, *Annales de Chimie Science des Matériaux*, 1, 41- 48, (2009).
- [57] Mohammad Dalour Hossen Beg, «*The Improvement of Interfacial Bonding, Weathering and Recycling of Wood Fibre Reinforced Polypropylene Composites*», Thèse de doctorat, University of Waikato, Hamilton, New Zealand, (2007).

**Chapitre III**  
**MATERIAUX ET**  
**TECHNIQUES**  
**EXPERIMENTALES**

## CHAPITRE III

## MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

*Ce chapitre sera consacré à la présentation des différents matériaux utilisés pour l'élaboration des composites à savoir la charge, la matrice utilisée ainsi que les caractéristiques de chacune d'elles, les procédés utilisés pour la préparation des échantillons et les différentes techniques d'analyse seront également présentées.*

## III.1 Matériaux utilisés

## III.1.1 Polyéthylène haut densité (PEHD) :

Le polymère utilisé est le polyéthylène haute densité de type PEHD 5502, produit par le complexe CP2K (Skikda), commercialisé sous forme de poudre d'une couleur blanche, comme l'indique la **Figure III.1**.



**Figure III.1:** Photo représentatif du PEHD poudre.

Les différentes caractéristiques de ce polymère sont représentées sur le **tableau III.1**.

**Tableau III.1 :** Principales caractéristiques du PEHD (5502).

Propriétés	Unité	Valeur
Indice de fluidité (2,6 kg /190 °C)	g/10 min	0,6
Densité (à 23°C)	g/cm	0,9555
Dureté	Shore D	80,33
Résilience (à 23°C)	J/m	0,222
Température de ramollissement	°C	123

### III.1.2 Les fibres de noix de coco (FNC)

Dans cette étude, la fibre de coco utilisée comme charge naturelle est issue de cocotier, elle est récupérée après le broyage de la fibre de coco. Ensuite, nous faisons une analyse granulométrique au niveau du laboratoire de Génie civil de l'université 20 Août 1955-Skikda, en utilisant une tamiseuse automatique de type AS200 BASIC, pendant 15min, pour sélectionner une fraction inférieure à  $500\mu\text{m}$  ( $<500\mu\text{m}$ ).



**Figure III.2:** Les fibres de noix de coco.

## III.2 Techniques expérimentales

### III.2.1 Préparation des composites PEHD/Fibre de noix de coco

La préparation des matériaux composites est une étape importante. Le procédé et les paramètres de mise en œuvre conditionnent les propriétés finales du matériau. La technique utilisée dans ce travail est le malaxage à l'aide d'un malaxeur à deux cylindres suivie par moulage par compression.

#### III.2.1.1 Le malaxage

Les prémélanges PEHD/FNC à différents taux des fibres de noix de coco ( 5%, 10% et 15%) sont réalisés dans un malaxeur à deux cylindres de marque IQAP LAP ( **Figure III.3**) à l'unité « CP2K, Skikda », la vitesse de rotation des deux cylindres à été fixée à 32 tr/min à une température de 170 °C. Après 12 minutes, on récupère les films des composites de 1 mm d'épaisseur qui vont servir à la préparation des différents échantillons par le procédé de moulage par compression.



**Figure III.3:** Appareil de malaxage (Malaxeur à deux cylindres).

#### III.2.1.2 Moulage par compression

Les films obtenus par malaxage sont coupés puis introduits entre les plateaux d'une presse hydraulique de marque CARVER et chauffés à une température de 190°C pendant un temps de 11min pour préparer des plaques d'épaisseur de 3mm qui serviront à la découpe des échantillons qui feront l'objet de différentes caractérisations.



**Figure III.4:** La presse hydraulique.

Les compositions massiques des différents composites élaborés PEHD/FNC sont résumées dans le **tableau III.2**.

**Tableau III.2** : Les compositions massiques des différentes formulations PEHD/FNC.

<b>Taux de fibres de noix de coco (%massique)</b>	0	5	10	15
<b>Taux de PEHD (% massique)</b>	100	95	90	85

### III.2.2 Techniques de caractérisation des matériaux composites élaborés

#### III.2.2.1 Etude des propriétés rhéologiques

##### III.2.2.1.1 Mesure de l'indice de fluidité « Le 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. Les mesures standards de l'indice d'écoulement ont été effectuées pour relier la rhéologie des formulations préparées. Le calcul de l'indice d'écoulement est une variation d'expérience rhéomètre capillaire avec un diamètre standard de 2.095 mm et une longueur de 8.00mm de la filière capillaire. La quantité de polymère forcé à travers la filière mesurée en g/10 mm d'écoulement [1]. 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 Melt Index, HLMI), fonction de la viscosité de la résine à tester. L'essai a lieu à une température de 190 °C.

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

Le MFI est un test fournissant une seule valeur de viscosité dans des conditions spécifiques, et ne permettant pas de savoir comment va se comporter la résine sous d'autres conditions, l'avantage est que c'est un test simple et rapide, c'est pourquoi il est très utilisé. C'est la mesure de la fluidité d'une résine à l'état fondu qui donne des indications sûres : la viscosité du polymère donc de sa masse molaire moyenne et la vitesse d'écoulement et d'extrusion en gramme par 10 minutes ; C'est la quantité du

polymère fondu à une température de 190 °C poussée par une charge spécifique de 2.16 kg à travers une filière capillaire de diamètre de 2.09mm.



**Figure III.5:** Appareil de mesure de l'indice de fluidité.

✓ **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.

### III.2.2.2 Etude des propriétés physiques :

#### III.2.2.2.1 Test d'absorption d'eau

Le test est réalisé selon la norme ASTM D570. Trois essais minimum sont réalisés pour des échantillons de 2 mm d'épaisseur. Les spécimens sont immergés dans l'eau distillée à pH=7 et à 23°C, sous l'agitation magnétique jusqu'à l'obtention de l'équilibre [2]. Avant l'immersion, les spécimens ont été étuvés pendant 4h à 50°C ensuite refroidis dans un dessiccateur, puis pesés ( $m_0$ ).

Un suivi périodique de la variation du poids est réalisé ( $m_t$ ) et avant chaque pesée, l'eau superficielle en excès est éliminée en essuyant l'échantillon avec du papier absorbant. Le taux d'absorption d'eau est déterminé par la relation (1) suivante : pendant 15 jours pour voir la tendance d'absorption d'eau du composite

$$\text{Th (\%)} = \frac{(m_t - m_0)}{m_0} \times 100 \quad (1)$$

Avec:

$m_0$  : La masse moyenne des spécimens avant immersion

$m_t$  : La masse moyenne des spécimens après un temps "t" d'immersion

#### III.2.2.2.2 Détermination de la densité :

La densité apparente est mesurée par la méthode pycnométrique, selon la norme NFT51-063. L'eau distillée est le solvant de déplacement utilisé qui assure une bonne mouillabilité de l'échantillon.



Figure III.6: Pycnomètre

$$d = \frac{\rho(M_2 - M_1)}{(M_4 - M_1) - (M_3 - M_2)} \quad (2)$$

$d$  : Densité du liquide de déplacement;

$M_1$  : Poids du pycnomètre à vide;

$M_2$  : Poids du pycnomètre contenant la prise d'essai;

$M_3$  : Poids du pycnomètre contenant la prise d'essai et le liquide;

$M_4$  : Poids du pycnomètre contenant le liquide de déplacement.

### III.2.2.3 Essais mécaniques

#### III.2.2.3.1. Dureté Shore D

Le test de dureté consiste à appliquer un effort dont le but d'enfoncer un pénétrateur dans les plaques à analyser, la valeur de la dureté est relevé directement après secondes sur le duromètre Shore D (**Figure III.7**) selon la méthode d'essai MTD-DSM. Pour avoir des résultats plus précis, on a relevé les valeurs dans des zones distinctes de la plaque.



**.Figure III.7:** Appareillage de mesure de la dureté Shore D.

#### III.2.2.3.2 Essai de choc (essai Izod)

L'essai de la résistance au choc a pour but de mesurer l'énergie nécessaire pour rompre en une seule fois une éprouvette entaillée (forme d'un parallélépipède de longueur ( $L=10$  cm), largeur ( $l=1,2$ cm) est une épaisseur ( $e=3$ mm).

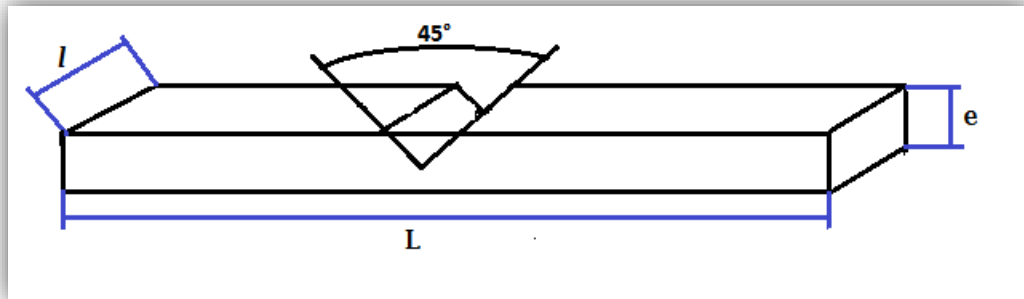


Figure III.8: Eprouvette avant le test.

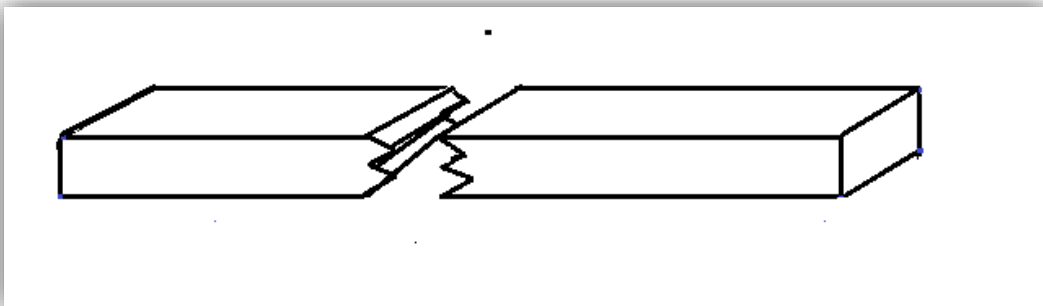
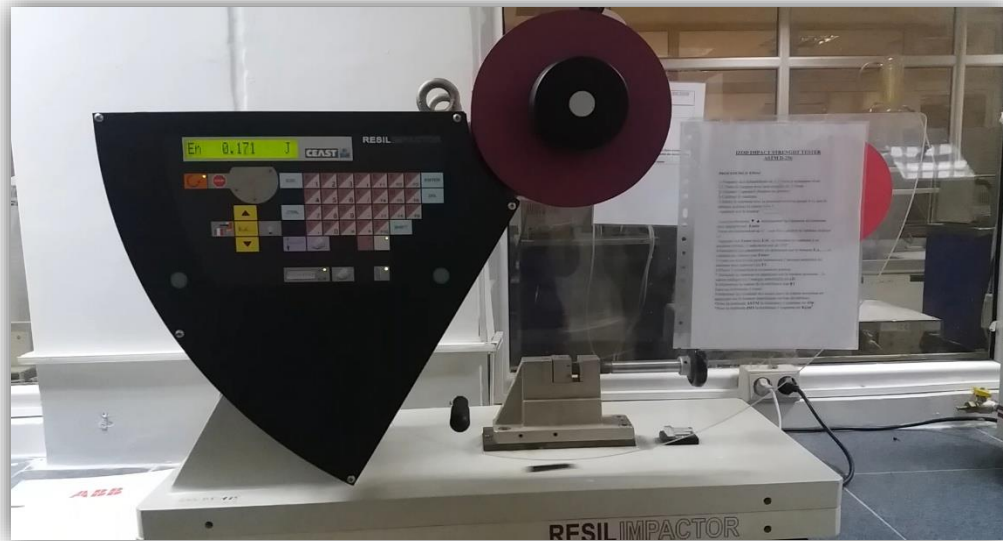


Figure III.9: Eprouvette après le test.

On utilise un mouton-pendule muni à son extrémité d'un couteau qui permet de développer une énergie donnée (7,5 JOULE) au moment du choc, un emplacement pour éprouvette et une indication de l'énergie absorbée au cours du choc. Quatre essais ont été effectués pour chaque composition de mélange. La valeur indiquée est l'énergie potentielle en joule.

$$\text{La résilience} = \text{travail}(J)/\text{épaisseur}(m)$$



**Figure III.10:** Appareillage de mesure de la résilience Izod.

#### **III.2.2.4 Caractérisation morphologique par microscopie optique**

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



**Figure III.11:** Microscope optique.

**Les références bibliographiques**

- [1] L.G.Benning, V.R. Phoenix, N. Ye and M.J. Tobin, « Molecular characterization of cyanobacterial silification using synchrotron infrared micro-spectroscopy », *Geochimica ET Cosmochimica Acta*, vol. 68, N°4, p. 729-741, (2004).
- [2] W. Wang, J. J. Morelli, *Forest Products Journal*, 54, 12, (2004).

# **Chapitre IV**

## **Résultats et discussion**

## CHAPITRE IV

### RESULTATS ET DISCUSSION

Les résultats obtenus des différents tests effectués sur les différents échantillons sont présentés et discutés dans ce chapitre. Les propriétés rhéologiques, physiques, morphologique et mécaniques ont été étudiées pour un matériau composite à base d'une matrice PEHD chargé avec 5, 10 et 15 % de fibre de coco.

#### IV.1. Caractérisation des composites PEHD/ Fibre de coco

##### IV.1.1 Caractérisation rhéologique

###### IV.1.1.1. Mesure de l'indice de fluidité (Melt Flow Index : MFI)

La variation de l'indice de fluidité des composites PEHD / fibre de coco (0%, 5%, 10% et 15%) est représentée sur la **Figure IV.1**.



**Figure IV.1:** La variation de l'indice de fluidité en fonction de taux de fibre de noix de coco.

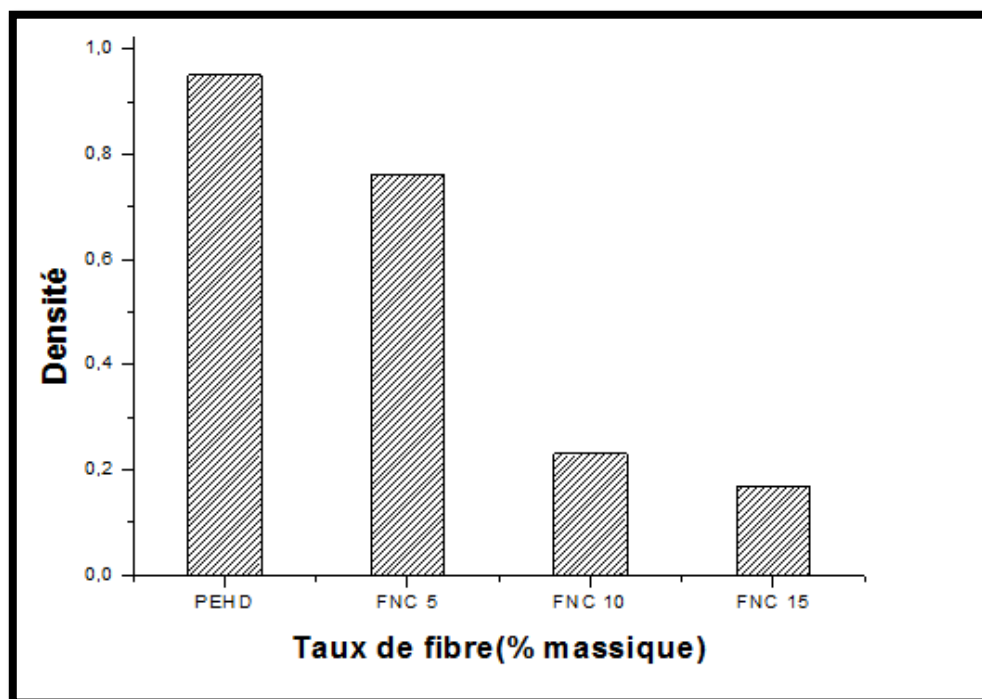
D'après la **Figure IV.1**, on constate que l'indice de fluidité pour les différents composites PEHD/FNC est inférieur à ceux de PEHD vierge. L'ajout en croissance de différent taux de fibre de noix de coco pour le PEHD est associé par une diminution de l'indice de fluidité. Cela est dû à la présence des particules solide de renfort qui peuvent constituer un obstacle

aux mouvements libres des chaînes macromoléculaires, c'est-à-dire une transformation d'un matériau souple à un matériau rigide et empêchant l'écoulement du matériau. Ces résultats concordent avec ceux trouvés par **IKHLEF.S** et **FADEL. A** [1,2].

## IV. 1. 2 Caractérisations physiques

### IV. 1. 2. 1 Densité

La faible densité du matériau lignocellulosique est l'un des avantages majeurs de son utilisation comme charge dans les composites à base de thermoplastique. La connaissance de la valeur de la densité des fibres de noix de coco permet de prévoir la masse d'une construction à base de ce matériau [3].



**Figure IV.2:** Evolution de la densité des composites PEHD/FNC en fonction de taux de fibre.

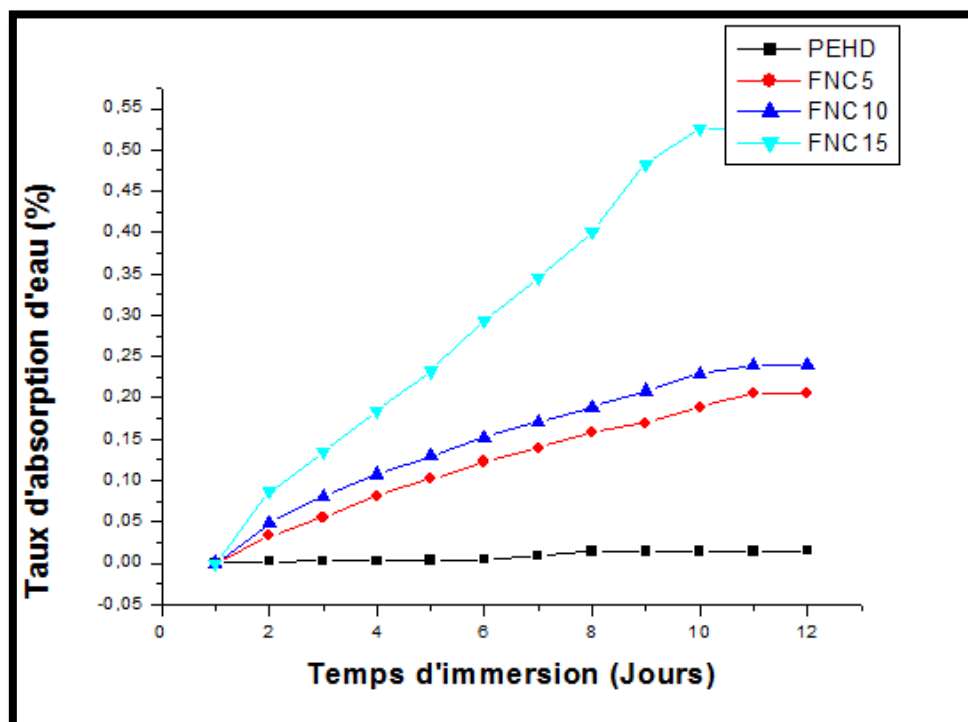
La mesure révèle que la densité des fibres de noix de coco est de l'ordre de 0.6254. A cet égard, l'incorporation des fibres de noix de coco dans le polyéthylène conduit à l'obtention de composites à faible densité.

Les profils de densité des composites PEHD/FNC diminuent au fur et à mesure que la teneur en fibre augmente en allant de 0,95 pour le PEHD vierge, 0,76, 0,23 et 0,17 pour les composites PEHD/FNC à 5%, 10% et 15% de fibres

#### IV.1.2.2 Test d'absorption d'eau

L'affinité des fibres végétales avec l'eau est l'un des inconvénients majeurs de son utilisation comme renfort dans le domaine des composites. Cette partie de l'étude est consacrée à l'effet du taux des FNC sur le taux d'absorption d'eau [4].

de noix de coco respectivement. Les résultats trouvés concordent parfaitement avec ceux de *B. DAIRI* [3].



**Figure IV.3:** Evolution du taux d'absorption d'eau de composites PEHD/FNC en fonction du temps d'immersion

L'évolution du taux d'absorption d'eau des composites PEHD/FNC à différents taux de fibre en fonction du temps, après 15 jours d'immersion dans l'eau distillée sont illustrées sur la **Figure IV.3**. On peut voir clairement sur les courbes expérimentales que l'absorption massique d'eau augmente avec le temps d'immersion et le taux de fibre incorporée dans la matrice PEHD. Ce phénomène est lié à la composition de la fibre, riche en cellulose. Cette dernière renferme dans sa structure des groupements hydroxyyles OH. Ces derniers forment

avec les molécules d'eau des liaisons hydrogènes, donc plus la teneur en fibre est élevée, plus l'absorption massique d'eau devient plus important. Pour les formulations allant de 5, 10 et 15% de fibres de noix de coco, on estime les gains en poids à 0,455%, 0,519% et 0,526% après 15 jours d'immersion dans l'eau respectivement. Ces résultats sont en accord avec les résultats observés par **B. DAIRI [3]**, **Espert et al [5]** et **Joseph et al [6]** qui ont constaté que le caractère hydrophile des fibres est responsable de l'absorption de l'eau. Pour la formulation non renforcé (PEHD Vierge), on enregistre un gain en poids que de l'ordre 0,082% en 24 h, et ne dépasse pas 0,033% après 15 jours d'immersion dans l'eau, Ce résultat est attendu, du fait que le Polyéthylène à haute densité est apolaire, ce qui lui confère le caractère hydrophobe. Ces résultats sont en accord avec ceux rapporté par **A. Blaga et al [7]**.

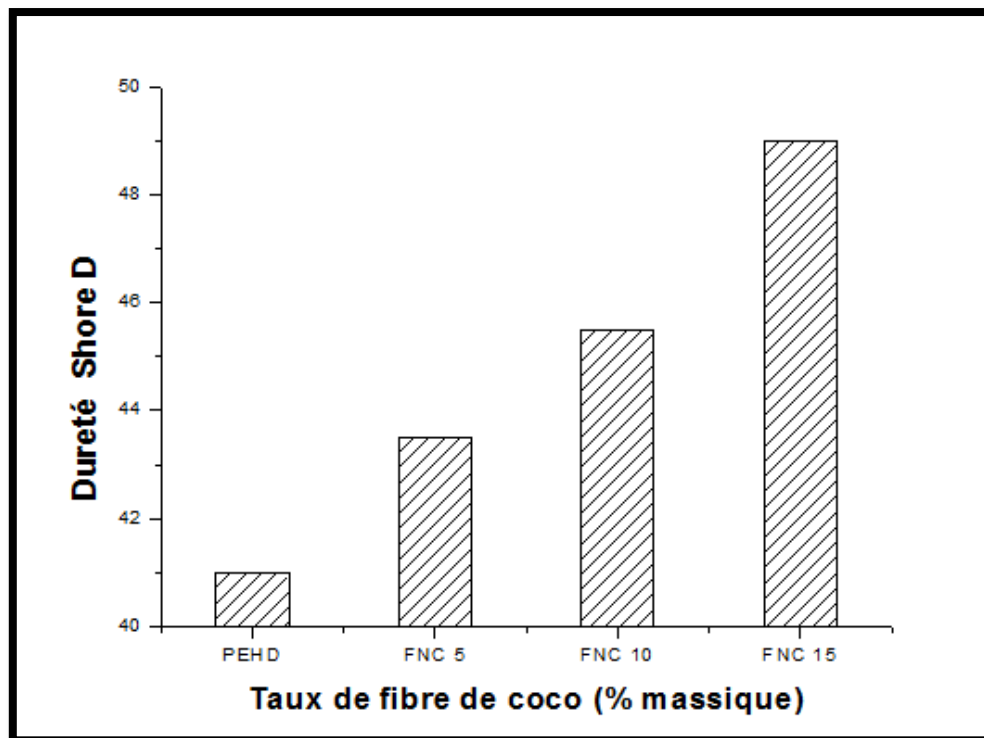
### IV.1.3 Caractérisations mécaniques

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

#### IV.1.3.1 Dureté Shore D

La dureté est une indication sur la résistance du matériau à la pénétration de l'aiguille de duromètre. Pour les matériaux composites, la dureté dépend de la distribution du renfort dans la matrice.

L'évolution de la dureté des composites PEHD/FNC en fonction de la teneur en fibre est illustrée sur la **Figure IV.4**.



**Figure IV.4:** Variation de la dureté des composites PEHD/FNC en fonction de taux de fibre.

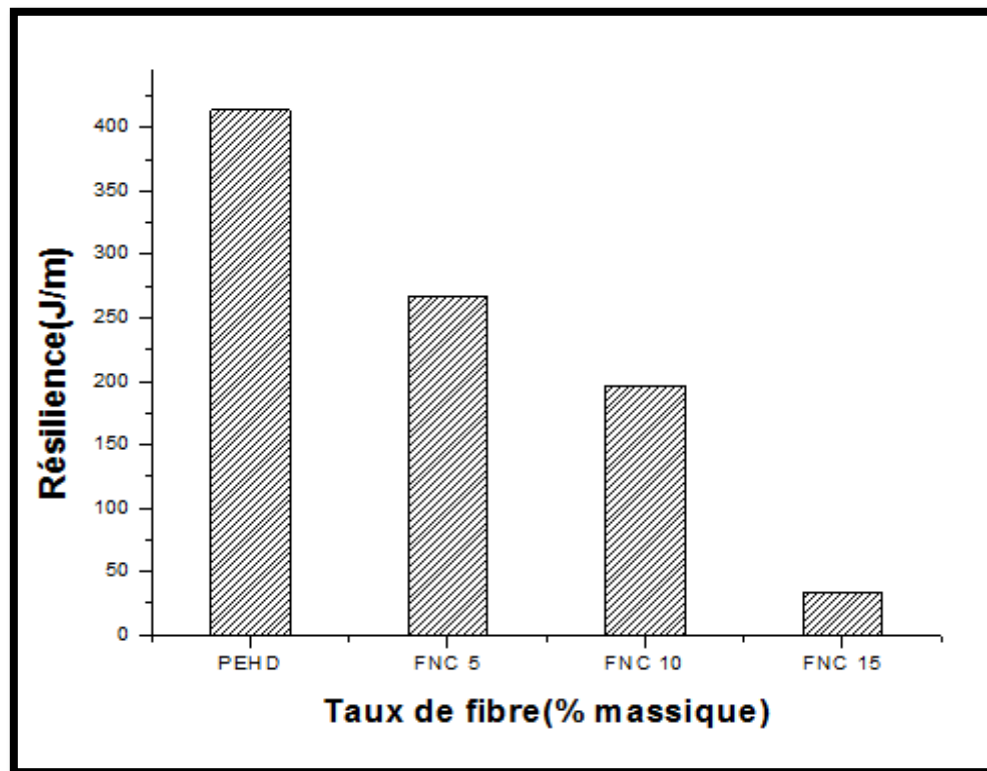
Nous pouvons observer que l'incorporation de la fibre de noix de coco dans la matrice polyéthylène haute densité (**Figure IV.4**) est accompagnée d'une augmentation de la dureté des composites PEHD/FNC. Cette augmentation est d'autant plus importante que le taux de fibre est élevé. Ces résultats sont prévisibles dans la mesure où la fibre de noix de coco est constituée de micro fibrilles de cellulose qui est classée parmi les fibres dures ce

qui se traduit par la difficulté de la pénétration de l'aiguille du duromètre dans le matériau composite. Ce résultat a été confirmé par **S.Th. Georgopoulos et al** [8].

#### IV.1.3.2 Résistance au choc (IZOD)

L'essai de résilience ou essai de choc consiste à rompre, en un seul choc, une éprouvette préalablement entaillée et à mesurer la résilience  $R$  absorbée par la rupture.

Les résultats de la résistance au choc sont illustrés sur la **Figure IV.5**.



**Figure IV.5:** Evolution de la résilience IZOD des composites PEHD/FNC en fonction de taux de fibre.

On observe que la présence de fibre de noix de coco dans PEHD fait diminuer la résilience de 413,66j/m de PEHD vierge à 266,66j/m, 196,66j/m et 34j/m pour les composites PEHD/FNC à différents taux de fibre de 5%, 10% et 15% respectivement. Ceci peut être expliqué par le fait que, l'incompatibilité entre la matrice et les fibres diminue l'adhésion entre les deux phases, ce qui fragilise le système et traduit par une diminution de la résistance aux chocs des composites. Aussi, l'addition des fibres de noix de coco qui ont une rigidité supérieure à celle du PEHD, augmente considérablement la rigidité du matériau composite, ce qui provoque également une diminution de la résistance au choc. Ces résultats s'accordent avec ceux présentés par **Petchwattana et al** [9] et **Zheng et al** [10].

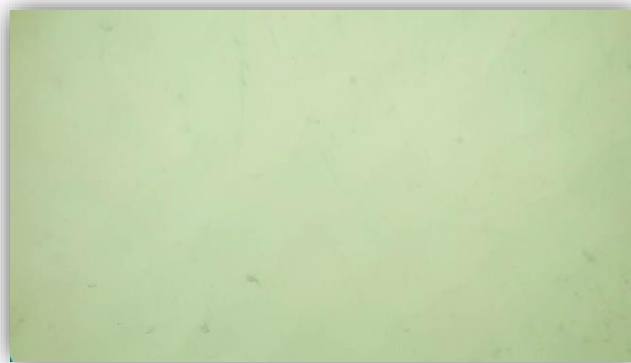
#### IV.1.4 Caractérisation de l'état de dispersion des fibres de noix de coco dans la matrice Polyéthylène haute densité

Parmi les techniques de caractérisation utilisées habituellement dans l'étude de la qualité de l'interface fibre/matrice, en particulier les fibres cellulosiques connues pour leur hydrophilie importante, et la matrice thermoplastique (Polyéthylène haute densité) hydrophobe, on retrouve les méthodes microscopiques comme la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage MEB, et récemment des méthodes plus sensibles dont la microscopie à force atomique MFA. D'autres méthodes sont également appliquées et qui s'appuient sur les conséquences engendrées par une meilleure adhésion et une bonne dispersion. Dans notre étude, nous avons utilisé la microscopie optique pour une caractérisation de la morphologie des surfaces des composites.

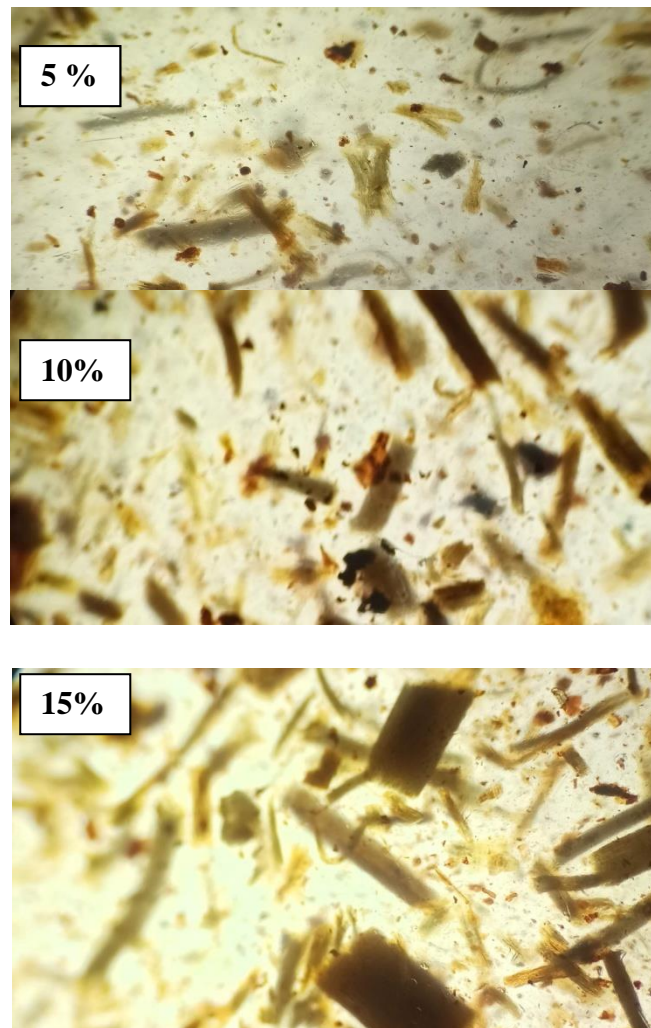
##### IV.1.4.1 Analyse de la morphologie par microscopie optique

Les changements induits par l'incorporation de 5%,10% et 15% en masse de fibre de noix de coco dans la matrice vierge du polyéthylène haute densité, sont observés par la microscopie optique. Les images obtenues pour les différentes formulations PEHD vierge, PEHD/FNC à différentes teneurs de fibre de noix de coco (5%,10% et 15%) sont représentées sur les **Figures IV.6** et **IV.7** respectivement.

La **Figure IV.6** représentant la micrographie de la surface du PEHD vierge, montre un état de surface homogène.



**Figure IV.6:** Micrographie en microscopie optique de la surface PEHD Vierge



**Figure IV.7:** Micrographie en microscopie optique des surfaces des composites PEHD/FNC à différents taux de fibres (5%,10% et 15% respectivement)

Les micrographes des composites de la **Figure IV.7** relatifs à l'incorporation de 5%, 10% et 15% en masse de la fibre de noix de coco dans la matrice PEHD, décrivent nettement une surface hétérogène, irrégulière et la présence d'agrégats de fibre de noix de coco totalement séparés de la matrice de polyéthylène haute densité .

Ces agrégats augmentent en nombre avec l'augmentation de taux des fibres de noix de coco incorporées dans la matrice du PEHD. Ceci est dû à l'incompatibilité des deux phases en raison de la faible adhésion interfaciale entre les fibres de noix de coco à caractère hydrophile et le PEHD à caractère hydrophobe.

Ces résultats sont en bonne concordance avec ceux rapportés par **El-Shekeilet et al**, **Al Maadeed et al** et **Panaitescuet al** [11-13].

### Les références bibliographiques

- [1] IKHLEF Sameh, «Etude du comportement de composites PEBD/farine de genêt d'Espagne avant et après traitement», Thèse de Magister. Université Sétif -1- (2011).
- [2] FADEL Ahlem, «Influence des diverses modifications du Genêt d'Espagne sur les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermiques de composites à matrice thermoplastique», Thèse de Magister. Université Sétif -1- (2014).
- [3] DAIRI Badrina, «Effet de la taille des fibres lignocellulosiques sur les propriétés thermiques et mécaniques des composites polychlorure de vinyle/farine de bois», Thèse de Magister. Université A. Mira Bejaïa (2010).
- [4] W. Wang, J. J. Morelli , *Forest Products Journal*, 54, 12 (2004).
- [5] A.Espert, F.Vilaplana, S.Karlsson, «Comparision of water absorption in naturel xcellulosic fibers from wood and one- year crops in polypropylene composites and its influence on their mechanical properties», *Composite Part A*, 35, 1267-1276
- [6] P. V. Josep,(2004).h, M. S. Rabello, L. H. C. Matloso, K. Joseph, S. Thomas, «Environmental effects on the degradation behaviour of sisal fibre reinforced polypropylene composites», *Composites Science and Technology*, 62, 1357-1372, (2002).
- [7] A. Balga, « *Les thermoplastiques*», CBD-158-F, IRC, Canada (1975).
- [8] S. Th.Georgopoulos,P.A. Tarantili, E. Avgerinos, A.G. Andreopoulos,E.G. Koukios, «Thermopiastic polymers reinforced with fibrous agricultural residues», *Polymer Degradation and Stability*, 90, 303-312, (2005).
- [9] N. Petchwattana, et S. Covavisaruch, « Effects of rice hull particle size and content on the mechanical properties and visual appearance of wood plastic composites prepared from Poly(vinyl chloride) », *Journal of Bionic Engineering*, 10, 110–117, (2013).

- [10] Y.T. Zheng, D.R. Cao, D.S. Wang et J.J. Chen, « Study on the interface modification of bagasse fibre and the mechanical properties of its composite with PVC », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38, 20–25, (2007).
- [11] Y.A. El-Shekeil, S.M. Sapuan, M. Jawaid et O.M. Al-Shujaa, « Influence of fibercontent on mechanical, morphological and thermal properties of kenaf fibers reinforced poly(vinyl chloride)/thermoplastic polyurethane poly-blend composites », *Materials and Design*, 58,130–135, (2014).
- [12] M. A. AlMaadeed, Z. Nógellová, M. Micušík, I. Novák et I. Krupa, « Mechanical, sorption and adhesive properties of composites based on low density polyethylene filled with date palm wood powder », *Materials and Design*, 53,29–37, (2014).
- [13] D. M. Panaitescu, M. Iorga, Z. Vuluga, D. Donescu, M. Dan, S. Serban et D. Florea, « L'effet de l'interface dans les composites de fibres naturelles et de matièresplastiques », *Revue Roumaine de Chimie*, 52,409–414, (2007).

# **Conclusion générale**

### Conclusion générale

Cette étude avait pour but d'élaborer et d'étudier des matériaux composites fibre/matrice, produits par des procédés de transformation classique (malaxage suivi d'un moulage par compression). Ces composites sont constitués d'une matrice de polyéthylène haute densité et de fibre de noix de coco de dimension inférieure à 500  $\mu\text{m}$  et avec des taux variant 5%, 10% et 15 % en poids.

Les composites obtenus sont ensuite caractérisés par la détermination des propriétés rhéologiques, physiques, mécaniques et morphologiques.

L'analyse des résultats expérimentaux nous ont permis de tirer les conclusions suivantes :

- ❖ La caractérisation rhéologique par la mesure de l'indice de fluidité a permis de déduire que :
  - L'indice de fluidité des composites PEHD/FNC a diminué en fonction de taux de fibre.
- ❖ La caractérisation physique par la mesure de taux d'absorption d'eau a permis de déduire que :
  - L'augmentation de taux d'absorption d'eau dépend du temps d'immersion et la concentration des fibres de noix de coco.
- ❖ La caractérisation mécanique des composites PEHD/FNC a permis de déduire qu'il ya :
  - Une augmentation de la dureté Shore D des composites par rapport à la valeur de PEHD vierge.
  - Une décroissance de la résilience des composites PEHD/FNC avec l'augmentation de taux de fibre.

*Perspectives*

Pour compléter et développer mieux cette étude, on recommande:

- D'améliorer l'adhésion interfaciale des composites PEHD/FNC par l'utilisation des traitements chimiques ou physiques ou par l'introduction d'un agent de couplage ou d'un agent comptabilisant.
- Etudier l'analyse morphologique par la microscopie électronique à balayage (MEB).
- Etudier les propriétés thermiques par analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) et analyse thermogravimétrique (ATG).
- Etudier la biodégradation des composites PEHD/FNC avec différents taux de fibre.
- Elaborer des matériaux composites à base de PEHD/FNC par les procédés d'extrusion et d'injection.

### Résumé

L'utilisation de fibres végétales dans l'élaboration d'un matériau composite présente de nombreux atouts tels que les impacts environnementaux faibles et les bonnes propriétés mécaniques spécifiques. L'objectif principal suivi au cours de cette étude était de développer et de caractériser un nouveau matériau composite à base des fibres lignocellulosique noix de coco et la matrice polyéthylène haute densité. Dans ce contexte, différentes formulations à base de PEHD /FNC ont été préparées avec différents taux de fibre (5, 10 et 15%). Les composites PEHD/FNC ont initialement malaxés dans une calandre avant de préparer les différentes formes d'échantillons d'une épaisseur de 3mm par compression à 190°C. Ces derniers ont été caractérisés par diverses techniques : tests rhéologiques, physiques, mécaniques et morphologique.

**Mots clés :** Les fibres de noix de coco, Polyéthylène haute densité, matériaux composites, propriétés mécaniques.

### Abstract

The use of vegetable fibres in the development of a composite material has many advantages such as low environmental impacts and good specific mechanical properties. The main objective of this study was to develop and characterize a new composite material based on coconut lignocellulosic fibres and the high density polyethylene matrix. In this context, different formulations based on PEHD/FNC were prepared with different levels of fibre (5, 10 and 15%). PEHD/FNC composites were initially kneaded in a calandria before preparing the various forms of samples with a thickness of 3mm by compression at 190°C. These were characterized by various techniques: rheological tests, physical tests, mechanical and morphological.

**Keywords:** coconut fiber, high density polyethylene, composite materials, mechanical properties.

### ملخص

إن استخدام الألياف النباتية في تطوير مادة مركبة له مزايا عديدة مثل التأثيرات البيئية المنخفضة والخصائص الميكانيكية المحددة الجيدة. كان الهدف الرئيسي لهذه الدراسة هو تطوير وتوصيف مادة مركبة جديدة تعتمد على ألياف لجوز الهند ومصفوفة البولي إيثيلين عالية الكثافة. وفي هذا السياق، أعدت تركيبات مختلفة تستند lignocellulosic في PEHD/FNC بمستويات مختلفة من الألياف (5 و 10 و 15 في المائة). تم عجن مركبات PEHD/FNC إلى البداية في كالاندريا قبل تحضير مختلف أشكال العينات بسمك 3 ملم عن طريق الضغط عند 190 درجة مئوية. تميزت هذه التقنيات بتقنيات مختلفة: الاختبارات الريولوجية والاختبارات الفيزيائية والميكانيكية و المورفولوجية. **الكلمات المفتاحية:** الياف جوز الهند بولي ايثيلين عالي الكثافة مواد مركبة الخواص الميكانيكية