



Université Mohamed Khider de Biskra

Faculté des Sciences et des Techniques

Département Génie Mécanique

MÉMOIRE DE MASTER

Domaine : Sciences et Techniques

Filière : Génie Mécanique

Spécialité : Construction Mécanique

Réf. :

Présenté et soutenu par :

Ghrib Oussama

Le : 26 Juin 2021

Elaboration et caractérisation des composites de polyéthylène/ fibres de liège

Jury :

Sedira	Lakhdar	Pr	Université de Biskra	président
Guerira	Belhi	MCA	Université de Biskra	Rapporteur
Drias	Nour Eddine	MCB	Université de Biskra	Examineur

Année universitaire : 2020- 2021

Sommaire

Liste des figures	III
Liste des tableaux	IV

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale	1
Référence	3

CHAPITRE I ; GENERALITES ET SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1.GENERALITES SUR LES MATERIAUX COMPOSITES

I.1.1.Définition

I.1.2.Le Renfort

I.1.3.Matrice

I.1.3.1.Les thermoplastiques

I.1.3.2. Les thermodurcissables

I.1.4.Classification des matériaux composites

I.2. LES POLYOLEFINES ET POLYETHYLENE SYNTHESE ET PROPRIETES

I.2.1.Les polyoléfines

I.2.2.Polyéthylène

I.2.2.1. Historique

I.2.2.2.Structure chimique et propriétés générales

I.3.Les fibres naturelles

I.3.1. Structure et composition chimique des charges végétales

I.3.1.a. Cellulose

I.3.1.b. Les hémicelluloses

I.3.1.c.Les lignines

I.3.2. Les propriétés des fibres naturelles

I.3.2.1.Caractéristiques physico-mécanique des fibres végétales

I.3.2.2. Caractéristiques thermiques et acoustiques des fibres végétales

I.3.3. Fibre de liège (origine, composition, propriétés, application)

I.3.3.1. Origine

I.3.3.2. Composition

I.3.3.3. Propriétés

I.3.3.4. Application

I.4. Interface d'un matériau composite : notion d'adhésion

I.4.1. Interface fibres végétales / polymères thermoplastiques

I.4.2. Modification des fibres végétales

I.4.2.1. Les méthodes physiques de modification de la surface

I.4.2.2. Les méthodes chimiques de modification de la surface

I.4.2.2. a. Traitement à l'hydroxyde de sodium

I.4.2.2. b. Imprégnation des fibres :

I.4.2.2. c. couplage chimique

Références

CHAPITRE II : MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET CARACTERISATION

II.1. MATERIAUX UTILISE

II.1.1. Le Polyéthylène

II.2. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

II.2.1. Préparation de fibre de liège

II.2.2. Préparation des mélanges

II.2.3. Extrusion monovis

II.2.4. Moulage des composites

II.3. TECHNIQUES DE CARACTERISATIONS

II.3.1. Analyses morphologiques par MEB

II.3.2. Essai de traction

II.3.3. Essai de flexion en trois points

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

III.1. Analyses morphologiques par MEB

III.2.Caractérisation mécanique

III.2.1. Essai de traction

III.2.1.a. Contrainte à la rupture

III.2.1.b. Allongement à la rupture

III.2.1.c. Module d'Young

III.2.2.Essai de flexion

III.2.2.a. Contrainte à la flexion

III.2.2.b. Module de flexion

Références

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Liste des Figures

- **Figure I.1** : Structure d'un matériau composite
- **Figure I.2** : Principe d'un matériau composite
- **Figure I.3**:Types de Renforts.
- **Figure I.4**: Echelle de variation de la cristallinité et de la densité du PE
- **Figure I.5**: Schéma de la polymérisation de l'éthylène
- **Figure I.6** : Les différentes architectures des PE
- **Figure I.7**: Structures schématique d'une fibre végétale.
- **Figure I.8**: Représentation de l'unité monomère de la cellulose répété en fois [9]
- **Figure I.9**: Principe aux constituants des hémicelluloses
- **Figure I.10**: Exemple générique de la molécule de la lignine
- **Figure I.11**:Les trois alcools constitutifs des lignines:(1) l'alcool coumarylique; (2) l'alcoolconiférylique ;(3) l'alcool sinapylique
- **Figure I.12**: Répartition mondiale des subéraies
- **Figure I.13**- La composition chimique du liège
- **Figure I.14**- Microparticules de liège
- **Figure I.15**: Traitement des fibres par une solution de soude
- **Figure I.16**: montre la modification chimique des fibres cellulosiques par l'acide acrylique
- **Figure II.1**: Préparation et tamisage de fibre de liège
- **Figure II.2**: Extrudeuse de type PolyLab OC
- **Figure II.3**: Principe du procédé d'extrusion
- **Figure II.4**: Plaques des composites élaborés.
- **Figure II. 5**. Un microscope électronique à balayage de type TESCAN VEGA3
- **Figure II. 6**. Machine de traction type INSTRON modèle 5969.
- **Figure II.7** : Machine d'essais mécanique de flexion trois points
- **Figure IV.1** : Micrographes MEB du polyéthylène et ces composites; (a) PE vierge, (b) PE/FL₁₀, (c) PE/FL₂₀, (d) PE/FL₂₅.
- **Figure III.2** : Evolution de la contrainte à la rupture des composites en fonction du taux des fibres de liège.
- **Figure III.3** : Evolution de l'allongement à la rupture des composites en fonction du taux des fibres de liège.
- **Figure III.4** : Evolution de module d'Young des composites en fonction du taux des

fibres de liège.

- **Figure III.5** : Evolution de la contrainte à la flexion des composites en fonction du taux des fibres de liège.
- **Figure III.6** : Evolution de module de flexion des composites en fonction du taux des fibres de liège.

Liste des Tableaux

- **Tableau II.1:** Caractéristiques de polyéthylène PE-LLD
- **Tableau II.2 :** Composition des différentes formulations

***INTRODUCTION
GENERALE***

INTRODUCTION GENERALE

La recherche pour de nouveaux matériaux a pris une place significative dans l'histoire de la technologie. Les industrialistes utilisent de plus en plus les matériaux composites avec des fibres comme des renforts. En particulier, ils ont cherché pour concevoir, développer et pour caractériser de nouveaux matériaux pour l'utilisation dans des secteurs de hautes technologies comme l'aéronautique, l'armée et dans d'autres quotidiens domaines comme les applications auto mobilières, commodité, et les habitats [1].

En Europe, les constructeurs automobiles utilisent des tapis fabriqués à base d'abaca. Notamment, le lin et le chanvre sont utilisés dans la fabrication des portes à panneaux pressés, tablettes arrière, dossiers de siège, boucliers moteur et appuie-tête. Pour les consommateurs, les composites à base des fibres végétales dans les voitures fournissent une meilleure isolation thermique et acoustique, par rapport aux fibres synthétiques [2]. La tendance à utiliser les fibres naturelles est la disponibilité, le faible coût, biodégradabilité aussi qu'ils constituent un ressource renouvelable.

Le liège est l'écorce externe du chêne *Quercus suber* L., qui pousse principalement dans les régions méditerranéennes occidentales. L'écorce est récoltée manuellement tous les 9 à 12 ans selon un processus qui n'endommage pas l'arbre, lui permettant de continuer à se développer normalement. L'Europe détient environ 60 % de la superficie totale des forêts de chêne-liège et récolte plus de 80 % du liège dans le monde. Le Portugal est le principal producteur, responsable de la transformation de 49% de la quantité totale de liège récoltée dans le monde [3].

L'utilisation du liège comme matériau de renforcement dans les matériaux composites est due principalement au fait qu'il a un comportement viscoélastique d'écrasement et, par conséquent, une plus grande capacité d'absorption d'énergie. En outre, la fonction du matériau de la matrice est de donner une forme stable au matériau composite, de minimiser l'agglomération du renforcement, de le protéger contre les

dommages et la détérioration, de conférer des propriétés spécifiques au matériau composite, telles que la ténacité et la résistance chimique [4].

Ce travail se répartie en trois chapitres :

Le premier chapitre sera consacré à une synthèse bibliographique sur les matériaux composites à base d'une matrice polymérique renforcée par les fibres de liège.

Dans le deuxième chapitre nous présenterons les matériaux utilisés, les protocoles expérimentaux et les procédés de mise en œuvre pour l'élaboration des composites PE/fibres de liège. Ainsi que la présentation des différentes techniques de caractérisation.

Le dernier chapitre sera consacré à la discussion des résultats obtenus à partir des différents tests effectués sur l'élaboration et la caractérisation des composites PE/fibres de liège.

Enfin, une conclusion générale permet de résumer les résultats des travaux présentés.

Références

- [1] Rabiai M, étude physicochimique et évaluation de l'activité biologique d'une huile essentielle et l'extrait aqueux d'eucalyptus globulus de la région m'sila, mémoire de master, universite de m'sila, **2014**.
- [2] Babu GDK, Singh B, Joshi VP, Singh V. Essential oil composition of Damask rose (*Rosa damascena* Mill.) distilled under different pressures and temperature. *Flavour and Fragrance Journal*, **17**, 136–140, **2002**.
- [3] Ali sen, jan van den bulcke, nele defoirdt, joris van acker, helena pereira, Thermal Behaviour Of Cork And Cork Components, *Thermochimica Acta* 582; 94–100, 2014
- [4] A. Sen, A. Velez Marques, J. Gominho, H. Pereira, Study of thermochemical treatments of cork in the 150–400 °C range using colour analysis and FTIR spectroscopy, *Ind. Crop. Prod.* 38; 132–138, 2012.

CHPITRE I

GENERALITES ET SYNTHESE

BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I

GENERALITES ET SYNTHESE

BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. GENERALITES SUR LES MATERIAUX COMPOSITES :

I.1.1.Définition

Un matériau composite peut être défini d'une manière générale comme l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux nommés renfort et matrice, où l'assemblage final ayant des propriétés supérieures aux propriétés de chacun des matériaux constitutifs. La matrice assure la cohésion et l'orientation des fibres, elle permet également de transmettre les sollicitations auxquelles sont soumises les pièces. Les matériaux ainsi obtenus sont très hétérogènes et anisotropes [1]. Les propriétés des matériaux composites dépendent.

- Des propriétés des matériaux constitutifs.
- De distribution géométrique des fibres.
- De l'interaction fibre-matrice.

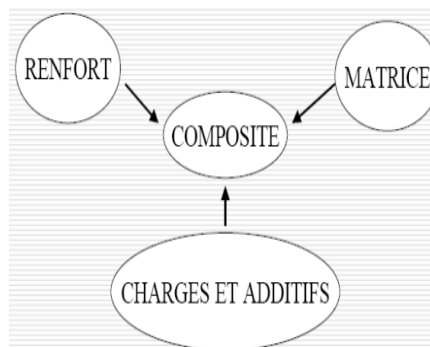


Figure I.1 : Structure d'un matériau composite [2]

Enfin, depuis peu, on trouve une nouvelle classe de matériaux que l'on nomme "bio composites". Il existe d'autres appellations proches comme "éco-composites" et "agro composites" qui s'inscrivent également pleinement dans les concepts émergents de chimie verte et de chimie durable.

Les bio-composites (composites biodégradables) sont une catégorie particulière de matériaux composites. Ils comprennent une ou plusieurs phases d'origine biologique. En termes de renforcement, cela inclut des fibres végétales telles que le coton, le lin, alfa, sisal, cellulose et autres, puisqu'elles sont produites à partir d'une ressource renouvelable. Les matrices utilisées pourraient être des polymères issus de ressources renouvelables comme l'amidon [3].

Fluctuations du prix du baril de pétrole le remplacement de composites fabriqués à partir de matières premières pétrochimiques par des bio-composites devrait donc être favorisé [4]. D'une manière générale, les propriétés d'un polymère seul sont insuffisantes pour conférer à l'objet que l'on veut fabriquer toutes les propriétés souhaitées en terme de rigidité, résistance mécanique, légèreté ou autre propriété physico-chimique, électrique, optique... C'est pourquoi on s'oriente de plus en plus vers les matériaux composites.

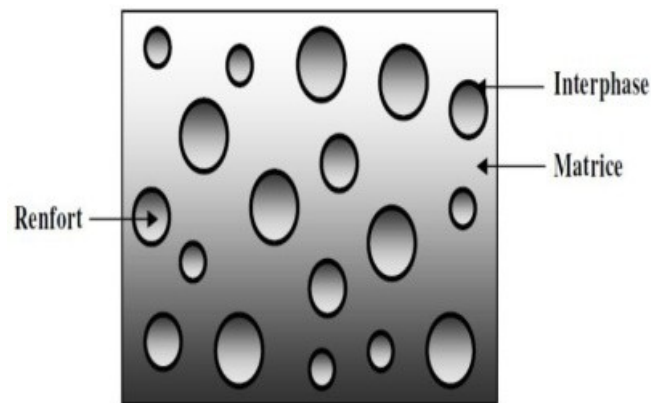


Figure I.2 : Principe d'un matériau composite [3].

I.1.2.Le Renfort

Le renfort est le squelette supportant les efforts mécaniques, il contribue à améliorer la résistance mécanique et la rigidité des matériaux composites. Il se présente sous forme filamentaire (organique ou inorganique comme les fibres de verre, carbone, aramide et les fibres naturelles (lin, sisal, ramie, jute, chanvre, abaca et grignon d'olive) [5]. La classification des types de renforts couramment rencontrés est indiquée sur la Figure :

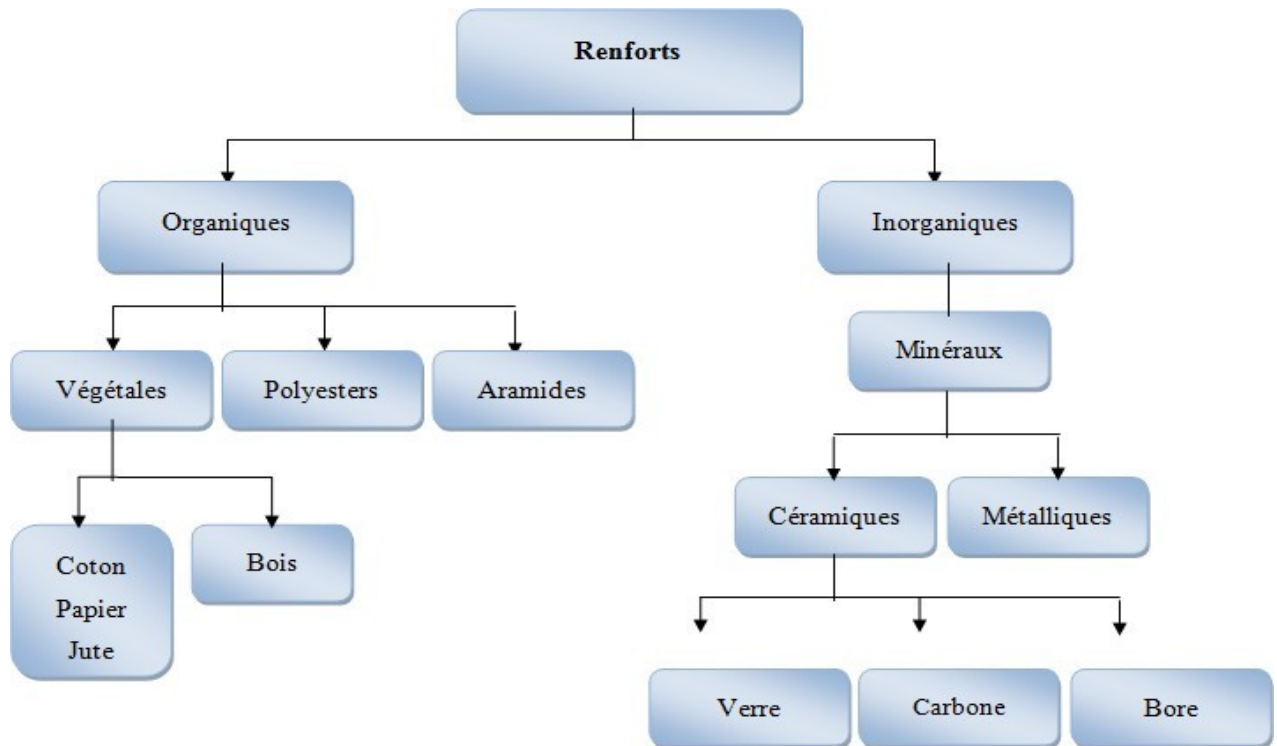


Figure I.3: Types de Renforts.

I.1.3. Matrice

Dans un matériau composite, le terme matrice désigne la matière solide qui entoure les renforts pour former une masse compacte. Le premier rôle de la matrice est de maintenir les renforts dans une forme compacte et de donner la forme voulue au produit final. Elle sert également à protéger les fibres contre l'abrasion et un environnement agressif, contrôler le fini de surface et assurer le transfert de charges entre les fibres. Le solide formant la matrice peut être d'origine métallique, céramique ou polymère [6]. La matrice a pour rôle de :

- Lier les fibres de renforts.
- Répartir les contraintes.
- Apporter la tenue chimique de la structure.
- Donner la forme désirée au produit final.

IL existe plusieurs types de résines classées en deux grandes familles les thermoplastiques et thermodurcissables avec des caractéristiques différentes :

I.1.3.1. Les thermoplastiques

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

I.1.3.2. Les thermodurcissables

Les matrices thermodurcissables sont des polymères (macromolécules tridimensionnelles) qui ne peuvent être mis en forme qu'une seule fois mais qui possèdent des propriétés mécaniques et thermomécaniques élevées par rapport aux thermoplastiques. On distingue principalement les polyesters insaturés, les résines époxydes, et d'autres résines telles les phénoliques, les aminoplastes, les franciques, etc. Ces polymères se présentent toujours sous forme amorphe.

I.1.4. Classification des matériaux composites

La classification des matériaux composites se fait selon la forme et la nature des constituants de ces matériaux. Suivant la forme des constituants, les composites sont classés en deux classes :

- **Composites à fibres :**

Un matériau composite à fibre est un matériau renforcé de fibres (longues, courtes ou coupées) ; l'orientation et l'arrangement de ces fibres permettent de modéliser les propriétés mécaniques de ce composite, ces dernières sont modifiables et modulables selon la variation de la nature des constituants, la proposition des constituants et l'orientation des fibres.

- **Composites à particules :**

Un matériau composite à renfort de particules est un composite chargé de particules ne possédant ni dimensions ni formes bien précises. L'utilisation de ce type de matériau est limitée, les particules sont utilisées pour réduire le coût du matériau, tout en

conservant leurs propriétés mécaniques. Selon la nature de la matrice, les matériaux composites sont classés :

- Composites à matrice organique.
- Composites à matrice métallique.
- Composites à matrice minérale. [7]

I.2. LES POLYOLEFINES ET POLYETHYLENE SYNTHÈSE ET PROPRIÉTÉS

I.2.1. Les polyoléfines

Les polyoléfines forment une grande famille de matières plastiques. Elles sont classées parmi les marchés en croissance constante et de grande consommation. Elles ont aussi l'avantage d'avoir une mise en œuvre facile (film, jonc, tube, forme complexe...) à coût relativement bas et une bonne aptitude au recyclage. Le domaine d'application des polyoléfines est large : on les trouve dans l'emballage alimentaire (bouteilles, boîtes alimentaires résistantes à la température du lave-vaisselle, sacs plastiques...), domaine de l'automobile (pare-chocs, tableaux de bord...), dans le domaine médical ainsi que pour des pièces techniques pour l'électroménager (sèche-cheveux, aspirateur, ...). La grande inertie chimique des polyoléfines (aux solvants, acides, bases) est un avantage majeur qui vient s'ajouter à leur comportement mécanique. La formule générale des oléfines est C_nH_{2n} ($n \geq 2$).

Les oléfines (appelées aussi α -oléfines ou alcènes) sont des hydrocarbures insaturés qui contiennent une double liaison carbone-carbone. Le tableau suivant regroupe les 10 premiers membres de la famille des alcènes utilisés dans la réaction de polymérisation pour constituer une chaîne de polyoléfine :

Tableau 1 : Des alcènes utilisés pour constituer une chaîne de polyoléfine

Nombre d'atome de carbone (n)	Formule chimique (C_nH_{2n} , $n \geq 2$)	Nom
2	C_2H_4	éthène (Ethylène)
3	C_3H_6	propène (propylène)
4	C_4H_8	1-butène
5	C_5H_{10}	1-pentène
6	C_6H_{12}	1-hexène

7	C ₇ H ₁₄	1-heptène
8	C ₈ H ₁₆	1-octène
9	C ₉ H ₁₈	1-nonène
10	C ₁₀ H ₂₀	1-décène

Les polyoléfines les plus utilisées sont le PEBD polyéthylène basse densité, PEHD polyéthylène haute densité, PEBDL polyéthylène basse densité linéaire (qui sont généralement des copolymères d'éthylène, butène ou d'hexène), PP polypropylène (isostatique, syndiotactique...), EPR (éthylène propylène rubber) qui est un copolymère d'éthylène-propylène...

I.2.2.Polyéthylène :

I.2.2.1. Historique :

Le polyéthylène basse densité a été synthétisé par accident en 1933 pendant le chauffage de diazométhane. Eugen Bamberger and Friedrich Tschirner ont caractérisé cette substance blanche et cireuse constituée de longues chaînes à motif -CH₂- et l'ont nommé « polyéthylène ». La polymérisation a été réalisée à nouveau par accident chez la société ICI Chemicals : Eric Fawcett et Reginald Gibson ont appliqué une très haute pression de quelques centaines d'atmosphères sur un mélange d'éthylène et de benzaldéhyde. La réaction est alors initiée par une contamination sous forme de traces d'oxygène, ce qui explique la difficulté de reproduire l'expérimentation au début. En 1951, Robert Banks et Paul Hogan chez Phillips Petroleum ont synthétisé le polyéthylène haute densité (HDPE) en utilisant le premier catalyseur qui est le trioxyde de chrome. A la fin des années 1950, les deux types de catalyse, Philips et Ziegler sont utilisés pour la production de PEHD. Enfin, G.Natta et P.Pino ont utilisé les catalyseurs métallocènes (single-site) en 1975 pour la production du PE.

I.2.2.2.Structure chimique et propriétés générales :

Le polyéthylène est une des résines les plus couramment utilisées. Les propriétés du PE varient en fonction de la structure de la chaîne moléculaire, de sa densité ainsi que de son taux de cristallinité comme le montre la figure I.4 :

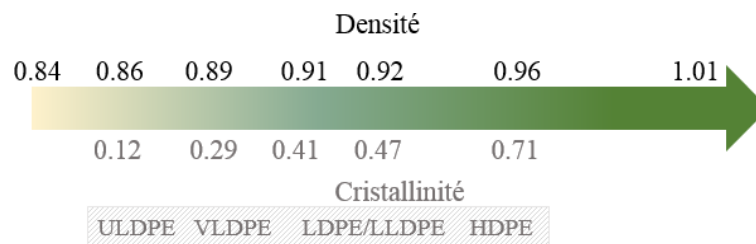


Figure I.4: Echelle de variation de la cristallinité et de la densité du PE

Suivant le procédé de polymérisation les polyéthylènes peuvent être dits de basse densité (PEBD), de haute densité PEHD, basse densité linéaire PEBDL (qui sont des copolymères α -oléfines) ou à haut poids moléculaire PEUHMW (pour Ultra High Molecular Wight). Le schéma de polymérisation de l'éthylène est présenté sur la figure 2. La figure 3 présente ainsi les différentes architectures de polyéthylène.

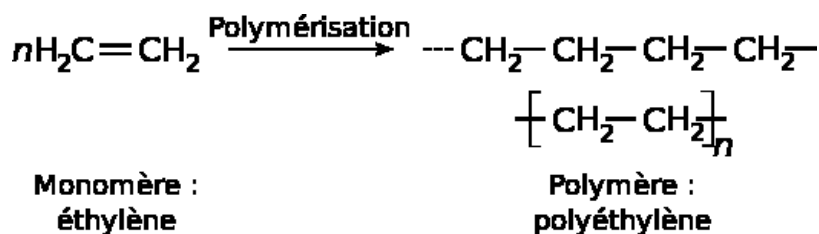


Figure I.5: Schéma de la polymérisation del'éthylène

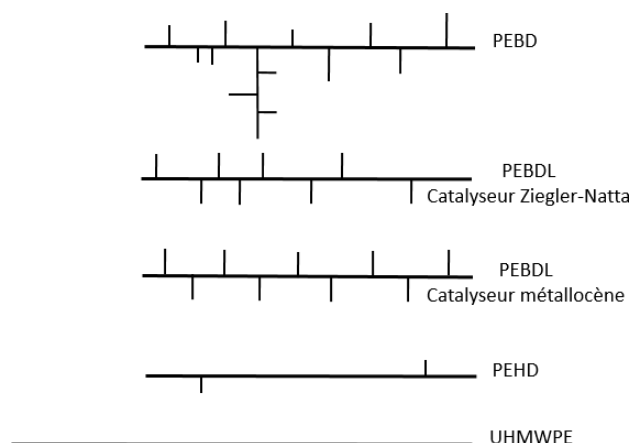


Figure I.6 : Les différentes architectures des PE

Polyéthylène haute densité (PEHD) :

Le polyéthylène haute densité est un matériau thermoplastique semi-cristallin obtenu par polymérisation de monomère d'éthylène en utilisant un système catalytique (chrome, Ziegler, métallocène ...) à basse pression. Comme son nom indique il possède une cristallinité élevée

due à sa structure linéaire et régulière et donc une densité élevée (Figure 3).

Polyéthylène basse densité (PEBD) :

Il est obtenu par polymérisation radicalaire sous haute température et pression (Figure 3). Il possède une structure ramifiée qui dépend des conditions de polymérisation dans le réacteur. Ces ramifications donnent une certaine flexibilité au PEBD du fait d'une cristallinité plus faible que pour le PEHD. Par conséquent, sa rigidité est plus faible.

Polyéthylène basse densité linéaire

(PEBDL) :

Il est issu de la copolymérisation de l'éthylène avec un alcène (1-butène, 1-hexène, 1-octène...) (Voir tableau 1). Il est obtenu par polymérisation à l'aide de catalyseurs de type Ziegler ou Phillips... Le PEBDL possède des ramifications plus courtes que le PEBD (en C2, C4 ou C6 selon le comonomère). Sa densité et son taux de cristallinité varient en fonction de la distribution et de la teneur en comonomère. [8]

I.3. Les fibres naturelles :

I.3.1. Structure et composition chimique des charges végétales :

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

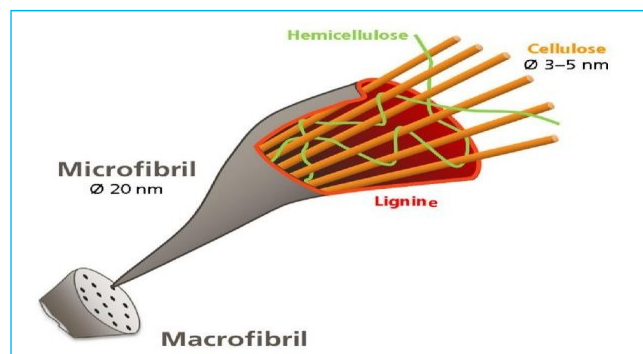


Figure I.7: Structures schématisées d'une fibre végétale.

Généralement ; Les fibres naturelles se composent principalement de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Elles contiennent aussi des quantités faibles en protéines, extractibles et quelques composés inorganiques. [7]

I.3.1.a. Cellulose :

La cellulose est le composant essentiel de toutes les plantes des fibres. En 1838, Anselme Payen a suggéré que les parois cellulaires d'un grand nombre de plantes sont constituées de la même matière, à laquelle il donna le nom de cellulose. D'un point de vue chimique, La cellulose est un polymère naturel linéaire constitué par unités répétitives de glucoses ($C_6H_{10}O_5$) reliées entre elles par une liaison glycosidique du type β 1-4. Les nombreux

Groupements hydroxyles (OH) sont responsables du comportement physico-chimique de la cellulose. Les micro fibrilles de cellulose sont donc constituées de zones cristallines ordonnées et de zones amorphes désordonnées. La cellulose résiste aux fortes solutions alcalines (jusqu'à 17,5% en poids) ; mais elle est facilement hydrolysée par l'acide en sucres hydrosolubles. La cellulose est relativement résistante aux agents oxydants. La cellulose est responsable de la résistance mécanique de la plante [9]

Dans la zone cristalline, les chaînes cellulosiques sont disposées parallèlement les unes aux autres, liées par des liaisons hydrogènes intra et intermoléculaires. Toutes les propriétés de la cellulose sont étroitement corrélées à la forte densité des liaisons hydrogène qui se développent entre les chaînes. Les interactions moléculaires sont fortes et assurent l'essentiel de la cohésion tout en empêchant la pénétration des réactifs.

Grâce à sa grande cohésion, la cellulose est insoluble dans la plupart des solvants. La cellulose est de nature très hydrophile. Le remplacement d'une partie des interactions inter-chaînes par des liaisons hydrogènes entre la cellulose et l'eau provoque une plastification du matériau et donc une diminution de ses caractéristiques mécaniques [10]

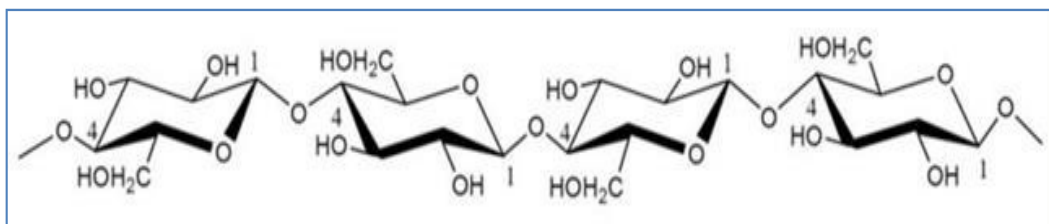


Figure I.8: Représentation de l'unité monomère de la cellulose répété en fois [9]

I.3.4.b. Les hémicelluloses :

Les hémicelluloses sont des hétéro-polysaccharides ramifiés, constitués d'enchainements d'hexoses, de pentoses et d'acides uroniques (Figure I.11), 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, la 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. [11]

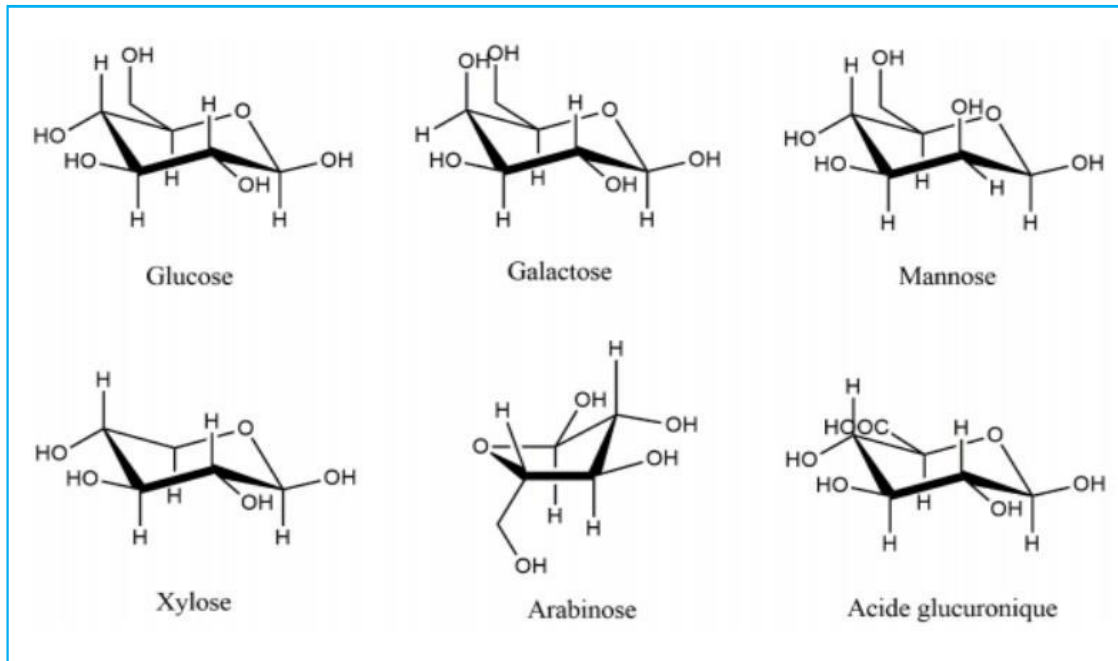


Figure I.9: Principe aux constituants des hémicelluloses [11].

I.3.4.3. Les lignines :

La lignine est un polymère qui se situe entre les micro-fibrilles de cellulose et d'hémicellulose jouant le rôle d'un liant qui permet de les fixer les uns aux autres afin de former la paroi cellulaire Figure I.12. C'est l'élément qui donne la rigidité aux plantes. La lignine est totalement amorphe et hydrophobe. Elle n'est pas hydrolysée par les acides, mais soluble à chaud dans la soude, facilement oxydée et facilement condensable avec du phénol. [12].

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 (figure 12). 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 [11].

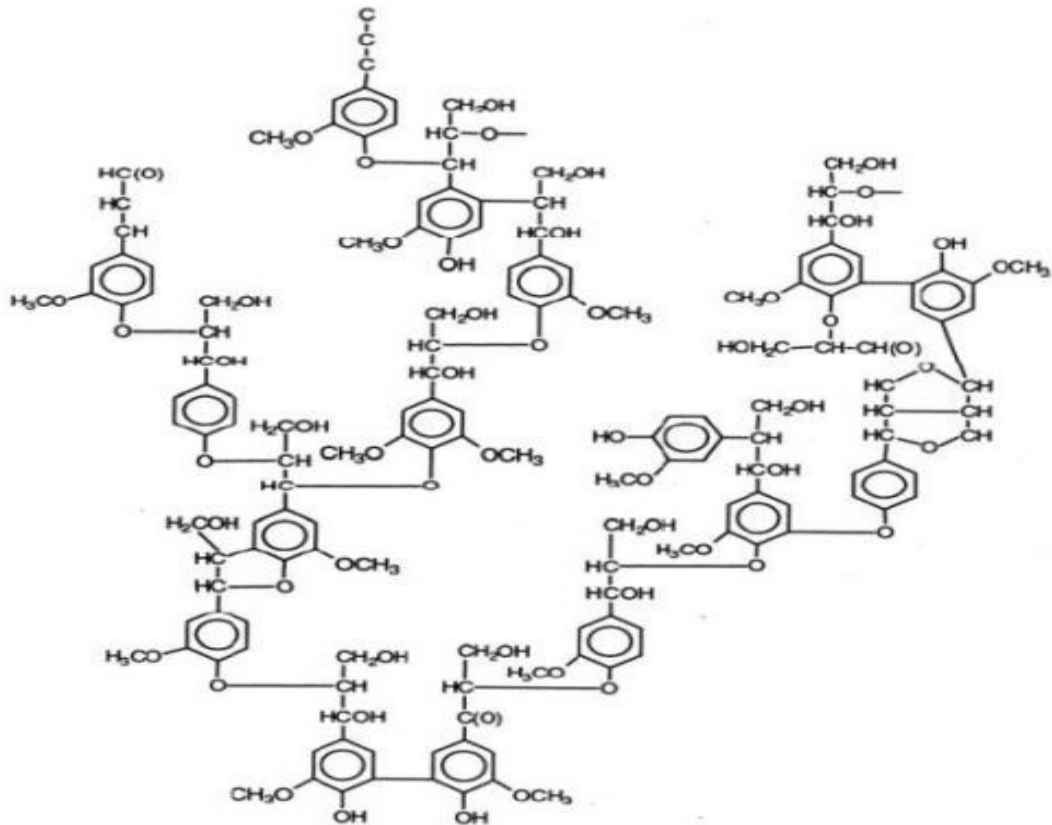


Figure I.10: Exemple générique de la molécule de la lignine[12].

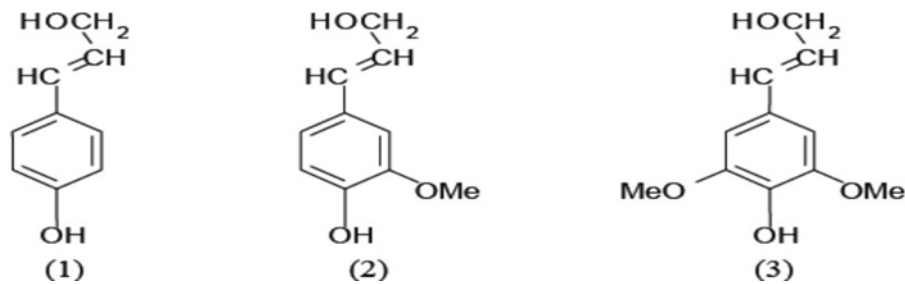


Figure I.11: Les trois alcools substitués des lignines: (1) l'alcool coumarylique; (2) l'alcool coniférylique; (3) l'alcool sinapylique [7].

I.3.2. Les propriétés des fibres naturelles :

I.3.2.1. Caractéristiques physico-mécanique des fibres végétales :

La variabilité dans les proportions des constituants chimiques des fibres végétales s'implique une variabilité des propriétés physico-mécaniques des fibres végétales. Plusieurs travaux ont montré que les fibres végétales ont des propriétés mécaniques variées, à l'intérieur même d'une espèce donnée. Cette variation de propriétés représente un des inconvénients des fibres végétales en comparaison aux fibres synthétiques. Les propriétés mécaniques et la

structure des fibres végétales sont influencées par quelques conditions de croissance et varient selon l'habitat, le climat et l'âge de la plante . Généralement une fibre végétale est caractérisée physiquement par son diamètre, son porosité, sa densité, sa teneur en eau et son pourcentage d'absorption d'eau . Elle est caractérisée mécaniquement par sa résistance à la traction, à la rupture et par le module d'élasticité.

I.3.2.2. Caractéristiques thermiques et acoustiques des fibres végétales :

Les propriétés thermiques des fibres végétales, sont très importantes. En effet, la dégradation thermique est un facteur limitant des procédés de fabrication à chaud des composites. La plupart des fibres végétales perdent de leur rigidité dès 160°C et on voit la lignine se dégrade aux alentours de 200°C. Néanmoins, la destruction de l'ordre cristallin n'apparaît qu'au-dessus de 320°C par agitation thermique des molécules

La conductivité thermique des fibres végétales est faible, celles-ci possèdent les caractéristiques d'un bon isolant. La densité et la porosité sont les facteurs influençant de façon prédominante les transferts de chaleur, ceux-ci sont aussi influencés par la conduction via la paroi cellulaire et par la teneur en humidité de la fibre végétale.

Les capacités acoustiques font aussi partie des avantages de l'utilisation de fibres végétales comme renfort, elles leur donnent une bonne qualité pour le renforcement des composites à des applications qui nécessitent l'isolation phonique [13]

I.3.3.Fibre de liège (origine, composition, propriétés, application)

I.3.3.1.Origine

Le liège est un matériau vivant et naturel, provenant d'une variété de chêne-liège qui reconstitue son écorce dès quelle est prélevée chaque année. L'arbre produit une épaisseur de liège variant de 1 à 10 mm selon l'âge déjà acquis par l'écorce elle-même. Chaque accroissement annuel est séparé du précédent par une ligne brune bien déterminée. Du point de vue thermique et acoustique le liège est un très mauvais conducteur. Sa première utilisation en tant qu'isotherme remonte très tôt dans l'Antiquité dans la fabrication de ruchers. En ce qui concerne sa place dans la construction, on retrouve quelques traces des premiers emplois comme isolant thermique, parmi les populations primitives d'Afrique du Nord qui l'utilisaient en plaque et mélangé avec de l'argile pour la construction des murs de leurs habitations. L'habitat naturel du chêne- liège est le pourtour du bassin méditerrané occidental (présent depuis plus de 60 millions d'années). L'aire naturelle de la subéraie mondiale est d'environ 2687000 hectares repartis

principalement sur sept pays (figure 2-4). Les principales subéraies algériennes sont situées essentiellement en zone sub- humide au nord, et entre l'Algérois et la frontière Tunisienne, ou elles s'étendent de la mer jusqu'à 1200 m d'altitude. [14].

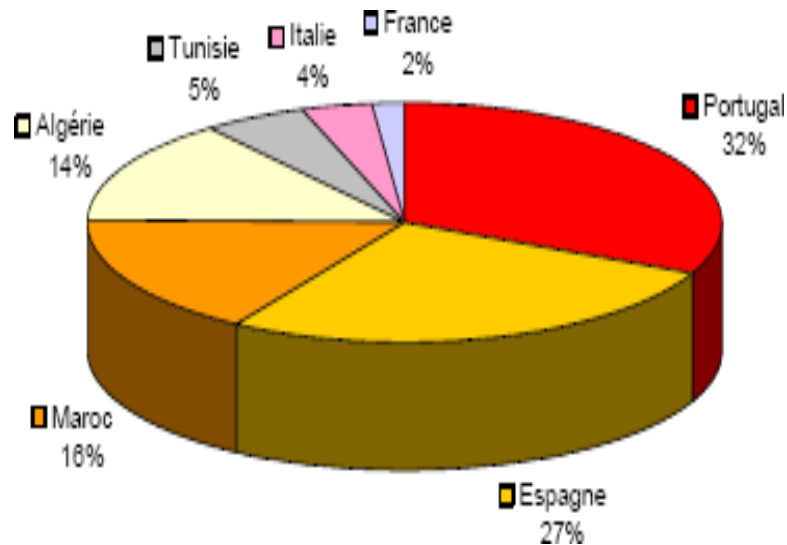


Figure I.12: Répartition mondiale des subéraies

I.3.3.2.Composition

Il n'est jamais superflu de rappeler les propriétés uniques du liège qu'aucun autre produit, qu'il soit naturel ou artificiel, n'a jusqu'à nos jours pu égaler :

- ✓ léger,
- ✓ imperméable aux liquides et aux gaz,
- ✓ élastique et compressible,
- ✓ excellent isolant thermique et acoustique,
- ✓ incombustible,
- ✓ très résistante à la friction

Ces multiples qualités du liège s'expliquent quand on étudie la composition exacte de ce matériau très spécial. Le liège est en fait un tissu végétal composé de micro cellules, ayant en général une forme polyédrique. Dans un centimètre cube de liège, on compte ainsi près de 40 millions de cellules. Les espaces intercellulaires sont remplis d'un mélange gazeux, identique à celui de l'air. Les caractéristiques spéciales du liège sont ainsi dues à la structure alvéolaire du tissu subéreux et à la nature de ses membranes cellulaires. L'analyse de la composition chimique de ce matériau permet d'identifier les différents composés et leur proportion en taux moyen (M. Guillemonat, 1960) :

- ✓ Subérine (45%) - Composant principal des parois des cellules du liège, responsable de son élasticité.
- ✓ Lignine (27%) - Élément qui contribue à la liaison entre les divers composants.
- ✓ Polysaccharides (12%) - Composants des parois des cellules du liège qui contribuent à la définition de sa texture.
- ✓ Tanins (6%) - Composés qui déterminent la couleur.
- ✓ Cireux (5%) - Composés hydrophobes qui assurent de l'imperméabilité.
- ✓ Divers (5%) - Minéraux, eau, glycérine et autres.

On constate ainsi que la composante principale du liège est la subérine, un mélange d'acides organiques à partir duquel se forment les parois de ses cellules, en empêchant le passage d'eau et de gaz. Les propriétés de la subérine sont uniques, car c'est un composant insoluble dans l'eau, l'alcool, l'éther, le chloroforme, l'acide sulfurique concentré, etc...

Chaque cellule de cette trame a la forme d'un prisme minuscule, pentagonal ou hexagonal, dont l'hauteur ne dépasse pas les 40 à 50 micromètres (un micromètre = millième d'un millimètre). Les cellules plus petites mesurent 20 ou même 10 micromètres. Qu'elles soient grandes ou plus petites, toutes ces cellules sont gorgées d'un mélange de gaz qui ressemble à l'air. Une planche de liège contient environ 60% d'éléments gazeux, ce qui explique son extraordinaire légèreté. Cet aggloméré de petites alvéoles est responsable de la compressibilité inégalable du liège. Simultanément, grâce à l'imperméabilité que la subérine donne aux parois de la cellule du liège, celle-ci devient hermétique. Le gaz qu'elle contient ne peut en ressortir, ce qui explique l'élasticité et la mauvaise conductibilité thermique du tissu subéreux.

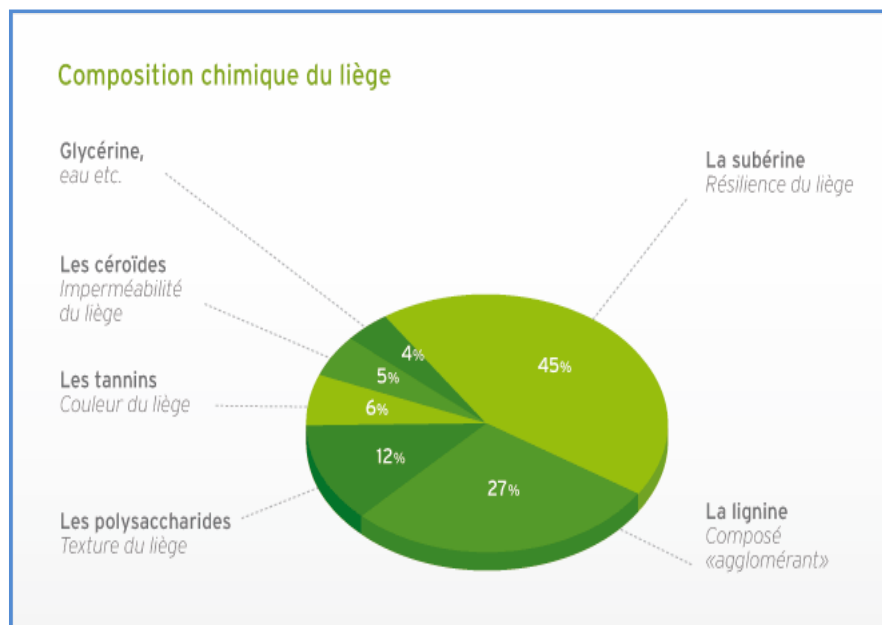


Figure I.13- La composition chimique du liège

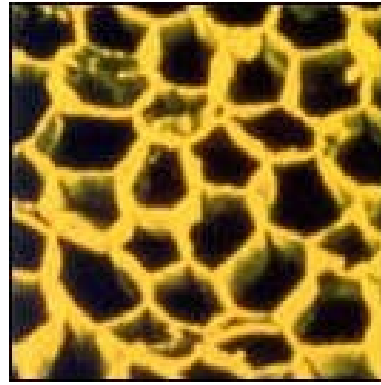


Figure I.14- Microparticules de liège

I.3.3.3. Propriétés

- Sa densité est faible : $0,24 \text{ km/dm}^3$.
- Le liège est chaud au toucher cela veut dire qu'il absorbe la chaleur ambiante pour la garder assez longtemps mais il ne conduit pas la chaleur, en revanche il la garde dans l'espace vitale (même par épaisseur réduite).
- Il protège l'arbre du froid et des intempéries tout en lui permettant de respirer par de minces canaux appelés lenticelles.
- Une imperméabilité élevée : Il est formé de minuscules logettes remplies d'air et délimitées par une paroi souple et imperméable à l'eau.
- Difficilement inflammable : en plus de sa souplesse, il se décompose lentement et résiste relativement bien au feu.
- Il est antistatique (hygiénique), il n'attire et ne retient pas la poussière contrairement à bon nombre de matières synthétiques.
- L'imputrescibilité lui assure une grande durabilité.
- 100% naturel, biodégradable, recyclable

I.3.3.4. Application :

Son utilisation principale reste bien sûr le bouchon, ou plutôt les bouchons, tant il en existe des différentes sortes : le bouchon en liège naturel, le bouchon en liège colmaté, le bouchon en liège aggloméré, le « 1+1 », le bouchon technologique. Au-delà du traditionnel bouchon, il faut aussi souligner que le liège est employé en quantité très faible, mais parfois irremplaçable dans de nombreux domaines. Les produits, après transformation, sont principalement destinés aux activités industrielles suivantes :

- La construction en général (isolement thermique et acoustique, revêtement, décorations,

cloisons);

- l'industrie du froid (chambres froides et transports frigorifiques);
- la construction navale (isolation, revêtement, décoration);
- l'industrie de l'automobile (joints);
- l'industrie des transports (isolation thermique, acoustique et vibratoire);
- l'industrie mécanique en général (joints d'étanchéité);
- l'industrie textile et la fabrication de chapeaux;
- l'industrie chimique, pharmaceutique et la parfumerie (bouchage et conditionnement des produits);
- l'industrie de la pêche (bouées, flotteurs);
- l'industrie de la chaussure (semelles, talons,);
- l'industrie des emballages (granulés et laine de liège);
- la fabrication d'articles de sport (articles de pêche, raquettes, panneaux, balles);
- la chasse (bourre de cartouches);
- La fabrication d'articles de maison (nappes, boîtes de rangement, cadres, divers matériels de bureau);
- La musique (isolant phonique particulièrement performant dans les basses et moyennes fréquences ; cette utilisation nécessite des planches de liège de toute première qualité);
- la cristallerie (pour ses propriétés abrasives);
- la pyrotechnique (feux d'artifice);
- L'industrie spatiale (comme isolant thermique dans les navettes spatiales ; il fut d'ailleurs classé dans la catégorie des " matériaux stratégiques " par les U.S.A. pendant la 2^{ème} Guerre Mondiale). [15]

I.4.Interface d'un matériau composite : notion d'adhésion :

- ✓ ADHESION ; Ensemble des phénomènes physiques et/ou chimiques qui prennent naissance lorsque deux surfaces mises en contact. Adhésion liée à adhésivité (aptitude à créer des forces d'interactions entre deux surfaces), état de surface des deux constituants (surface spécifique, porosité, sites actifs, pollution) et mouillabilité (aptitude à créer un contact entre deux surfaces).
- ✓ FORCES D'ADHESION ; forces de cohésion des matériaux : liaisons interatomiques (liaisons chimiques fortes) ou intermoléculaires (liaisons "physiques" faibles).

I.4.1. Interface fibres végétales / polymères thermoplastiques :

L'interface fibres/matrice joue un rôle déterminant sur les propriétés finales des matériaux composites. Des méthodes physiques et chimiques, dont l'objectif est de rendre compatibles les fibres et les matrices, peuvent être utilisées pour optimiser cette interface. Ces méthodes reposent sur la modification de surface des fibres et/ou de la matrice et la mise en place de nouvelles propriétés interfaciales.

I.4.2. Modification des fibres végétales :

Comme nous l'avons déjà précisé, le principal frein au développement des matériaux composites à renfort de fibres de cellulose réside dans la faible compatibilité entre la matrice polymère et les fibres. On se trouve en présence d'un renfort hydrophile polaire et d'une matrice hydrophobe apolaire, d'où une faible adhésion fibre/matrice. Ceci conduit à des matériaux composites dont les propriétés mécaniques sont bien en deçà de celles attendues. De plus, les fibres de cellulose possèdent une faible résistance à l'humidité, ce qui est néfaste à la durabilité des composites. Pour incorporer efficacement des fibres de cellulose au sein d'une matrice thermoplastique, il est nécessaire d'améliorer l'interface fibre/matrice afin d'optimiser leur adhésion. Pour ce faire, différentes stratégies utilisant des méthodes physiques ou chimiques sont relatées dans la littérature [16].

Etant donné les problèmes rencontrés avec l'utilisation des fibres végétales en complément d'une matrice, de nombreuses études ont été menées dans le but de modifier certaines de leurs caractéristiques avant l'élaboration de composites. La plupart des traitements ont pour but de limiter le comportement hydrophile du végétal et le relargage d'extractibles. Ces modifications ont pour objectif de :

- ✓ -Créer des liaisons fortes entre la fibre et la matrice ;
- ✓ -Abaisser le caractère hydrophile des fibres végétales.

I.4.2.1. Les méthodes physiques de modification de la surface :

Les traitements physiques de surface ont la particularité de ne pas modifier la composition chimique de la fibre cellulosique. Ces modifications ne sont pas les plus utilisées pour le traitement de surface des fibres cellulosiques mais ont fait l'objet de plusieurs études. Le traitement corona, les décharges diélectriques et plasma sont parmi les plus connus. De nouvelles techniques sont utilisées de plus en plus comme les irradiations laser, UV ou même les rayonnements γ [17].

I.4.2.2. Les méthodes chimiques de modification de la surface :

Le principe des modifications chimiques est l'introduction d'un troisième matériau aux propriétés intermédiaires afin de rendre compatibles les deux matériaux de base. Le couplage réalisé permet l'association des fibres cellulosiques fortement hydrophiles avec des polymères hydrophobes. Dans cette partie, on va citer quelques méthodes courantes de traitement chimique des fibres de bois à fin d'améliorer l'adhérence [18].

I.4.2.2.a. Traitement à l'hydroxyde de sodium

La mercerisation est un procédé chimique inventé par John Mercer en 1844 et qui consiste à traiter une étoffe de coton (cellulose) afin d'améliorer les caractéristiques physicochimiques des fibres, comme de leur donner un aspect lustré. Le traitement à la soude ou mercerisage est l'un des traitements les plus utilisés avec les fibres naturelles lorsqu'elles sont utilisées pour renforcer les thermoplastiques et les thermodurcissables. La modification importante apportée par un traitement alcalin est la diminution des liaisons hydrogène entre la cellulose et les deux autres principaux constituants : hémicellulose et lignine[7].

La définition standard du mercerisage (proposée par la norme ASTM D1965) est la suivante : procédé qui consiste à soumettre une fibre végétale à une interaction avec une solution aqueuse concentrée d'une base forte, dans le but de provoquer un gonflement important résultant en des changements dans la structure fine, la dimension, la morphologie et les propriétés mécaniques[7].

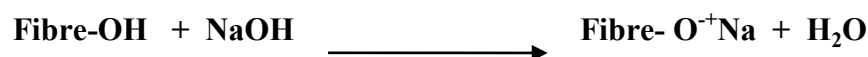


Figure I.15: Traitement des fibres par une solution de soude [7].

I.4.2.2.b. Imprégnation des fibres :

Une meilleure association des fibres et de la matrice est obtenue par imprégnation des fibres de renfort par des matrices polymères compatibles avec la fibre. A cet effet, des solutions polymères ou agents dispersants de faible viscosité sont utilisés. Pour un certain nombre de polymères intéressants, le déficit de solvants appropriés limite le recours à l'imprégnation. Lorsque les fibres cellulosiques sont imprégnées en présence de l'agent dispersant polychlorure de vinyle (PVC) plastifié par du butylbenzylphtalate, une excellente répartition peut être réalisée dans du polystyrène (PS) et le PVC.

I.4.2.2.c. couplage chimique :

Une autre méthode importante de traitement est le couplage chimique car il améliore la qualité de l'interface fibre/matrice. La surface de la fibre est traitée avec un composé chimique servant de pont des liaisons chimiques entre les fibres cellulosiques et la matrice. Les agents de couplage datent du début des années soixante et ce n'est qu'à la fin de cette décennie que l'on suggère leur utilisation pour améliorer les propriétés mécaniques. On distingue trois grandes catégories: les agents organiques, inorganiques et hybrides organiques-inorganiques.

✓ **Agents de couplage organiques :**

Ils possèdent des groupes fonctionnels qui interagissent avec les groupes polaires de la cellulose et de la lignine pour former des liaisons covalentes ou hydrogènes. On cite comme exemples d'agents de couplage organiques :

- Le traitement avec un composé contenant des groupes méthylols (-CH₂-OH).
- Les traitements aux isocyanates.
- Le traitement aux anhydrides comme l'anhydride maléique et l'anhydride succinique

✓ **Les agents de couplage inorganiques :**

Ce type d'agent, comme les silicates, agit comme un agent dispersif qui contrebalancerait la polarité de la surface des fibres.

Traitement avec les acides acryliques et méthacrylates :

Les acides acryliques et méthacrylates présentent une structure similaire avec celle de l'anhydride maléique, le Figure I-18 : montre la modification chimique des fibres cellulosiques par l'acide acrylique[7].

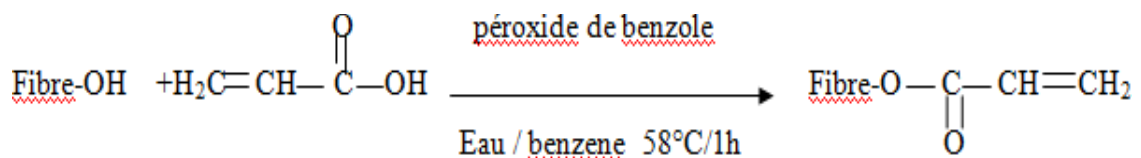


Figure I.16: montre la modification chimique des fibres cellulosiques par l'acide acrylique [7]

Référence :

- [1] M. MALHA ; Mise En Œuvre, Caractérisation Et Modélisation De Matériaux Composites: Polymère Thermoplastique Renforcé Par Des Fibres Doum, Thèse de Doctorat, Université Mohamed V- Ag dal Rabat. 2013.
- [2] Ewa Rudnik. Compostable Polymère Matériels. Elsevier, p 21. 2008
- [3] L.SOCCALINGAME, Etude Des Scenarios De Fin De Vie Des Bio-composites Vieillessement Et Retransformassions De Bio-composites PP/Farine De Bois Et PLA/Fibres De Lin, Thèse De Doctorat, Université De Montpellier, 2014.
- [4] A. ELOUAER. Contribution A La Compréhension Et A La Modélisation Du Comportement Mécanique De Matériaux Composites A Renfort En Fibres Végétales. Thèse De Doctorat, Université De Reims Champagne-Ardenne, 2011.
- [5] S.NEDJMA, Effet De La Modification Chimique Des Déchets Ligno-cellulosiques Sur Les Propriétés Physico-chimiques Des Composites Pvc/Papier Journal, These De Doctorat, Université de Bejaia, 2014.
- [6] H. DJEMAI, Contribution A L'étude De L'endommagement Dans Les Matériau Composites Sandwiches, Thèse De Doctorat, Université de Biskra, 2017.
- [7] GHADBAN.K et SAREJ.A Effet des traitements de surface des fibres de palmier sur les propriétés des bio composites à base de polypropylène, Mémoire de Master, Université de Biskra, 2020
- [8] Boujelbene Charfeddine.I, Prévision de la morphologie de mélanges de polyoléfines par un modèle micro-rhéologique – Application, Thèse De Doctorat, Université De Lyon, 2019
- [9] A.ACHOUR, Etude Des Performances Des Mortiers Renforcés De Fibres Naturelles: Valorisation Des Plantes Locales, Thèse De Doctorat, Université de Tlemcen,2017
- [10] Boussehel ,Hamida, Etude des moyens de stabilisation des composite sa base de polystyrène , thèse de doctorat ,université Mohamed khider-Biskra, 2018.
- [11] A.LEPETIT, Élaboration De Matériaux Composites A Base De Filaments De Cellulose Et De Polyéthylène, Thèse De Doctorat, Université De Limoges,2017
- [12] D.THI VI VI ,Matériaux Composites A Fibres Naturelles / Polymère Biodégradables Ou Non, Thèse de doctorat ,Université de Hô-Chi-Minh en Vietnamien,2011
- [13] ALMIK , Développement et caractérisation de matériaux à base du bois de palmier dattier adaptés aux applications de développement durable en Algérie, Thèse De Doctorat, Université de Biskra, 2018.
- [14] Sotehi.N , Caractéristiques Thermiques des Parois des Bâtiments et Amélioration de L'isolation, Thèse De Doctorat, Université de Constantine., 2010.

- [15] BOUREGBI.I Causes et conséquences des feux de forêts sur la production du liège dans les subéraies du Nord-est algérien-Essai de valorisation et réhabilitation- , Mémoire de Magister, Université de Constantine., 2014.
- [16] HABA. Etude In-Situ Des Performances Energétiques Et Mécaniques Des Matériaux Bio sources Et Locaux. Thèse De Doctorat. Université de BATNA 1. 2017.
- [17] A.LEPETIT, Elaboration De Matériaux Composites A Base De Filaments De Cellulose Et De Polyéthylène, thèse de doctorat, Université de Limoges, France, 2017.
- [18] M.A.LAHMAR, Caractérisation d'un composite bois polymère pour utilisation en plaques de bardage par l'extérieur, thèse de doctorant , L'universite De Lyon,2016.

CHPITRE II

***MATERIAUX ET
TECHNIQUES
EXPERIMENTALES ET
CHARACTERISATIONS***

CHAPITRE II

MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET CARACTERISATIONS

II.1.MATERIAUX UTILISE:

II.1.1.Le Polyéthylène :

Le polymère utilisé est le polyéthylène (Egycroptene LLD 3505 U) Poudre conçue pour les articles moulés par rotation : Réservoirs d'eau, réservoirs de produits chimiques, barrières routières, bateaux, bouées, conteneurs, poubelles, pots de fleurs, regards, glaciers, chariots d'alimentation et jouets.. Il est fabriqué par la société «Egyptian European company», Egypt. Ses caractéristiques sont résumées dans le tableau III.1.

Tableau II.1: Caractéristiques de polyéthylène PE-LLD

Propriété	Méthode d'essai	Unité	Valeur
Débit de fusion (2,16 kg)	ISO 1133	g/ 10 min	5
Densité	ISO 1872/1	g/ m ³	0.935
Résistance à la traction à la limite d'élasticité	ISO 527/1	Mpa	18
Allongement à la rupture	ISO 527/1	%	700
Module de flexion	ISO 178 1975	Mpa	700
Résistance aux chocs Charpy	ISO 179	KJ / M ²	30
Taille moyenne des particules	ASTM D1921-89	Micron	500
Densité en vrac	ASTM D 1895	g/cm ³	0.37
Fluidité	ASTM D 1895	Seconds	26

II.2.TECHNIQUES EXPERIMENTALES :

II.2.1Préparation de fibre de liège :

Le liège utilisé dans notre étude a été apporté du magasin de prothèses situé à Biskra. Afin de préparer les plaques, nous passons par des étapes, d'abord nous tamisons le liège que nous avons amené plusieurs fois à travers plusieurs tamis de diamètres différents. Granulés de liège obtenues ont une taille entre 150 à 200 μ m.

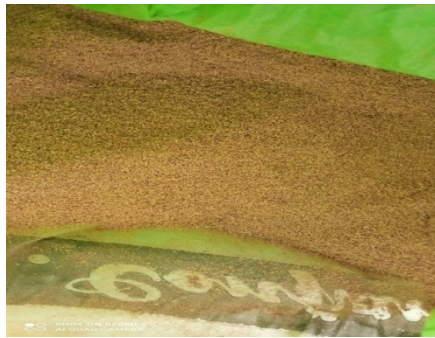


Figure II.1: Préparation et tamisage de fibre de liège

II.2.2.Préparation des mélanges :

Au cours de notre étude, les matériaux composites ont été fabriqués à partir de polyéthylène base densité (PE-LLD) renforcés par des fibres de liège. Les mélanges à différentes proportions massiques (10 à 30 %) ont été soigneusement préparés par pesée et placés dans une étuve à 80°C pendant une heure. La composition des différentes formulations sont rapportées dans le tableau II.2 :

Tableau II.2 : Composition des différentes formulations

Formulations	COMPOSITION %	
	PE	FL
PE	100%	0
PE/FL10	90%	10
PE/FL15	85%	15
PE/FL20	80%	20
PE/FL25	75%	25

II.2.3. Extrusion monovis :

Les mélanges précédents vont alimenter une extrudeuse de type PolyLab OC au niveau du laboratoire de génie mécanique LGM de l'université de Biskra. Les températures maximale sont été maintenues entre 190 et 230°C et la vitesse de rotation de la vises fixée à 45 tours/minute.

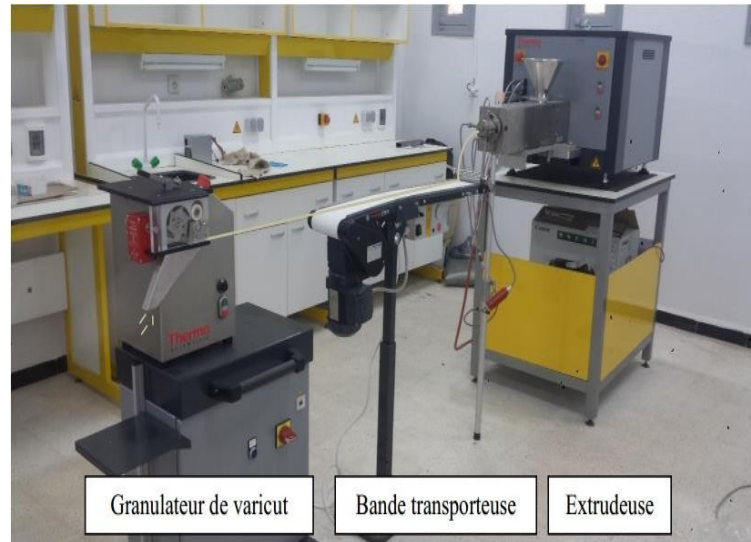


Figure II.2: Extrudeuse de type PolyLab OC

II.2.4. Moulage des composites

Pour mouler nos échantillons, nous utilisons une presse hydraulique de marque Schwabenthan polystat 300S. Elle est constituée de deux plaques dont les températures sont asservies par un régulateur.



Figure II.3: Principe du procédé d'extrusion

Le moulage des composites s'effectue alors de la façon suivante : les bandes obtenues par extrusion sont introduites dans le moule entre deux feuilles d'aluminium et compressées à l'aide de la presse, à une température de 135°C, sous une pression de 300 bar et pendant un temps de séjour de 10 min. Un préchauffage est réalisé jusqu'à une fusion préliminaire du mélange, afin d'éviter la présence des bulles d'air, un dégazage est effectué avant l'application de la pression finale. Des plaques d'épaisseur de 2 mm sont obtenues, elles sont par la suite découpées sous forme d'haltère et carrés pour servir dans les différents tests de caractérisation.

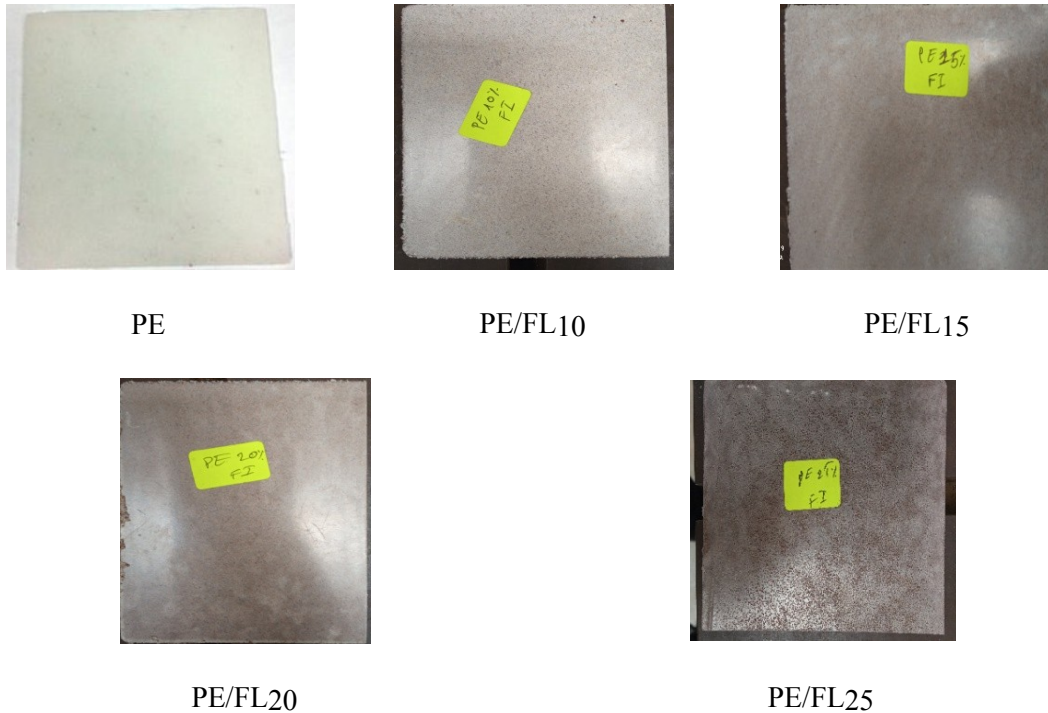


Figure II.4: Plaques des composites élaborés.

II.3. TECHNIQUES DE CARACTERISATIONS :

II.3.1. Analyses morphologiques par MEB

Pour l'étude morphologique des échantillons nous avons utilisé un microscope électronique à balayage au niveau de laboratoire de LPCMA Biskra, de type TESCAN VEGA3, équipé d'un système d'analyse EDX, dont l'interface est pilotée par un logiciel. Une analyse EDX a été utilisée pour confirmer la composition des plaques.



Figure .II. 5. Un microscope électronique à balayage de type TESCAN VEGA3

II.3.2. Essai de traction

L'essai de traction est la méthode expérimentale qui est utilisée couramment pour la détermination des comportements mécaniques des matériaux. Ces comportements sont décrits par un ensemble de relations entre les contraintes, les déformations et leur évolution au cours du temps. On exerce une force de traction sur un cylindre de longueur qu'on a déterminé, car les résultats d'essai sont influencés par la précision de mesure des dimensions de l'éprouvette, Jusqu'à sa rupture. En enregistrant la force F appliquée à l'éprouvette par la machine de traction et son allongement progressif, on remarque que l'effort fourni augmente avec l'allongement puis atteint un maximum et commence à décroître.

Les essais de traction sont effectués à l'aide d'une machine de traction universelle INSTRON 5969.

- La vitesse de traction utilisée est égale à 5 mm/min.
- L'essai se fait à la température ambiante (laboratoire).

Pour chaque mélange on utilise trois éprouvettes et on prend les valeurs moyennes de l'allongement à la rupture et de la résistance à la traction.

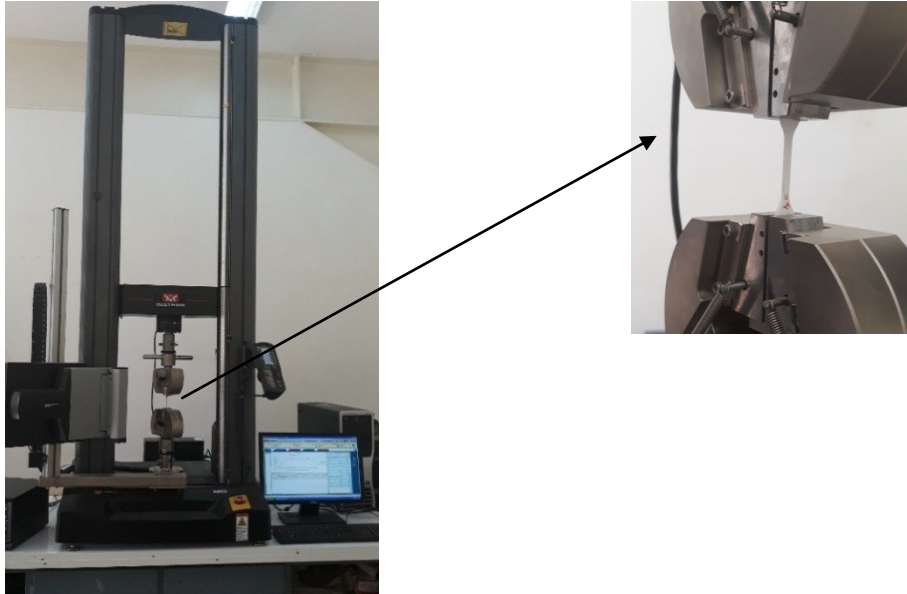


Figure .II. 6. Machine de traction type INSTRON modèle 5969.

II.3.3.Essai de flexion en trois points

Le principe de la flexion 3 points consiste à poser l'éprouvette sur deux appuis et lui appliquer une force à vitesse constante perpendiculairement à sa surface. Les tests de flexion en trois points de chaque matériau composite sont réalisés selon la norme ASTM D79. En utilisant une machine électromécanique universelle d'essai qui permet l'obtention de toutes les propriétés mécaniques concernant le test effectué par cette machine.



Figure II.7 : Machine d'essais mécanique de flexion trois points

CHPITRE III

***RESULTATS ET
DISCUSSIONS***

CHAPITRE III

RESULTATS ET DISCUSSIONS

III.1. Analyses morphologiques par MEB

L'effet du taux de la fibre de liège sur l'interface des composites PE/FL a été étudié en examinant les surfaces fracturées des formulations PE, PE/FL₁₀, PE/FL₂₀ et PE/FL₂₅ avec le microscope électronique à balayage (MEB) et les images observées sont illustrées sur la figure III.1.

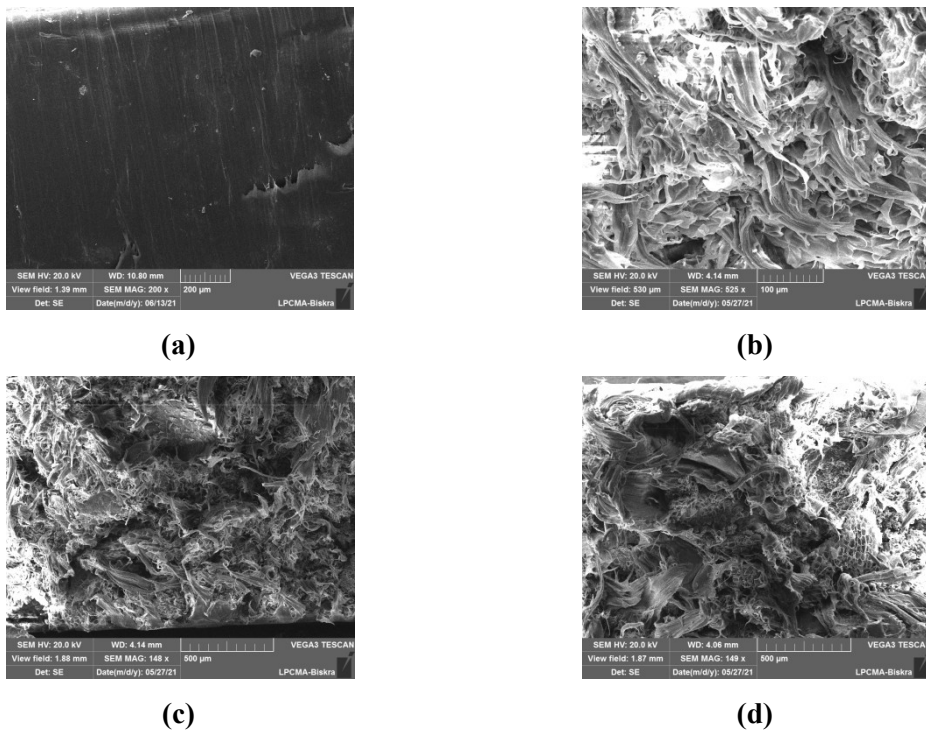


Figure III.1 : Micrographes MEB du polyéthylène et ces composites; (a) PE vierge, (b) PE/FL₁₀, (c) PE/FL₂₀, (d) PE/FL₂₅.

La matrice du polyéthylène (Figure III.1.a) montre une surface très lisse et très homogène. L'incorporation de la charge dans la matrice polymère (Figures III.1.b , c et d), compromet la capacité du matériau à se déformer élastiquement en le rendant moins ductile par rapport à la matrice pure. On observe une surface rugueuse, irrégulière et hétérogène ainsi que

la présence des micro vides et de cavités sur la surface due au déchaussement de la charge de la matrice PE lors de la fracture, dus au déchaussement des fibres de la matrice, mettant en évidence l'incompatibilité des deux phases en raison de la mauvaise adhésion inter faciale et de la différence dans les énergies (ou polarités) de la surface libre de la charge à caractère hydrophile et du polymère à caractère hydrophobe [1, 2].

III.2.Caractérisation mécanique

III.2.1. Essai de traction

III.2.1.a. Contrainte à la rupture

L'évolution de la contrainte à la rupture des composites élaborés en fonction du taux des fibres de liège est illustrée sur la figure II.2.

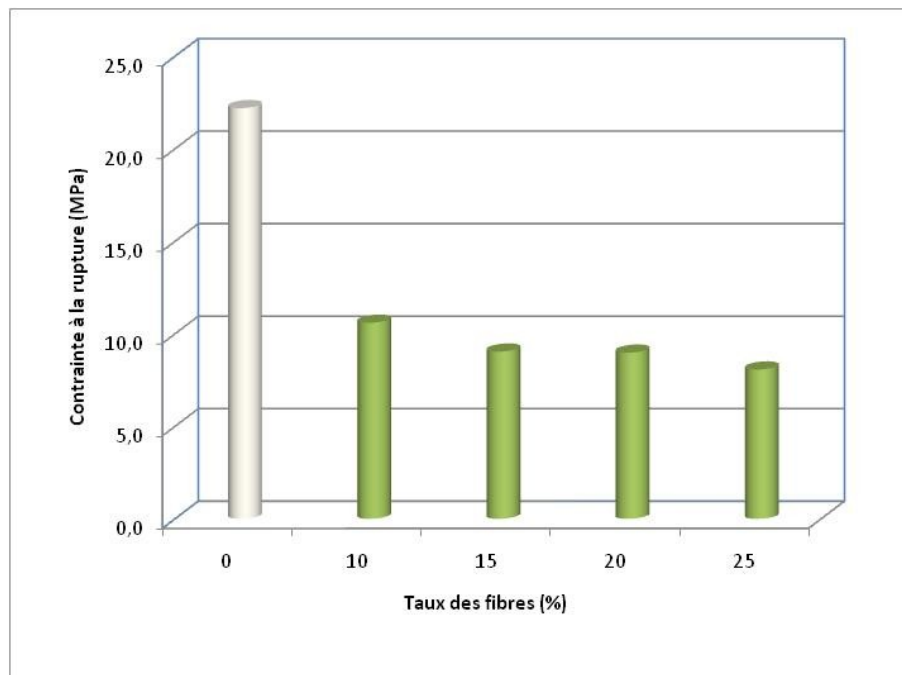


Figure III.2 : Evolution de la contrainte à la rupture des composites en fonction du taux des fibres de liège.

On constate une diminution de la contrainte à la rupture pour les composites avec l'augmentation du taux des fibres comparé au PE non chargé. Cet abaissement est attribué à la diminution de la force de liaison entre les fibres et la matrice qui obstrue la propagation d'effort. Cela peut être expliquer par la tendance des particules des fibres à se regrouper en formant des agglomérats qui induisent des hétérogénéités et un transfert de contrainte non uniforme au sein

de la matrice, par conséquent il se produit une fragilisation au matériau composite [3]. Il s'ajoute à cela une faible adhésion inter faciale des composites (PE/FL) à cause du caractère hydrophobe de la matrice de PE et le caractère hydrophile de la charge [4]. Un tel phénomène est bien observé dans le cas des composites renforcés par des fibres naturelles à base de cellulose, riche en groupement hydroxyle (OH) qui absorbent l'humidité et induire un gonflement dans la matrice polymère, en créant une pression importante au sein de la matrice polymère. Ce qui induit à la dégradation de la contrainte à la rupture [5, 6].

III.2.1.b. Allongement à la rupture

Evolution de l'allongement à la rupture des composites en fonction du taux des fibres de liège est présenté sur la figure III.3. On constate que la tendance de l'ensemble des composites élaborés en fonction du taux de charge, est caractérisée par un abaissement importante de l'allongement à la rupture en la comparant à l'allongement du PE. En effet, l'allongement passe de 11.2 mm/mm pour le PE à 0.143, 0.118, 0.107 et 0.084 mm/mm pour les composites non traités PE/FL10, PE/FL15, PE/FL20, et PE/FL25 respectivement. Cette diminution est principalement due à l'incorporation de la fibre de liège à caractère rigide dans la matrice de polyéthylène, qui réduit la mobilité des chaînes polymériques, et accélère la rupture des éprouvettes des composites renforcées [7-9].

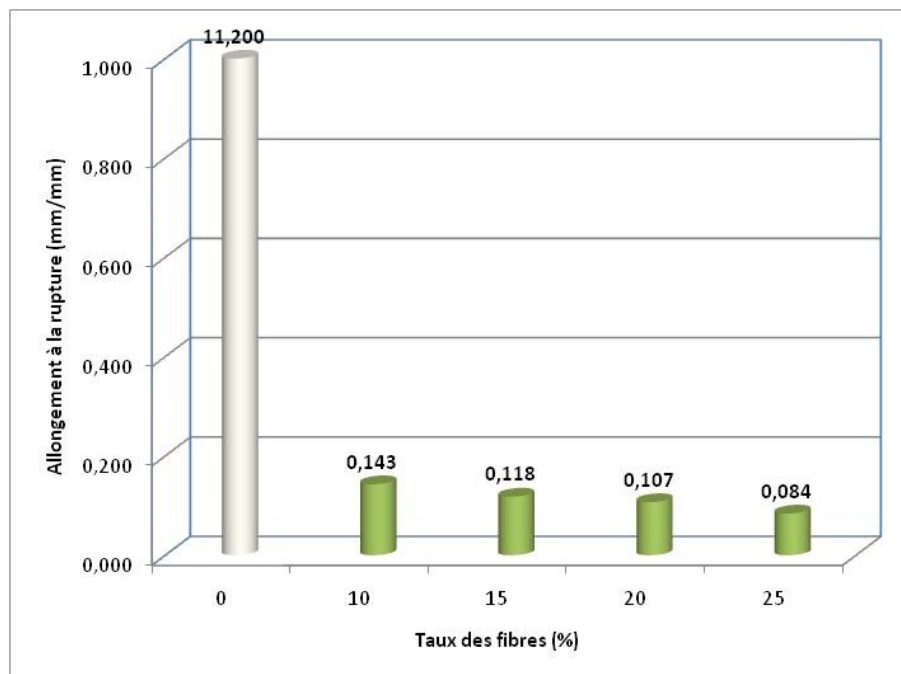


Figure III.3 : Evolution de l'allongement à la rupture des composites en fonction du taux des fibres de liège.

IV.2.1.c. Module d'Young

La figure III.4 met en évidence l'évolution du module d'Young des composites PE/fibre de liège en fonction du taux des fibres. D'une manière générale, on peut voir clairement que les composites renforcés par les fibres de liège enregistrent des modules d'Young plus important que celui du PE. En effet, l'incorporation de la charge dans la matrice PVC augmente la rigidité des composites. Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés par Arrakhiz et al [10], et par Bodîrlău et al [11].

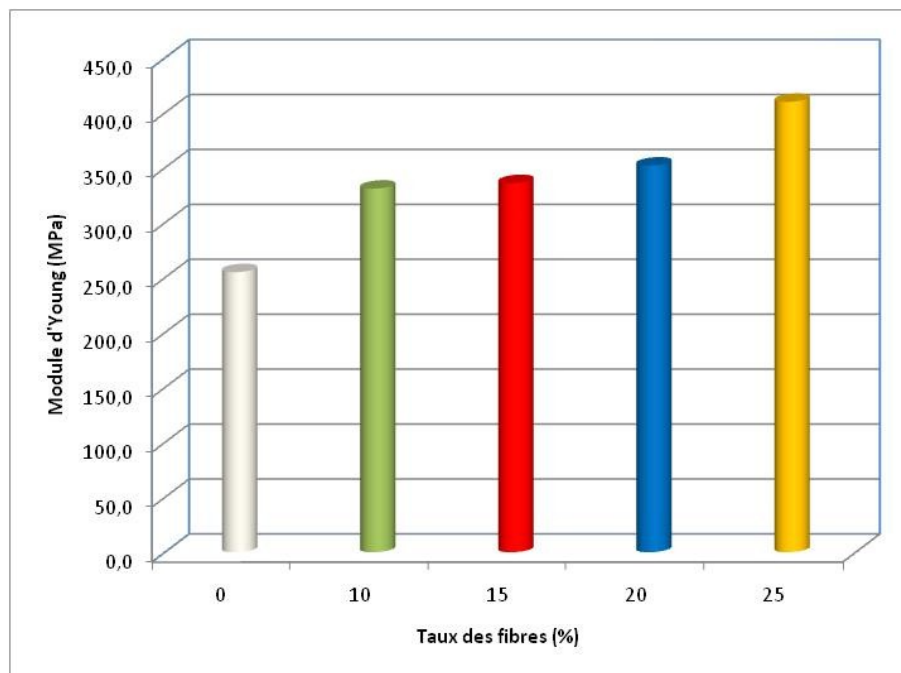


Figure III.4 : Evolution de module d'Young des composites en fonction du taux des fibres de liège.

III.2.2.Essai de flexion

III.2.2.a. Contrainte à la flexion

La figure III.5 présente l'évolution de la contrainte à la flexion des composites en fonction du taux des fibres de liège.

Les résultats révèlent que l'apport des fibres de liège dans la matrice de PE décroît la résistance à la flexion de composite renforcés par rapport à PE vierge. Cela peut être dû à une liaison insuffisante entre la fibre et la phase de la matrice [12]. Plusieurs références ont également signalé que les agglomérations de fibres dans la matrice, l'absorption d'humidité par les fibres et les défauts interfaciaux pourraient être les principales causes de la réduction de la

résistance à la flexion des composites. Tous ces facteurs auraient limité le transfert de contrainte du PE aux fibres de liège lors des essais de flexion [13- 15].

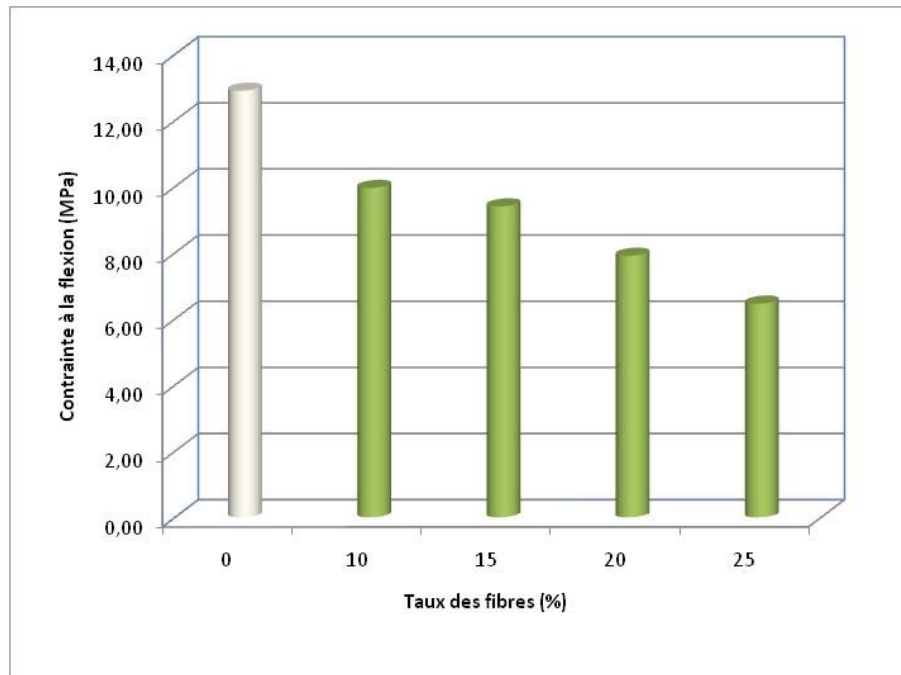


Figure III.5 : Evolution de la contrainte à la flexion des composites en fonction du taux des fibres de liège.

IV.2.2.2.b. Module de flexion

La figure III.6 montre l'effet taux des fibres de liège sur le module de flexion des biocomposites PE/ fibres de liège. Le module de flexion a montré une tendance faible avec l'augmentation du taux de la charge. Il est normal que le module de flexion augmente lors de l'introduction de fibres dans la matrice PE. Tendance similaire également trouvée par Sahari et al [16], Ghazanfari et al [17], Bisht et al [18], ont expliqué ce comportement par la grande rigidité des fibres de palmier dattier par rapport la matrice de PE.

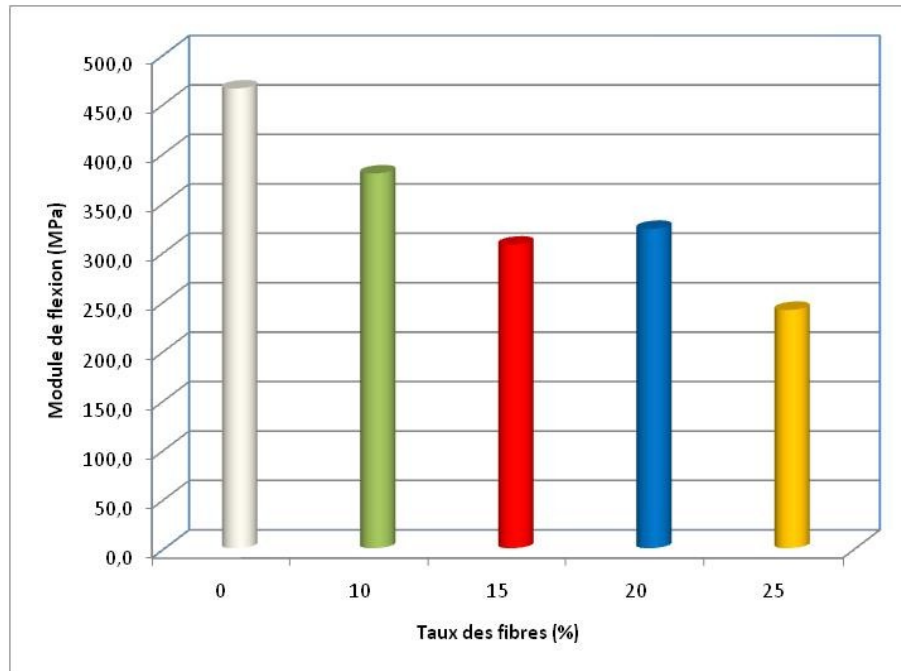


Figure III.6 : Evolution de module de flexion des composites en fonction du taux des fibres de liège.

Références

- [1] H, S.YANG, H, J.KIM, J.SON, H, J.PARK, B, J.LEE, T, S.HWANG, Rice-husk flour filled polypropylene composites mechanical and morphological study, *Composite Structures*, 63, 305–312, 2004
- [2] T.MASRI, H.OUNIS, L.SEDIRA, A.KACI, A.BENCHABANE, Characterization of new composite material based on date palm leaflets and expanded polystyrene wastes, *Construction and Building Materials*, 410–418, 2018.
- [3] BARCZEWSKI M, MATYKIEWICZ D, PIASECKI A, SZOSTAK M. Polyethylene green composites modified with post agricultural waste filler: thermo-mechanical and damping properties. *Compos Interfac*; 6440:1–13. 2017
- [4] AALASINSKA K, BARCZEWSKI M, GÓRNY R, KLOZIŃSKI A. Evaluation of highly filled epoxy composites modified with walnut shell waste filler. *Polym Bull*: 2511–28. 2017
- [5] JACEK ANDRZEJEWSKI, MAREK SZOSTAK, MATEUSZ BARCZEWSKI, PATRYCJA ŁUCZAK, Cork-wood hybrid filler system for polypropylene and poly(lactic acid) based injection molded composites. Structure evaluation and mechanical performance, *Composites Part B* 163; 655–668, 2019.
- [6] BLEDZKI AK, MAMUN AA, VOLK J. Physical, chemical and surface properties of wheat husk, rye husk and soft wood and their polypropylene composites. *Compos Appl Sci Manuf* , 41:480–8, 2010.
- [7] 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.
- [8] T. T. L. DOAN, S. L. GAO, E. MÄDER, Jute /PP composites, Effect of matrix modification, *Compos Sci Tech*, 66, 952-963 2006.
- [9] S, J .KIM, J, B. MOON, G, H. KIM, C, S. HA, Mechanical properties of polypropylene/natural fiber composites, comparison of wood fiber and cotton fiber, *Polym. Testing*, 27, 801-806 2008.
- [10] F, Z. ARRAKHIZ, M. EL ACHABY, A, C. KAKOU, S. VAUDREUIL, K. BENMOUSSA, R. BOUHFI, O. FASSI-FEHRI et A. QAISS, Mechanical properties of high density polyethylene reinforced with chemically modified coir fibers: Impact of chemical treatments, *Materials and Design*, 37, 379–383, 2012.
- [11] R. BODÎRLĂU, I. SPIRIDONET C, A. TEACĂ, Influence of components ratio upon mechanical properties of wood/thermoplastic polymer composites, *Cellulose Chemistry and Technology*, 43, 205-209, 2009.

- [12] M, E. BOURAHLI, Caractérisation d'un composite verre / époxy, Thèse de Doctorat, Présentée à l'Institut d'optique et Mécanique de Précision, 2014.
- [13] L, F.SILVIA, S, L.MILENA, G, V, C. ALBERTO, R, S.RICARDO, R.EDUARDO, morphological, and mechanical analysis of rice husk/post-consumer polyethylene composites, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 41, 154–160, 2010.
- [14] H, D.ROZMAN, Y, S.YEO, G,S.TAY, A.ABUBAKAR, The mechanical and physical properties of polyurethane composites based on rice husk and polyethylene glycol, *Polymer Testing*, 22, 617–23, 2003.
- [15] N.PETCHWATTANA, 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.
- [16] J. SAHARI, S, M. SAPUAN, E, S. ZAINUDIN, M, A. MALEQUE, Mechanical and thermal properties of environmentally friendly composites derived from sugar palm tree, *Materials and Design*, 49, 285–289, 2013.
- [17] A.GHAZANFARI, S.EMAMI, S.PANIGRAHI and L.TABIL, Thermal and mechanical properties of blends and composites from HDPE and date pits particles, *Journal of composite materials*, 42(1), 77 89, 2008.
- [18] N.BISHT, P, C.GOPE, Mechanical properties of rice husk flour reinforced epoxy biocomposite, *Int Journal of Engineering Research and Applications*, 5, 123-128, 2015

***CONCLUSION
GENERALE***

CONCLUSION GENERALE

Ce travail constitue une contribution à la recherche des caractéristiques des matériaux composites polymériques et les fibres de liège.

Cette étude regroupe un certain nombre d'aspects sur la préparation des matériaux consacrée à la valorisation des déchets de fibres de liège comme renfort dans la fabrication des matériaux composites à matrice polyéthylène.

Les résultats du MEB des différents échantillons analysés indiquent clairement que les composites PE/FL présentent une mauvaise adhésion inter faciale par rapport aux composites PE/FL.

L'étude des propriétés mécaniques de la traction de nos composites a montré que contrainte à la rupture, allongement et module d'Young augmente avec l'augmentation du taux de fibres.

Les résultats des essais de flexion montrent un abaissement de la contrainte à la flexion des composites par rapport aux PE vierge, cela due par la capacité de transfert de force plus élevée à l'interface du composites. L'augmentation du module de flexion est proportionnelle à l'accroissement du taux des fibres.

Résumé

Les composites à base de fibres végétales se trouvent de plus en plus dans des applications industrielles et leurs utilisations augmentent de jour en jour. Les principales raisons sont la disponibilité d'un grand éventail de fibres végétales, le respect de l'environnement et la recyclabilité quand ils sont combinés avec des polymères adéquats.

Dans ce contexte, ce travail s'intéresse dans un premier temps à la valorisation des déchets lignocellulosiques, un intérêt particulier a été porté au fibre de liège, comme charge dans la fabrication des matériaux composites à matrice polyéthylène avec des taux de charge de 2, 10, 15, 20, et 25%. L'impact du taux de fibres de liège incorporée sur les propriétés physico-chimiques, mécaniques, morphologique ont été étudiés.

Mots clé : polyéthylène, fibre de liège, propriétés mécaniques, morphologique.

Abstract

Composites based on vegetable fibers are increasingly found in industrial applications and their industrial applications and their use is increasing day by day. The main reasons for this are are the availability of a wide range of plant fibers, the environmental friendliness and the recyclability when combined with suitable polymers.

In this context, this work focuses firstly on the valorization of lignocellulosic waste, a particular interest was carried to the cork fiber, as a filler in the manufacture of composite materials with polyethylene matrix with filler rates of 2, 10, 15, 20, and 25%. The impact of the rate of cork fibers incorporated on the properties mechanical and morphological properties have been studied.

Key words: polyethylene, cork fiber, mechanical properties, morphology..
