

Université Mohamed Khider – Biskra
Faculté des Sciences et de la technologie
Département : Chimie Industrielle



جامعة محمد خيضر بسكرة
كلية العلوم و التكنولوجيا
قسم : الكيمياء الصناعية

Mémoire présenté en vue de l'obtention
du diplôme de Master en : Génie des Procédés

Option : Génie de l'environnement

***Elaboration et caractérisation d'un matériau à base
de Polyéthylène basse densité recyclé et chargé par
le Talc***

Présentée par :

CHALA Khaoula

Devant le jury composé de :

Président : Mme. C. Bourmel

Encadreur : Melle. D. Smail

Examinatrice : Mme. S. Djbebra

Co-encdreur : Mme. A. Loucif

Remerciements

Avant tout, je remercie Dieu pour tout le courage et la force qu'il m'a donné pour faire ce travail.

*Je tiens à adresser mes sincères remerciements à mon encadreur **M^{elle} SMAIL DALILA**, enseignante à l'université de BISKRA, de son encadrement, sa disponibilité, sa compétence, son dévouement et de ses conseils judicieux qui m'ont été d'un grand soutien moral et qui m'ont amené à réaliser ce travail.*

*Nous remercions également les membres de jury **Mme C.BOUREMEL** et **Mme S.DJBEBRA** pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail et pour nous avoir honorés de leurs présences en acceptant d'être rapporteurs de ce travail.*

*Nous remercions très profondément **Mme AMINA LOUCIF** pour son aide et ses encouragements.*

*Je remercie toute l'équipe des laboratoires de plastique et mécanique de **L'UNICAB** surtout **Grine Nabila** et **Salima Dahah** et tous mes collègues qui pendant les années d'étude m'ont aidé professionnellement et moralement je les remercie de tout mon cœur.*

A toutes les personnes qui nous ont aidées de près ou de loin.

Dédicaces

A mon père

A ma mère

A mes frères et ma sœur

A tous ceux qui me sont cher

Résumé

Les matières polymères issus de pétrole ont un impact important sur l'environnement du fait de leurs non biodégradabilité et donc leur recyclage est nécessaire dont le but de protéger l'environnement. C'est dans ce contexte que la présente étude a été menée qui avait comme objectif l'effet de talc sur les propriétés d'un PEBD recyclé. Trois extrusions ont été réalisées (deux recyclages) avec différents pourcentages de talc (0, 3, 5, 7 et 10%). La caractérisation de différentes formulations a été apportée par DRX, IRTF et l'étude des propriétés mécaniques (traction et dureté) et dont les résultats obtenus montrent une amélioration dans les propriétés.

Mots clés : Polyéthylène Basse densité, talc, recyclage, DRX, IRTF, Traction, Dureté.

Abstract

Material polymers of petrol have a great impact on the environment caused by their non biodegradation. In this work, the main objective is to prepare and to study the effect of addition of Talc on the properties of LDPE recycled. We have realized three extrusion (two cycle of recycling) with different percentage of talc (0, 3, 5, 7 et 10% wt). The characterization of different formulations by XRD, IRTF and the study of mechanical properties (Traction and hardness) shows clearly the amelioration of properties of LDPE recycled when compared to the LDPE not recycled.

Key Words : low density polyethylene, Talc, recycling, XRD, IRTF, Traction, Hardness.

Sommaire

Introduction générale.....	1-2
Chapitre I : Etude bibliographique du talc.....	03
I. Introduction.....	03
I.1 Généralités sur les argiles.....	03
I.1.1 Les minéraux argileux.....	04
I.1.1.1 Structures cristallines.....	04
I.2 Classification des minéraux argileux.....	05
A. Critères de classification.....	05
B. Classification.....	05
I.3 Le talc.....	06
I.3.1 Structure du talc naturel.....	07
I.4 Propriétés du talc.....	09
I.4.1 Lamellarité du talc.....	09
I.4.2 Propriétés chimique du talc.....	09
I.4.3 Propriétés physique du talc.....	10
I.5 Application du talc.....	10
Chapitre II : Polyéthylène.....	12
II.1 Définition.....	12
II.2 Types de polyéthylène.....	13
II.3 Historique.....	14
II.4 Classification.....	15
- Polyéthylène haute densité (PEHD).....	15
- Polyéthylène basse densité linéaire (PEBDL).....	15
- Polyéthylène basse densité-haute pression.....	16
II.5 Propriétés du PEBD.....	16
II.5.1 Propriétés physico-chimiques.....	16
II.5.2 Propriétés rhéologiques.....	16
II.5.3 Propriétés thermiques.....	17
II.5.4 Propriétés chimiques.....	17
II.5.5 Propriétés électriques.....	17

II.5.6 Propriétés de barrière.....	18
II.5.7 Propriétés mécaniques.....	18
II.6 Procédés de fabrication des polyéthylènes.....	19
II.7 Mise en œuvre, conception des pièces et application.....	20
II.7.1 Extrusion.....	20
a- Extrusion de profilé (plaques, joncs, tubes, fils).....	20
b- Extrusion-gonflage.....	20
-Films.....	20
-Films thermorétractables.....	20
-Films étirés.....	21
-Gaine expansée.....	21
c- Extrusion-Soufflage.....	21
d- Extrusion pour revêtement de câbles.....	21
II.7.2 Enduction.....	21
II.7.3 Moulage.....	21
II.7.3.1 Moulage par rotation (rotomoulage).....	21
II.7.3.2 Injection.....	22
Chapitre III : Recyclage des matériaux.....	23
Pourquoi recycler ?.....	23
III.1 Introduction.....	23
III.2 Définition.....	24
III.3 Différentes méthodes de recyclage.....	25
-Comment on recycle ?.....	25
III.3.1 Réutilisation.....	25
III.3.1.1 Recyclage primaire ou le recyclage mécanique.....	25
III.3.1.2 Recyclage Secondaire.....	26
III.3.1.3 Recyclage tertiaire.....	26
-La pyrolyse.....	26
-L'hydrogénation.....	26
-La gazéification.....	26
III.3.1.4 Recyclage quaternaire.....	26
III.4 Source des déchets plastique.....	27
III.5 processus de recyclage du plastique.....	28

III.5.1 Réception des matières premières.....	28
III.5.2 Processus de sélection.....	28
III.5.2.1 Séparation des matières non aptes en raison de leur typologie.....	28
III.5.2.2 Séparation des couleurs du plastique à consommer.....	28
III.5.3 Le déchiquetage.....	28
III.5.4 Lavage.....	29
III.5.5 Séchage et essorage.....	29
III.5.6 Homogénéisation.....	29
III.5.7 Extrusion.....	29
III.5.8 Filtrage.....	29
III.5.9 Granulé.....	30
III.5.10 Analyse et contrôle de la qualité.....	30
III.5.11 Conditionnement.....	30
III.5.12 Stockage.....	30
III.5.13 Logistique.....	30
III.6 Propriétés affectées lors du recyclage.....	30
III.7 Les applications de recyclage.....	31
III.8 Avantages du recyclage.....	33
III.8.1 Impacts du recyclage sur l'environnement.....	34
Chapitre IV : PERTIE EXPERIMENTALE.....	35
VI.1 Matériaux utilisés.....	35
VI.1.1 Talc.....	35
VI.1.2 Polymère.....	35
VI.2 Préparation des mélanges.....	36
VI.2.1 Extrusion.....	36
VI.2.2 Préparation des plaques.....	36
VI.3 Techniques d'analyse.....	37
VI.3.1 Propriétés mécanique.....	37
VI.3.1.1 Essai de traction.....	37
VI.3.1.2 Essai de durté(schore A).....	38
VI.3.2 Propriétés structural.....	39
VI.3.2.1 Analyse diffraction des rayons X (DRX).....	39
VI.3.2.2 Analyse Infra-Rouge à transformée de fourier (IRTF).....	39

VI.4 Méthodologies.....	39
Chapitre V : Résultats et Discussions.....	41
V.1.1 Propriétés mécaniques.....	41
V.1.1.1 Dureté shore A.....	41
V.1.1.2 Test de traction.....	42
V.1.1.2.1 Contrainte à la rupture.....	42
V.1.1.1.1 Allongement à la rupture.....	43
V.1.2 Propriétés structural.....	44
V.1.2.1 Diffraction des rayons X (DRX).....	44
V.1.2.1 Caractérisation Infra-Rouge à transformée de fourier (IRTF).....	48
-IRTF de talc.....	48
-IRTF de PEBD vierge.....	59
Conclusion générale	
Référence bibliographique	
Annxe	

LISTE DES FIGURES

Figure I.1: Représentation schématique d'une structure des minéraux argileux.

Figure I.2 : Schéma représentant la constitution d'un tétraèdre(a) et d'un octaèdre(b).

Figure I .3 : Classification des minéraux simplifiée d'après Caillère et Hénin.

Figure I.4 : Vue dans l'espace d'un feuillet élémentaire de talc.

Figure I.5 : Schéma structural du talc (schéma du haut : projection du réseau hexagonal sur le plan (001) ; schéma du bas : projection des trois couches sur le plan (110)).

Figure I.6 : Photographie d'un talc très lamellaire.

Figure I.7 : Photographie d'un talc microcristallin.

Figure I. 8 : Domaine d'utilisation du talc (diagramme circulaire).

Figure II.1 : Schéma représentatif du polyéthylène.

Figure II.2 : Polymérisation du polyéthylène.

Figure II.3 : Structure des différents polyéthylènes.

Figure III.1 : Signe de la propriété de recyclage.

Figure III.2 : Définition d'une filière de recyclage selon un schéma simplifié.

Figure III.3 : Schéma du recyclage des emballages en plastique.

Figure IV : Organigramme de la partie expérimentale.

Figure V.1 : Variation de la dureté de PEBD recyclé en fonction du pourcentage de talc et en fonction du nombre d'extrusion.

Figure V.2 : variation de la contrainte à la rupture en de PEBD recyclé fonction de % de talc de première extrusion.

Figure V.3 : Variation de la contrainte à rupture de PEBD recyclé en fonction de % de talc de 2^{ième} extrusion.

Figure V.4 : Variation de la contrainte à rupture de PEBD recyclé en fonction de % de talc de 3^{ième} extrusion.

Figure V.5 : Variation de la contrainte à rupture de PEBD recyclé en fonction de % de talc de 3^{ième} extrusion.

Figure V.6 : Variation de la l'allongement à la rupture de PEBD recyclé en fonction du % de talc et de nombre d'extrusion.

Figure V.7: Diffractogramme DRX de Talc.

Figure V.8: Diffractogramme DRX du PEBD.

Figure V.9 : Diffractogramme DRX du PEBD recyclé à 0% de talc pour : a- 1^{ière} extrusion, b-2^{ième} extrusion, c-3^{ième} extrusion.

Figure V.10 : Diffractogramme DRX du PEBD chargé par 5% de Talc pour : a-1^{ière} extrusion, b-2^{ième} Extrusion et c-3^{ième} Extrusion.

Figure V.11 : Diffractogramme DRX du PEBD chargé par 7% de Talc pour : a-1^{ière} extrusion, b-2^{ième} Extrusion et c-3^{ième} Extrusion.

Figure V.12 : Spectre FTIR de Talc.

Figure V.13: Spectre FTIR lors de la Première Extrusion.

Figure V.14: Spectre FTIR de PEBD chargé par le talc pour la 2^{ième} extrusion.

Figure V.15 : Spectre FTIR de PEBD chargé par le talc pour la 3^{ième} extrusion.

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1 : Propriétés électriques des polyéthylènes.

Tableau 2.2 : Perméabilité volumique aux gaz du polyéthylène basse densité-haute pression.

Tableau II.3 : Propriétés mécaniques des polyéthylènes.

Tableau III.1 : Applications les différents types de plastiques avant et après recyclage.

Tableau VI.1 : Composition chimique de la Talc.

Tableau VI.2 : Principales caractéristiques de Talc.

Tableau IV.3 : Caractéristiques de DEBD utilisé.

Tableau IV.4 : Composition des mélanges.

Introduction général

Les polymères de synthèse sont très utilisés dans divers domaines de notre vie quotidienne. L'utilisation quotidienne des matériaux polymères dans des secteurs d'activité divers comme l'automobile ou l'emballage nécessite des progrès et innovations permettant d'améliorer les propriétés de ces matériaux et d'augmenter la diversification de leurs champs d'applications. L'incorporation d'agents renforçant dans les polymères conduit à des matériaux dits composites et permet de répondre efficacement aux attentes économiques et pratiques, mais après leur utilisation ils sont accusés d'être des facteurs de pollution à cause de leur grande résistance à la biodégradation. Ainsi, l'un des nouveaux enjeux pour l'industrie plastique est d'intégrer les préoccupations environnementales, en réduisant les consommations de ressources non renouvelables ou en augmentant la valorisation des produits en fin de vie [1-2].

L'un des inconvénients majeur des matières polymères est le problème lié à l'environnement du fait de leur faible biodégradabilité. Leur recyclabilité est donc un enjeu majeur. Bien que le recyclage des polymères usés a été significativement amélioré afin de réduire leur volume dans les décharges, cette technique reste inadéquate pour certains déchets lesquels le polyéthylène basse densité est le polymère de base par excellence. Ce dernier est l'un des thermoplastiques les plus utilisés à cause de ses bonnes propriétés à l'état solide, son inertie chimique et son faible cout. Sa production mondiale est d'environ 140 millions de tonnes par an, ce qui peut générer un grand tonnage de déchets [1].

Ce travail a été réalisé en l'ENICABE de BISKRA qui avait comme objectif amélioration des propriétés du PEBD recyclé par addition de talc.

Le pant de travail adopté est comme suit :

Le partie théorique comporte trois chapitre ; le premier est consacré à l'étude une idée générale sur les argiles et plus particulièrement le talc (Définition, structure, propriétés et application). Le deuxième chapitre donne un aperçu sur le polyéthylène, types de Polyéthylène, classification, propriétés, Procédés de fabrication, mise en œuvre et applications. Le troisième chapitre est consacré au recyclage en savoir plus sur la façon de recycler les matières plastiques en général et de leurs applications.

Dans la partie expérimentale est présentée dans le quatrième chapitre ou on trouve une description des matériaux utilisés, techniques de caractérisation et méthodologies.

Le cinquième chapitre on expose les résultats ainsi que leur interprétation et on termine par une conclusion générale.

Chapitre I

Etude bibliographique du talc

I.1 Introduction

On désigne sous le nom général de charge toute substance inerte, minérale ou végétale qui, ajoutée à un polymère de base, permet de modifier de manière sensible les propriétés mécaniques, électriques ou thermiques, d'améliorer l'aspect de surface ou bien, simplement de réduire le prix de revient du matériau transformé.

Il existe une multitude de nanocharges, telles que les argiles lamellaires, les Nanotubes de carbone, les nanofils ou les silices colloïdales. Parmi elles les argiles lamellaires sont les plus utilisées, en raison de l'existence de ressources naturelles importantes et facilement exploitables. En outre, elles possèdent une structure en feuillet dont l'épaisseur est de l'ordre de 1 nanomètre avec une dimension latérale de plusieurs dizaines de nanomètres à quelques microns [3].

Ce premier chapitre donne un aperçu général sur les matériaux argileux ainsi que les différentes classifications et nomenclatures proposées dans la littérature. Une attention particulière a été accordée au talc, en mettant l'accent plus particulièrement sur les aspects physiques de ce minéral et ses intérêts industriels [3].

I.2 Généralités sur les argiles

Les argiles constituent la partie altérée des roches qui affleurent à la surface de l'écorce terrestre. Elles se forment le plus souvent par l'altération des minéraux de roches sous l'action des eaux, soit de surface, soit hydrothermales. Dans les deux cas, il y a un lien étroit entre la présence de l'argile et de l'eau. Les modes de formation des argiles sont souvent complexes et perturbés dans les phénomènes géologiques naturels; elles sont en conséquence toujours accompagnées d'impuretés. L'argile, en tant que roche, est constituée par des substances diverses sous formes de particules de très petite taille telles que: les carbonates, la silice, l'alumine, les sulfures, l'oxyde et l'hydroxyde de fer, l'oxyde de manganèse, la matière organique,... [4]

I.1.1 Les minéraux argileux

I.1.1.1 Structures cristallines

Les minéraux argileux sont des aluminosilicates présentant une structure en feuillets, d'où leur appellation de phyllosilicates (terme formé d'un morphème « phullon » issu du grec signifiant : qui a l'aspect de feuille). L'emploi des termes suivants dans les domaines des minéraux phylliteux est recommandé (figure I.1) :

Plan : un plan d'atomes.

Couche : formée par l'empilement de plans associés. Par exemple, couches tétraédriques (noté Te) et couches octaédriques (noté Oc) (figure I.2).

Feuillet : empilement articulé de couches. Par exemple :

- feuillet 1/1 : une couche tétraédrique plus une couche octaédrique ;

- feuillet 2/1 : une couche octaédrique entre deux couches tétraédriques.

Espace interfoliaire : l'espace qui se trouve entre les feuillets. Il peut être vide mais contient le plus souvent des cations, secs ou hydratés, des groupes hydroxylés ou des couches d'hydroxydes. Unité structurale : association d'un feuillet et d'un espace interfoliaire [5].

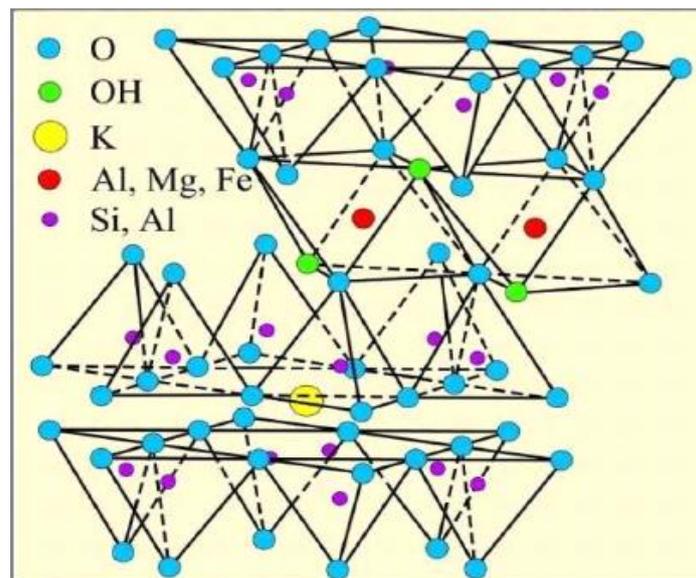


Figure I.1: Représentation schématique d'une structure des minéraux argileux [6].

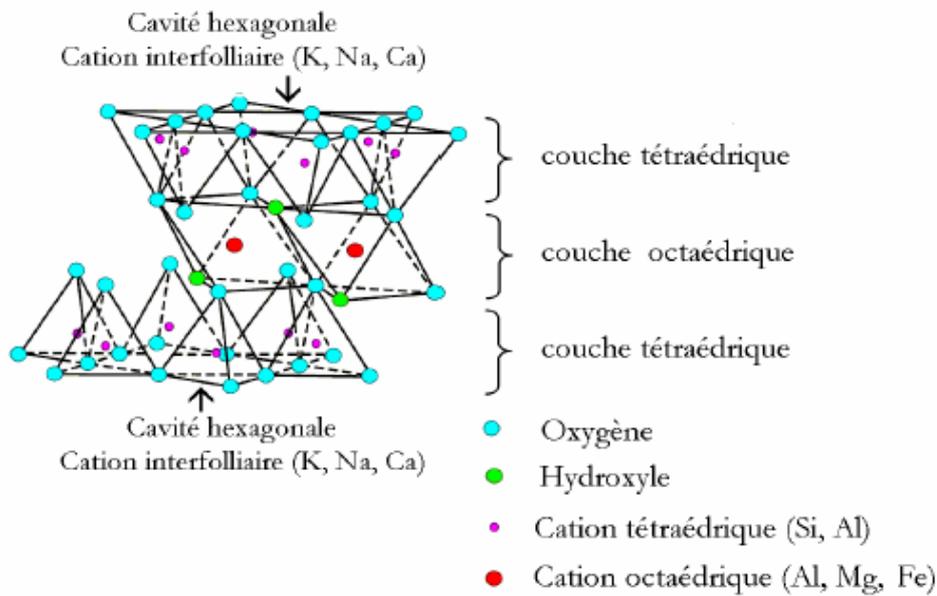


Figure I.2 : Schéma représentant la constitution d'un tétraèdre(a) et d'un octaèdre(b) [5].

I.3 Classification des minéraux argileux

A. Critères de classification

Les principaux critères de classification sont basés sur les paramètres suivants :

- la combinaison de feuillets (T/O ou 1:1, T/O/T ou 2:1, T/O/T/O ou 2:1:1) ;
- le type de cation dans l'octaèdre ;
- la charge de la couche ;
- le type de matériel dans l'espace interfoliaire (cation, molécules d'eau...) [7].

B. Classification

La classification est basée sur des notions structurales : le nombre de couche octaédriques et tétraédriques. Les minéraux argileux qui font partie du groupe des phyllosilicates se composent de couches élémentaires organisées de manière caractéristique : tétraèdres (SiO) et octaèdres (Al/MgO-OH) [8], formant ainsi trois sous-groupes distincts : les phyllosilicates «1:1», «2:1» et «2:1:1» [9].

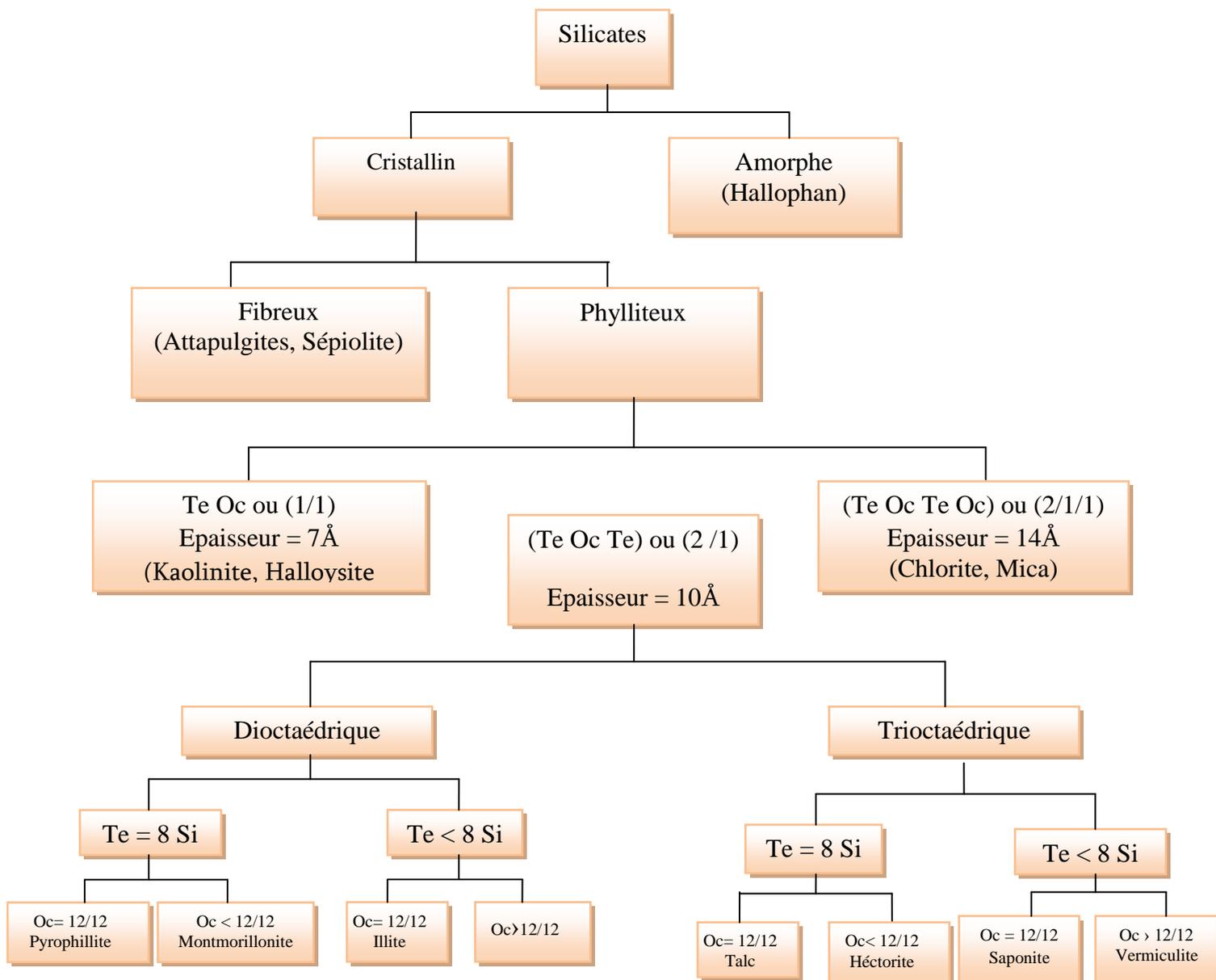


Figure I.3 : Classification des minéraux simplifiée d'après Caillère et Hénin [5].

I.4 Le Talc

Le talc est le minéral le plus tendre au monde. Bien que tous les minerais de talc soient doux, feuilletés, hydrophobes et chimiquement inertes, il n'existe pas deux talcs totalement identiques. Le talc est un élément vital de notre vie quotidienne. Les magazines que nous lisons, les polymères présents dans nos voitures et nos maisons, les peintures que nous utilisons et le carrelage sur lequel nous marchons sont quelques-uns des produits que le talc améliore [10].

Le talc appartient à la famille des phyllosilicates de formule chimique $Mg_3(Si_4O_{10})(OH)_2$ correspond à celle d'un silicate de magnésium hydraté avec la composition théorique suivante : SiO_2 : 63,27% ; MgO : 31,88% ; H_2O : 4,75% . Le minéral peut admettre dans son réseau du fer (jusqu'à 5%) en remplacement du magnésium [10].

Sa couleur en masse est blanche, verdâtre ou rosée quand il est pur. Cependant le talc peut présenter des couleurs variées en fonction des différentes impuretés qui l'accompagnent, comme le graphite qui donne des variées de talc grises ou noires. Dans tout les cas la poudre reste blanche [10].

I.4.1 Structure du talc naturel

Le talc appartient à la famille des phyllosilicates. Il s'agit de silicates en feuillets formes de réseaux tétraédriques de formule, T_2O_5 avec $T=Si^{4+}$, Al^{3+} , Fe^{3+} ou, plus rarement, Be^{2+} et Be^{3+} . Trois des quatre sommets de chaque tétraèdre, les oxygènes "basaux", sont liés aux autres tétraèdres situés dans un même plan, le plan basal (001) de symétrie hexagonale (Fig I.4) .Le quatrième sommet des tétraèdres, l'oxygène "apical", qui reste libre, pointe dans la direction perpendiculaire au plan (001). Ils constituent ainsi une partie du réseau octaédrique. Le centre du réseau hexagonal est occupé par un groupement OH^- , F^- ou Cl^- . Au centre du réseau octaédrique, se trouvent des cations, généralement Mg^{2+} , Al^{3+} , Fe^{2+} ou Fe^{3+} .

Le talc est un phyllosilicate trioctaédrique de type 2 : 1. Une couche octaédrique $MgO_4(OH)_2$ est insérée entre deux couches tétraédriques SiO_2 inversées. Un feuillet élémentaire est formé de deux couches de tétraèdres siliciques situées de part et d'autre d'une couche d'octaèdres de brucite ($Mg(OH)_2$) qui renferme le magnésium. L'empilement de ces feuillets confère au talc son aspect lamellaire. L'équidistance d'empilement est de 9,26Å.

La structure cristalline du talc est illustrée sur la figure I.4 et une coupe d'un feuillet est représentée sur la figure I.5.

Les tétraèdres présentent une rotation de 3 à 4° dans le plan (001), ce qui rapproche légèrement les atomes d'oxygène tétraédriques des atomes de magnésium octaédriques.

Les figures I.4 montrent que deux atomes de silicium se partagent trois atomes d'oxygène de chaque tétraèdre, tandis que le quatrième atome d'oxygène n'appartient qu'un seul atome de silicium. Le rapport silicium/oxygène est donc de 2/5 par couche de type silice.

La charge de cet empilement est neutralisée par le nombre adéquat de cations Mg^{2+} . Les feuillets élémentaires sont donc électriquement neutres. Les interactions de van der Waals, qui existent entre les atomes d'oxygène qui constituent la surface du feuillet, permettent de relier les feuillets élémentaires entre eux. Cette succession de feuillets électriquement neutres dans un plan vertical confère au talc son onctuosité et sa douceur. Un matériau est qualifié d'onctueux lorsque sa consistance, à la fois légère et douce, donne au toucher l'impression d'un corps gras [11].

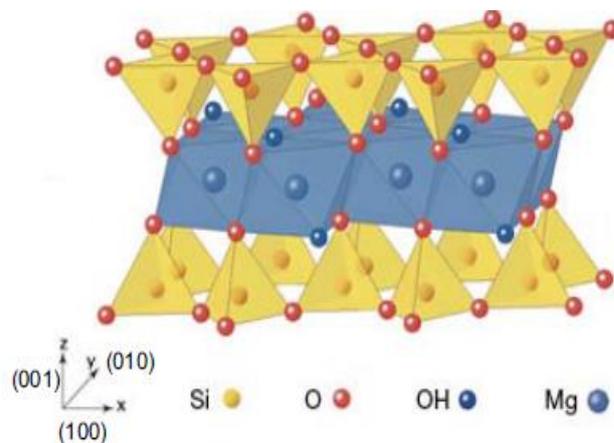


Figure I.4 : Vue dans l'espace d'un feuillet élémentaire de talc [11].

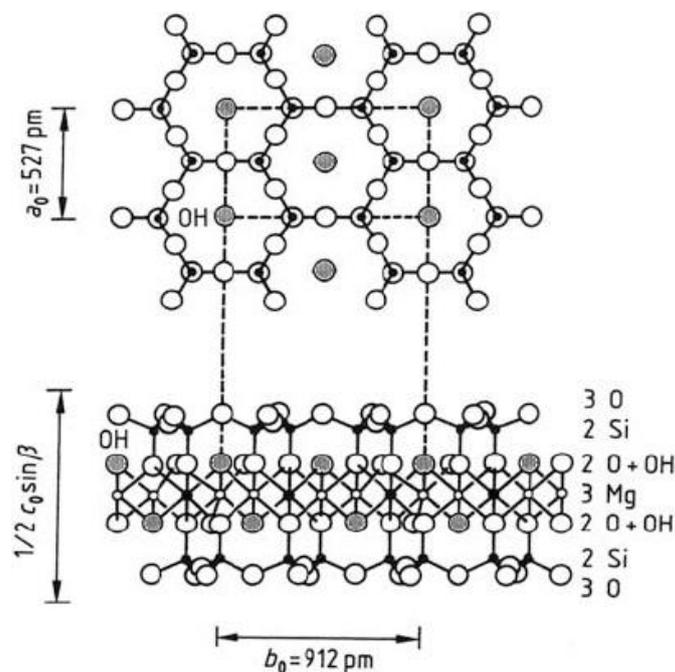


Figure I.5 : Schéma structural du talc (schéma du haut : projection du réseau hexagonal sur le plan (001) ; schéma du bas : projection des trois couches sur le plan (110)) [11].

I.5 Propriétés du talc

I.5.1 Lamellarité du talc

Tous les talcs sont des solides lamellaires. Cependant, la cristallinité diffère d'un talc à l'autre suivant son origine. Un paramètre, la lamellarité, va permettre de distinguer trois catégories de talc. La lamellarité tient compte de la taille des feuilletts par rapport à la taille des particules et de la régularité d'empilement de ces feuilletts. On distingue ainsi :

- Les talcs très lamellaires (Fig I.6), qui sont parfaitement cristallisés et qui sont formés d'un empilement régulier et très ordonné de grandes lamelles;
- Les talcs lamellaires, qui présentent un empilement moins régulier et une taille moyenne de feuillet plus petite;
- Les talcs microcristallins (Fig I.7), qui sont formés d'un empilement désordonné de petits feuilletts dont la taille est très inférieure à la taille de la particule.

Ce dernier type de talc se présente sous forme de particules rondes qui sont des agglomérats de cristaux élémentaires.

La lamellarité du talc lui confère douceur et onctuosité. En effet, les forces de van der Waals relient les feuilletts entre eux, ce qui leur permet de glisser les uns sur les autres et donne au talc un aspect lubrifiant [11].

I.5.2 Propriétés chimiques du talc

Les surfaces basales du talc sont formées de liaisons siloxane Si-O-Si et présentent un faible caractère basique selon Lewis. Ces liaisons siloxane sont nombreuses et très peu réactives. Les surfaces latérales sont constituées de fonctions de types silanol Si-OH et Mg-OH et présentent une acidité au sens de Bronsted. Ces fonctions sont plus réactives que les fonctions siloxane. L'atome de magnésium, qui présente une vacance électronique, est également considéré comme un acide au sens de Lewis. Le talc est macroscopiquement hydrophobe, il flotte sur l'eau [11].

I.5.3 Propriétés physiques du talc

Sa couleur est blanc-jaunâtre. Sa masse volumique est comprise entre 2700 et 2800 kg.m^{-3} et sa dureté est de 1,0 à 1,5 sur l'échelle de dureté de Mohs. D'un point de vue électrique, le talc est un isolant. Le talc est également un isolant thermique. Il est réfractaire. A 1000 °C, le talc se calcine et se modifie chimiquement pour donner un mélange de silice (SiO_2) et d'ensatite (MgSiO_3) [11].

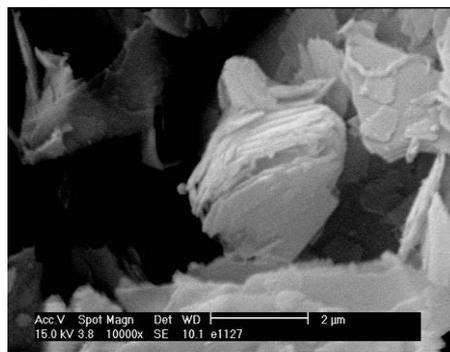


Figure I.6 : Photographie d'un talc très lamellaire [11].

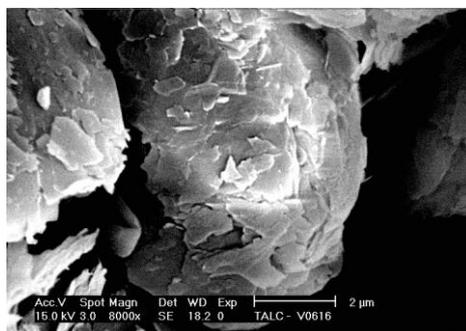


Figure I.7 : Photographie d'un talc microcristallin [11].

I.6 Applications du talc

Le talc est largement utilisé dans différents domaines, notamment dans les secteurs de la céramique, des peintures (peinture antirouille), des composés à joint pour gypse, des cosmétiques, du plastique, du caoutchouc, etc. [12]

Il est très souvent utilisé comme charge minérale mais ses différentes propriétés font qu'il entre dans la composition de différentes formulations relatives à des divers domaines industriels. Les différents domaines d'application du talc sont représentés sur la Figure I. 8 :

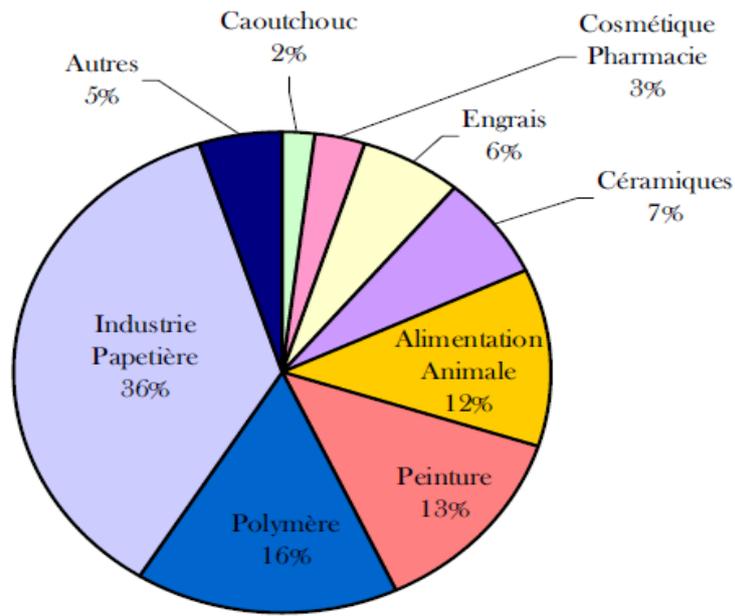


Figure I. 8 : Domaine d'utilisation du talc (diagramme circulaire) [13].

D'autres domaines d'application concernent l'industrie papetière, peintures, dans l'agriculture et les engrais, dans la céramique, dans les caoutchoucs et dans les domaines de traitements des eaux usées [12]

Chapitre II

Polyéthylène

II.1 Définition

Les polymères, appelés communément "matières plastiques", sont inséparables de notre environnement et de notre vie pratique. Ils se sont imposés dans tous les domaines de nos activités: des objets les plus banals jusqu'à des applications techniques sophistiquées, en passant par leur utilisation dans les produits d'hygiène ou alimentaires [14].

Le plus souvent synthétiques, quelquefois naturels, ils doivent cet essor à leurs larges gammes de caractéristiques, (durs, mous ou élastiques, transparents ou opaques, isolants et quelquefois conducteurs, plus ou moins résistants aux conditions agressives de leur usage, toujours légers) [14].

C'est la nature particulière de leurs molécules en forme de chaîne, ainsi que la variété des modes d'assemblage qu'elles adoptent, qui sont à l'origine de cette diversité [14].

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 :

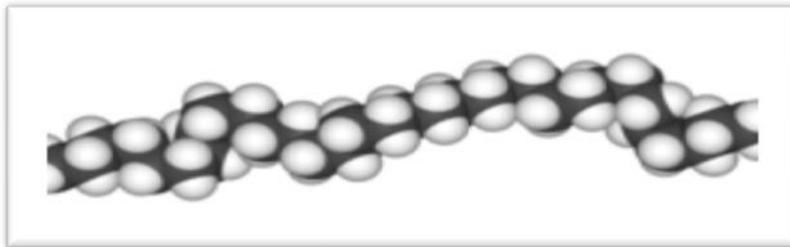
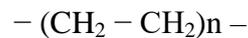


Figure II.1 : Schéma représentatif du polyéthylène [14].

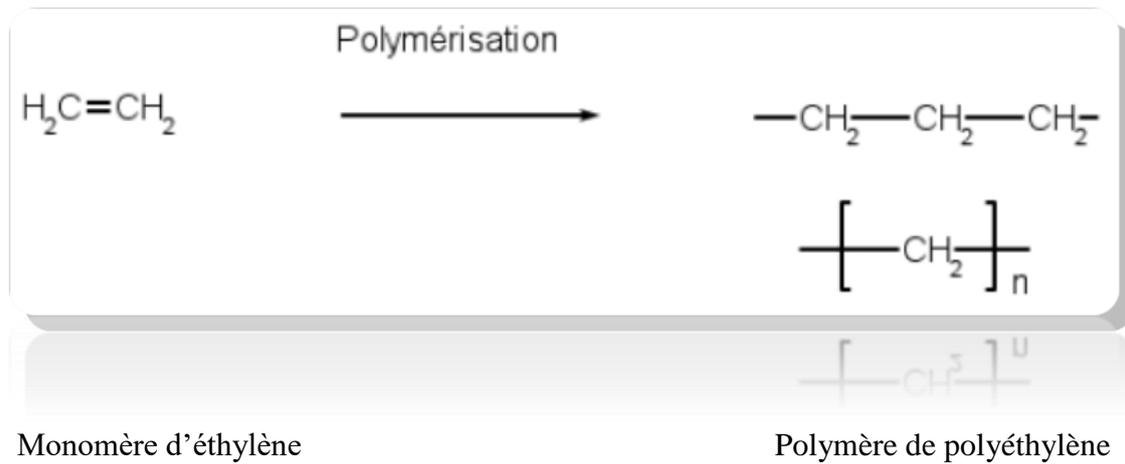


Figure II.2 : Polymérisation du polyéthylène [14].

Le polyéthylène est translucide, facile à manier et résistant au froid. Le polyéthylène est thermoplastique. Cette matière plastique représente à elle seule environ un 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 [14].

II.2 Types de Polyéthylène

Le polyéthylène existe sous trois formes possibles, suivant les voies de synthèse utilisées :

- Le PEHD, polyéthylène haute densité synthétisé sous faible pression par le procédé Ziegler (catalyse organométallique supportée base titane). Il se présente sous la forme d'une chaîne macromoléculaire linéaire régulière. Quelques irrégularités restent présentes (1% carbone) et se manifestent sous la forme de courtes ramifications. Sa masse volumique est la

plus importante de tous les polyéthylènes et varie entre 0.955 et 0.970 g/cm^3 (Figure II.3 a) ;

- Le PEBD, polyéthylène basse densité synthétisé sous forte pression par polymérisation radicalaire. Contrairement au PEHD, le PEBD présente un nombre élevé de ramifications relativement importantes (de l'ordre de 60% de carbone) directement responsables de sa faible masse volumique (de 0.915 et 0.935 g/cm^3) (Figure II.3 b) ;

- Le PEBDL, polyéthylène basse densité linéaire obtenu par copolymérisation par catalyse Ziegler ou métallocène d' α -oléfine sous forte pression. La teneur en branchements latéraux ainsi que leur longueur sont contrôlées en fixant le type et la concentration de monomères avant réaction (Figure II.3c).

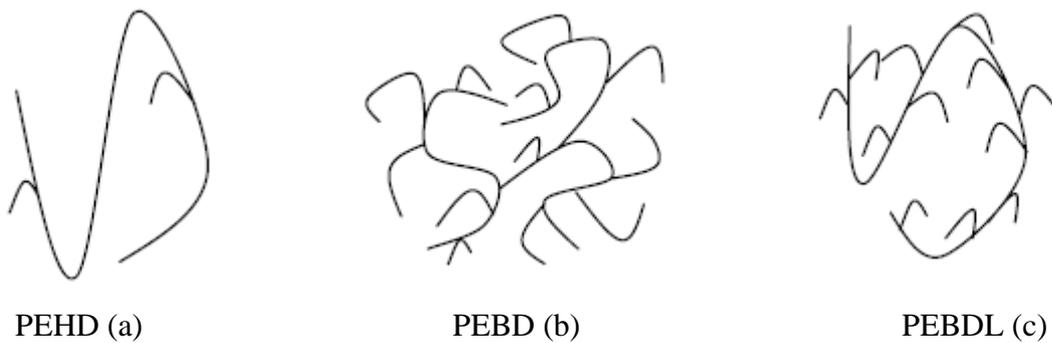


Figure II.3 : Structure des différents polyéthylènes [15].

II.3 Historique

Le polyéthylène basse densité a été inventé en 1933 par E.W. Fawcett et R.O. Gibson. Le polyéthylène haute densité est synthétisé en 1953 par le chimiste allemand Karl Ziegler. Le polyéthylène à basse densité linéaire a été inventé en 1970 [14].

Le PEBD est considéré comme un matériau "modèle" pour une étude fondamentale. L'étude mécanique statique se fait à l'aide d'une machine de traction. Elle nous permet de tirer plusieurs grandeurs physiques importantes [15].

On distingue deux familles qui se définissent en fonction de leur masse volumique :

- polyéthylènes basse densité ou PEBD : $0,86 \text{ g/cm}^3 < \rho < 0,94 \text{ g/cm}^3$.

- polyéthylènes haute densité ou PEHD : $0,95 \text{ g/cm}^3 < \rho < 0,97 \text{ g/cm}^3$.

Le PEBD est plus ramifié que le PEHD, ce qui signifie que les chaînes ne s'assemblent pas bien entre elles. Les forces intermoléculaires de type force de Van der Waals sont donc plus faibles. Il en résulte une plus faible densité, une plus grande malléabilité et une biodégradabilité plus rapide [14].

Il est utilisé dans les domaines les plus divers. Sa densité est inférieure à celle de l'eau. Il présente une bonne résistance chimique, il est chimiquement neutre pour les denrées alimentaires. Il est transparent et peut être facilement transformé car il se prête très bien au soudage. Sa durée de vie est très longue à cause de sa grande stabilité mais il se recycle bien. Sa perméabilité relative est de 2,25 [14].

II.4 Classification

▪ Polyéthylène haute densité (PEHD)

Le polyéthylène haute densité est dit aussi "basse pression" est obtenu par polymérisation sous des conditions moins sévères que celle de PEBD. La pression de polymérisation est inférieure à 50 bars et la température est voisine de 100°C. Sa densité est de 0.96g/cm³ et son taux de cristallinité de 93%. Sa température de fusion est comprise entre 130°C et 145°C Les chaînes de PEHD sont beaucoup plus alignées que celles de PEBD, ce qui explique la valeur élevée de sa densité [16].

▪ Polyéthylène basse densité linéaire(PEBDL)

Les polyéthylènes basses densités linéaires sont obtenus par copolymérisation de l'éthylène et d'une ou plusieurs oléfines (butène-1, hexène-1, octène-1, tétraméthyl-4-pentène-1) sous pression inférieure à 10⁷Pa, où les catalyseurs sont de type Ziegler ou Phillips [9]. Ces produits ont des caractéristiques voisines de celles des polyéthylènes basses densités haute pression (densité varie de 0.9 à 0.94 et un point de fusion qui varie de 115-128°C) [18].

- **Polyéthylène basse densité- haute pression**

Les polyéthylènes basse densité- haute pression est un polymère à branches à longues et courtes fabriqués par amorçage radicalaire avec les procédés haute pression de masse volumique 0.910à0.935g/cm³ [18].

II.5 Propriétés du PEBD

II.5.1 Propriétés physico-chimiques

Le PEBD est un polymère semi-cristallin, de densité située entre 0.91 et 0.92. Son taux de cristallinité est d'environ 43% à 50% et sa température de fusion cristalline est située entre 105°C et 115°C [16].

En général, le PEBD présente une bonne résistance chimique, il est [16] :

- Très résistant aux acides faibles.
- Résistant aux acides forts non oxydants.
- Très résistant aux bases faibles et fortes.

II.5.2 Propriétés rhéologiques

A l'état fondu, les PE-BD sont des liquides visco-élastiques non linéaires, leur viscosité dynamique varie en fonction du gradient de vitesse [18].

A indice de fluidité identique, les polyéthylènes linéaires (PE-BDL, mPE-BDL) sont plus visqueux pour des gradients de vitesses élevés que les produits radicalaires (PE-BDR).

En conséquence, en extrusion ou en injection, un polyéthylène linéaire consomme plus d'énergie qu'un PE-BDR. Par contre, la viscosité en élongation (gradients de vitesses faibles) d'un PE-L est plus faible que celle d'un PE-BDR, ce qui explique l'excellente étirabilité des PE-L conduisant à des épaisseurs de films réduites [18].

II.5.3 Propriétés thermiques

La température de fusion des polyéthylènes dépend fortement de la masse volumique et donc de la cristallinité. Elle est de l'ordre de 105 à 115°C pour les PE-BDR et de 115 à 125°C pour les polyéthylènes linéaires (PE-L) [18].

II.5.4 Propriétés chimiques

Les polyéthylènes possèdent une très bonne stabilité chimique :

- Très résistant à l'attaque par acides, bases et les solutions de sels (d'où leur utilisation en vaisselle de chimie) ;
- Insoluble dans l'eau même sous forme de films (emballage) ;
- Sensibles à la fissuration sous contraintes en présence de savon, alcools, détergents... ;
- Les polyéthylènes sont à l'état naturel très sensibles à l'action des rayons ultra-violet (UV) en présence d'oxygène (air) et pour résoudre cet inconvénient on ajoute des charges à base de carbonate [19].

II.5.5 Propriétés électriques

Le PEBD est une substance non polaire, caractérisée par : une permittivité relative faible (≈ 2 à 3) limitant ainsi le courant de déplacement, un facteur de pertes diélectriques relativement faible, et une rigidité diélectrique élevée [16]. Le tableau 2 résume les différentes propriétés des polyéthylènes [20].

Tableau II.1 : Propriétés électriques des polyéthylènes [20].

Propriétés	Unités	PE-BDR	PE-BD	PE-HD
Masse volumique	g/cm ³	0,918-0,937	0,915-0,940	$\geq 0,955$
Permittivité de relative-10 ⁶ Hz-	—	2,28-2,3		
Facteur de pertes diélectrique-10 ⁶ Hz-	—	2.10 ⁴		
Rigidité diélectrique	KV	≥ 65 pour épaisseur de 0,4mm		
Résistivité transversale	Ω .cm	1.10 ¹⁸		

II.5.6 Propriétés de barrière

Les polyéthylènes sont en général assez perméables aux hydrocarbures, essences...etc. L'imperméabilité décroît si le taux de cristallinité augmente du fait que le volume intermoléculaire diminue limitant ainsi la pénétration du gaz [19]. Dans le tableau II.2 sont représentées la perméabilité volumique aux gaz du polyéthylène basse densité-haute pression [20].

Tableau II.2 : Perméabilité volumique aux gaz du polyéthylène basse densité-haute pression [20].

Nature du gaz	Unités	perméabilités
Vapeur d'eau	$m^2.Pa^{-1}.s^{-1}$	$4,3.10^{-16}$
Oxygène	$m^2.Pa^{-1}.s^{-1}$	$0,2.10^{-16}$
Gaz carbonique	$m^2.Pa^{-1}.s^{-1}$	$0,7.10^{-16}$
azote	$m^2.Pa^{-1}.s^{-1}$	$0,06.10^{-16}$

II.5.7 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques du PEBD dépendent essentiellement de sa masse molaire et de sa cristallinité. Nous pouvons citer entre autres [16] :

- La résistance à la traction variant de 9 à 23 MPa.
- L'allongement à la rupture variant de 150% à 1000%.
- Le module d'élasticité en traction variant de 200 à 500MPa.

Les principales propriétés mécaniques des polyéthylènes sont résumées dans le tableau II.3 [20].

Tableau II.3 : Propriétés mécaniques des polyéthylènes [20].

Propriétés	Unités	PE-BDR	PE-BDL			PE-HD
Masse volumique	g/cm ³	9,18-0,935	0,918-0,927	0,915-0,940	0,923-0,950	>0.955
Indice de fluidité (190°C)	g/10min	0,2-6	2-70	0,9-4	4-50	0.3-18
Contrainte au seuil d'écoulement (traction)	MPa	8-15,5	7-10	9-20 ^(a)	10-20 ^(b)	25-30
Résistance rupture	MPa	9-23	8-10	20-30 ^(a)	10-13 ^(b)	30-35
Allongement rupture	%	150-1000	300-800	600-1200 ^(a)	500-700 ^(b)	500-1100
Module d'élasticité en traction	MPa	200-500	190-280	200-600	210-550 ^(c)	800-1100 ^(c)
Dureté shore	-	40-47	40-47	46-63	46-63	66

(a) Film 50microns, (b) Plaquette injectée, (c) Module en flexion

II.6 Procédés de fabrication des polyéthylènes

Deux technologies de polymérisation de l'éthylène ont été mises en évidence :

- La polymérisation par voie radicalaire, par Imperial Chemical Industries(I.C.I). Ce procédé donne naissance au polyéthylène basse densité [17].
- La polymérisation par voie ionique, opérant à basse pression qui conduit à un polyéthylène de haute densité ou à un polyéthylène de basse densité linéaire [17].

II.7 Mise en œuvre, conception des pièces et applications

Les polyéthylènes se mettent facilement en œuvre par les techniques de mise œuvre classique [19].

II.7.1 Extrusion

a- Extrusion de profilé (plaques, joncs, tubes, fils)

- L'indice de fluidité à chaud doit être < 2 .
- La fabrication de tube de $\varnothing_{\text{ext}} \leq 6$ mm ne nécessite pas de calibration ;
- Pour les tubes jusqu'à $\varnothing_{\text{ext}} \approx 110$ mm on utilise un conformateur à vide ;
- Pour des tubes de diamètre plus importants on calibre par surpression à l'intérieur de l'extruda.

L'épaisseur : pour les feuilles, il est de 0.25 à 1mm,

Pour les plaques il est > 1 mm dans ce cas on utilise des cylindres polisseurs

b- Extrusion- Gonflage

- Films

L'épaisseur varie de $10\mu\text{m}$ minimal à $250\mu\text{m}$ maximal, en moyenne $30\mu\text{m}$ [19].

Suivant l'application on utilisera des PE traités anti-U.V en agriculture ou transparents (sacs, serres...). Après soudage, on obtient des sacs (publicité, poubelle...) [19].

- Films thermorétractables

Figé à la sortie de l'étirage les macromolécules dans un état déformé (on peut imaginer des ressorts tendus). Un réchauffement pourra leur permettre de reprendre leur état stable conduisant à une rétraction (diminution des dimensions) et d'épouser ainsi parfaitement l'objet emprisonné (emballage, conditionnement...) [19].

- Films étirés

Utilise le film dans le domaine des allongements de 5 à 20% pour maintenir des charges en palette de manutention [19].

-Gaine expansée

Un agent gonflant se décompose en gaz lors de la phase d'extrusion (160 à 200°C) permettant ainsi l'expansion du produit (sacs, nappe...). L'aspect final satiné est esthétique. La masse volumique apparente est de 0.5 et 0.6 g/cm³ [19].

c- Extrusion-Soufflage

Les polyéthylènes sont largement utilisés dans la réalisation de corps creux : bouteilles, bidons, réservoirs...même de capacité élevée : réservoirs d'essence en PE pour voiture [19].

d- Extrusion pour revêtement de câbles

A élargi l'utilisation de ce dernier dans l'isolation de fils et câbles [19].

II.7.2 Enduction

Le polyéthylène est utilisé pour imperméabiliser divers supports (sac à engrais, emballage de meubles, films, savons, cartonnage de lait...).

Le PE de bonne étirabilité, bonne stabilité thermique, sans odeur, est employé sur des papiers Kraft, cartons ondulés, cellophane, feuille d'aluminium, toile de juts... [19].

II.7.3 Moulage**II.7.3.1 Moulage par rotation (rotomoulage)**

A partir de poudre (granulométrie $\approx 250\mu\text{m}$) on peut obtenir de grands récipients de formes complexes. L'épaisseur peut être très importante, jusqu'à 30mm (réservoirs, fosses, cuves...) [19].

II.7.3.2 Injection

La plage de température d'injection du PE et du PP est assez large, en fait des matériaux simples à injecter (160 à 240°C) [19].

- Tous les types d'alimentation du moule sont possibles : capillaire, directe, sous-marine, canaux chauds...
- On peut jouer sur l'élasticité du matériau pour démouler. Contre dépouille jusqu'à 1% pour le PE-BD.
- Le retrait important de ces polymères partiellement cristallins est important et peut entraîner des retassures, des déformations pour des pièces épaisses. Retrait de 2 à 3% et jusqu'à 4%.
- Les métaux, notamment le cuivre, sont des catalyseurs de dégradation et devront être évités au contact du polypropylène ou polyéthylène (les inserts en cuivre sont à portraire) [19].

Chapitre III

Recyclage des matériaux

- Pourquoi recycler ?

Le recyclage et le réemploi permettent d'économiser une grande quantité d'énergie primaire, notamment du pétrole, la principale matière première de la plupart des matières plastiques [21].

III.1 Introduction

Les matières plastiques ont un effet sur l'environnement durant toute l'étape de leurs vies, comme matière première de mise en œuvre, comme produit manufacturé, comme produit recyclé ou remanufacturé et majoritairement comme déchet [22].

Certaines mesures réglementaires sont actuellement prises pour encourager et d'autres pour imposer le recyclage en vue de conserver les ressources naturelles pour les générations futures dans des perspectives de développement durable. D'où la nécessité de trouver des techniques non polluantes de recyclage de ces matériaux polymères [23].

Les thermoplastiques se distinguent par leurs propriétés de recyclage. Ils ont la possibilité de conserver leurs propriétés plastiques contrairement aux thermodurcissables et les élastomères [22].

La figure III.1 signifie que le matériau concerné a la propriété de recyclage, ce signe est appelé sigle Ruban de Möbius [24].

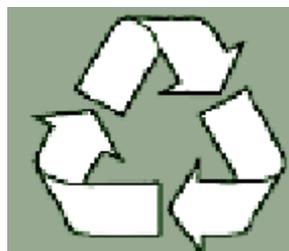


Figure III.1 : Signe de la propriété de recyclage [24].

Chacune de ces trois flèches se trouvent dans cette figure ont des significations [25] :

- La première : symbolise la collecte des matériaux usés.
- La seconde : la réutilisation et la production de nouveaux produits grâce aux rebuts.
- La troisième : reconnaît le rôle important du consommateur qui réclame de plus en plus des produits recyclés.

Le recyclage des plastiques est un moyen de protection de l'environnement, et ce par la réduction de déchets. Etant un dérivé du pétrole, la réduction du plastique et ses déchets représentent un intérêt environnemental et économique, sachant que le recyclage d'une tonne de plastique équivaut à une économie de 700 Kg de pétrole brut [26].

Les produits fabriqués à base de plastiques recyclés couvrent plusieurs domaines : des tuyaux de drainage, des cassettes audio et vidéo, des casques de vélo, il existe même des ordinateurs en plastique recyclé [26].

III.2 Définition

Le recyclage est défini comme "toute opération de valorisation par laquelle les déchets sont retraités en produits, matières ou substances aux fins de leur fonction initiale ou à d'autres fins. Cela inclut le retraitement des matières organiques, mais n'inclut pas la valorisation énergétique, la conversion pour l'utilisation comme combustible ou pour des opérations de remblayage". Le recyclage est donc à distinguer [27] :

- du réemploi, qui consiste à utiliser des produits ou des composants de nouveau pour un usage identique à celui pour lequel ils avaient été conçus, sans étape de déformation de la matière;

- de la valorisation énergétique de la matière, qui permet d'utiliser les déchets pour la production d'énergie en remplacement d'autres sources d'énergie.

Toute activité de recyclage est définie par une filière. D'une manière simplifiée, les trois éléments principaux qui caractérisent une filière sont décrits à la Figure (III.2). Ainsi, il ne peut y avoir recyclage que s'il existe une source de déchets, un procédé de recyclage et une application pratique [27].

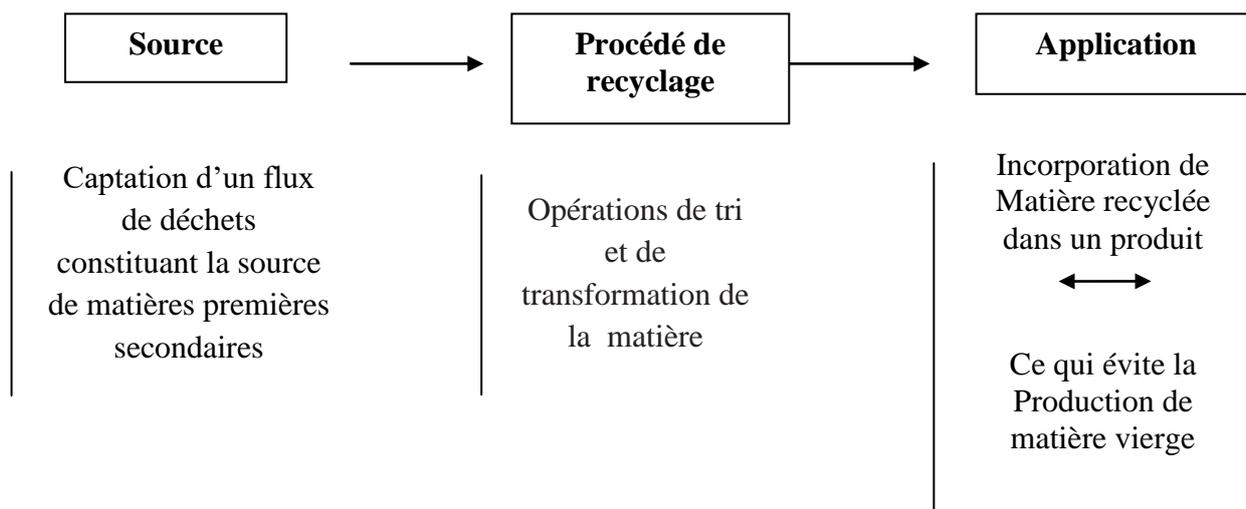


Figure III.2 : Définition d'une filière de recyclage selon un schéma simplifié [27].

III.3 Différentes méthodes de recyclage

- Comment on recycle?

Recycler : il faut d'abord collecter et trier les déchets en fonction de leur matière: carton, papier, verre, plastique...; 1, collecte des déchets (tri sélectif) puis envoi dans un centre de tri 2, une fois triés, les déchets sont pris en charge par des usines de transformation. Ils entrent dans la chaîne sous forme de déchets et sortent de la chaîne sous forme de matière prête à l'emploi (Fig III.3) [28].

Les méthodes de recyclage ou valorisation des déchets plastiques peuvent être divisées en quatre catégories :

III.3.1 Réutilisation

Le produit sera utilisé tel quel dans la même ou différente application.

III.3.1.1 Recyclage primaire ou le recyclage mécanique

Il désigne la mise en œuvre du matériau dans la même forme et de même valeur industrielle. Cela concerne les déchets d'usine lors de la fabrication des produits et aussi un autre recyclage primaire dit ' recyclage en cercle fermé' dans lequel un même produit est collecté et recyclé dans le même produit tel quel ou après modification chimique, c'est l'exemple des caisses de batterie polypropylène très utilisé ces décennies. Le recyclage

primaire apparait de loin comme la meilleure solution pour le traitement des déchets solides puisqu'il n'est pas de nature destructive [29].

III.3.1.2 Recyclage secondaire

Il désigne la réutilisation du matériau d'un produit de moindre valeur industrielle. Les deux exemples les plus connus étant la fabrication des sacs poubelles et des poubelles à base de matériau recyclés [29].

III.3.1.3 Recyclage tertiaire

Le recyclage tertiaire est un recyclage chimique. Il consiste en la décomposition chimique vers les éléments basiques (son monomère, oligomère ou combustible), réutilisables dans les raffineries, la pétrochimie et la chimie. Cela peut aboutir à nouvelles matières plastiques ou du combustible [29].

On distingue trois méthodes [30] :

- **La pyrolyse** : la décomposition des molécules par chauffage sous vide.
Ce procédé conduit à des hydrocarbures liquides ou gazeux utilisables ultérieurement dans les raffineries.
- **L'hydrogénation** : c'est le traitement par l'hydrogène et la chaleur des macromolécules qui sont craquées en huiles carbonées utilisables dans les raffineries et les usines de produits chimiques.
- **La gazéification** : les plastiques sont chauffés en présence d'air ou d'oxygène. Le gaz de synthèse résultant est constitué de monoxyde de carbone et d'hydrogène qui peut être utilisable dans la production de méthanol, d'ammoniac ou comme agent réducteur dans la production d'acier.

III.3.1.4 Recyclage quaternaire

Appelé aussi la valorisation énergétique, ce procédé de recyclage des déchets plastiques désigne l'incinération (combustion totale) des matériaux pour la production de chaleur ou électricité ou sans récupération d'énergie. Les déchets plastiques constituent un apport calorifique non négligeable qui peut être valorisé par récupération de la chaleur produite utilisable sous forme d'énergie électrique. [29]

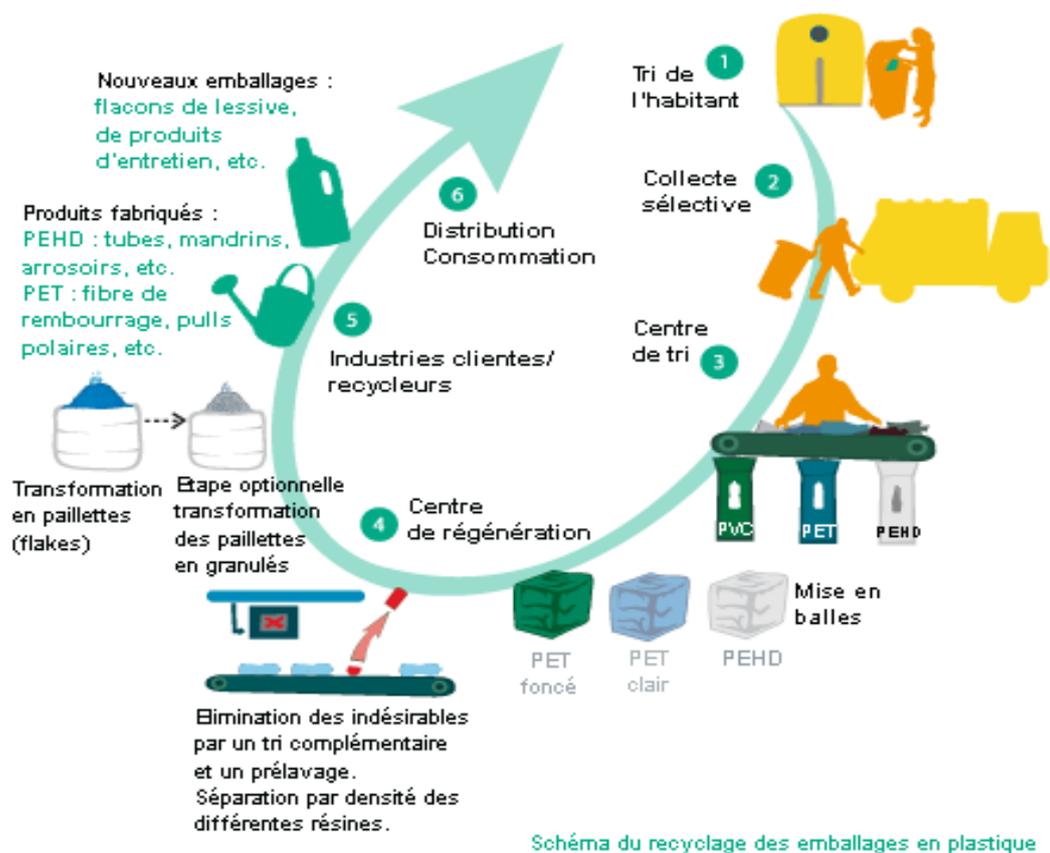


Figure III.3 : Schéma du recyclage des emballages en plastique [31].

III.4 Source des déchets plastiques

Il existe deux principales sources de déchet plastiques :

- Les déchets issus de sous produits industriels qui sont souvent des résidus de leur mise en œuvre. Leur composition est connue du fabricant donc facile à collecter car les stocks sont homogènes, non pollués et facilement identifiables. Ces déchets peuvent être directement recyclés par le producteur.
- Les déchets de post consommation. Ils sont principalement collectés dans les ordures ménagères et industrielles non plasturgistes. Ces matériaux sont généralement pollués, mélangés et incompatibles entre eux, ce qui rend difficile leur simple mélange ou compactage pour en faire de nouveaux produits. Ce problème trouvera certainement sa solution dans les nouvelles techniques d'identification des déchets par soit les symboles frappés sur les produits ou par code barre collés ou imprimés sur les produits [29].

III.5 Processus de recyclage du plastique

Le recyclage du plastique peut être divisé en plusieurs phases :

III.5.1 Réception des matières premières

Par matières premières est considéré tout matériau en plastique qui peut être recyclé (PEHD, PEBD, PP, PET, PS, ABS...) dans les usines. Le matériau doit être pré-trié selon la qualité et peut provenir de déchets industriels, agricoles et de post-consommation. Ces matériaux peuvent arriver dans des boîtes, des sacs, des conteneurs (en vrac) ou en balles [32].

III.5.2 Processus de sélection

Une fois réceptionnée, notre matière première passe par un rigoureux processus de sélection au cours duquel sont effectuées les étapes suivantes [32] :

III.5.2.1 Séparation des matières non aptes en raison de leur typologie

Sont séparées les matières plastiques différentes de celles utilisées au moment de la consommation par leur qualité du processus, les étiquettes, les matériaux ferreux, les terres, etc. Ce processus nous aide à garantir une qualité optimale, augmenter les capacités de production, éviter une production inefficace et il sert à garder un contrôle sur la matière première fournie par nos sources d'approvisionnement [32].

III.5.2.2 Séparation des couleurs du plastique à consommer

Cette phase permet d'obtenir une consommation réduite de colorants, ce qui apporte un plus grand bénéfice tant économique qu'environnemental, ainsi qu'une plus grande variété dans les produits finis, en offrant différentes palettes de couleurs [32].

III.5.3 Le déchiquetage

Les pièces sont broyées et déchiquetées dans des broyeurs de grande capacité productive grâce à un ensemble de lames rotatives, les réduisant en petits morceaux selon le diamètre du tamis. Avec le broyage, nous obtenons une granulométrie homogène du plastique, facilitant ainsi le travail ultérieur du transport, du lavage et du séchage [32].

III.5.4 Lavage

Une fois déchiqueté, le plastique est introduit dans des laveuses industrielles. Des pales remuent l'eau afin que le plastique reste totalement immergé et que les éventuelles impuretés telles que la terre, la pierre, le métal, le carton, le PVC et tous autres matériaux plus denses que l'eau se déposent au fond des laveuses [32].

III.5.5 Séchage et essorage

Les matières extraites des laveuses passent dans les centrifugeuses qui, en plus des fonctions de séchage, enlèveront complètement toutes les impuretés qui auraient pu encore échapper aux laveuses [32].

III.5.6 Homogénéisation

Une fois déchiquetée, lavée et séchée, la matière plastique est stockée dans un grand silo où elle est mélangée par un procédé mécanique jusqu'à ce que le matériau soit homogène en termes de couleur, texture et comportement, et prêt pour l'extrusion [32].

III.5.7 Extrusion

Le corps central de l'extrudeuse comprend un long canon qui, grâce à la chaleur et la friction de son axe interne, permet la plastification de toutes les particules créées antérieurement, avec pour résultat une pâte uniforme. Les polymères sont ainsi fondus grâce à la chaleur. C'est à ce moment que l'on ajoute la couleur nécessaire demandée par nos clients pour répondre à leurs besoins [32].

III.5.8 Filtrage

Avec la texture et la fluidité nécessaire, le plastique subit encore un processus de filtrage (un système de mailles très fines qui retient toutes les impuretés qui auraient pu rester collées à la matière lors des processus antérieurs : résidus de carton, petits morceaux de bois, de tissu ou d'autres matières incompatibles. Lorsque ces mailles se salissent, elles sont remplacées automatiquement par d'autres mailles propres) [32].

III.5.9 Granulé

Le plastique sort de la tête de l'extrudeuse sous la forme de monofilaments ou de fils qui se refroidissent au contact de l'eau placée dans la cuve. Les fils passent par la filière où ils sont coupés par une lame rotative [32].

Ce processus permet d'obtenir le grain ou le granulé adéquat demandé par nos clients, adapté à leurs besoins lors de l'achat de granulés [32].

III.5.10 Analyse et contrôle de la qualité

La production de granulés est divisée en lots. Chaque lot est analysé au laboratoire, les caractéristiques telles que la fluidité, la densité, les cendres... Cela permet d'assurer une qualité homogène de nos produits [32].

III.5.11 Conditionnement

Les granulés sont projetés depuis l'extrudeuse, par un système pneumatique au moyen d'un ventilateur électrique, jusqu'à un réservoir ou un silo où un cyclone supprime l'humidité résiduelle. Ultérieurement et en fonction des besoins que chaque client nous aura définis, le produit est emballé dans des sacs (Big Bag) ou des sacs de 25 kg [32].

III.5.12 Stockage

Un bon stockage du produit fini est essentiel pour éviter les éventuels dommages : chocs, rigueurs climatiques, détérioration, etc., afin d'atteindre un degré maximum d'acceptation du client. La capacité de stockage de produit fini est supérieure à 10 000 m² et cela permet d'offrir le traitement le plus approprié à la large gamme de produits fabriqués dans ces usines [32].

III.5.13 Logistique

Le matériau est prêt à être retiré par le client lui-même ou bien pour une livraison à destination grâce à la flotte de véhicules industriels dont la zone de couverture est nationale [32].

III.6 Propriétés affectées lors du recyclage

D'une manière générale, les propriétés de la matière peuvent être affectées lors du recyclage en raison de [27] :

- soit le comportement intrinsèque du matériau lors de sa mise en œuvre (par exemple : dégradation de plastiques) ;

- soit la présence de contaminants dans la matière recyclée ; ces contaminants peuvent provenir :

- de la composition fixée lors de la phase de production du matériau (exemple: revêtement).
- de la phase d'utilisation (exemple : saletés déposées sur des conteneurs à déchets).
- de la filière de gestion des déchets, (exemple : matériaux différents collectés dans le même flux et non triés).

Le recyclage peut affecter les propriétés suivantes d'un matériau :

- Mécaniques
- Rhéologiques
- Couleur, aspect
- Odeur
- Contact alimentaire et aspects sanitaires

III.7 Les applications de recyclage

Le recyclage permet d'utiliser des matières récupérées plutôt que des matières vierges dans la fabrication de nouveaux produits. Le recyclage est différent du réemploi car il modifie l'objet initial.

Cette dernière permet de limiter l'utilisation des ressources naturelles et la consommation d'énergie et d'eau liée à la fabrication de produits à partir de matières vierges. Les applications de recyclage est concentré dans le tableau III.1 [33].

Tableau III.1 : Applications les différents types de plastiques avant et après recyclage [21].

Type de plastique	Applications primaires des plastiques	Applications secondaires après recyclage mécanique
PEHD: polyéthylène haute densité	Applications à parois épaisses rigides telles que bouteilles, flacons, seaux, bouchons, jouets, articles ménagers, réservoirs à carburant, tuyaux d'évacuation, feuilles pour sacs à ordures ménagères, caisses à claire-voie.	Sacs à usage industriel, conteneurs de déchets, flacons pour produits de nettoyage, couvercles, fûts, palettes, seaux, plaques, caisses à claire-voie, emballages et produits de remplacement du bois
PEBD: polyéthylène basse densité	Feuilles d'emballage, films pour l'agriculture et l'horticulture, films extensibles, jouets, revêtements, tuyaux d'irrigation, sacs pour fruits et légumes, sacs à ordures ménagères, sacs publicitaires.	Sacs à ordures ménagères, sacs publicitaires, films pour l'agriculture, films pour la construction, palettes, tuyaux
PP: polypropylène	Pots à yaourt, barquettes pour margarine, caisses à claire-voie, plats pour micro-ondes, emballages médicaux, pièces pour automobiles, tapis et fibres, pièces d'appareils électriques, meubles de jardin, bouchons de bouteilles/flacons.	Caisses à claire-voie, palettes, emballages pour des liquides techniques comme pots de peinture, pièces pour automobiles, châssis cachés, pièces pour du matériel électrique, batteries pour automobiles, caisses à outils, mobilier de jardin, textile, bacs à fleurs.
PS: polystyrène	Emballages à usage unique pour viande et charcuterie, glaces, et légumes, appareils électriques, gobelets à café, tasses et assiettes, cassettes vidéo et audio,	Cintres, articles utilitaires, films, emballages, isolation, profilés, meubles, matériel électrique et électronique.

	trains miniatures.	
PSE: polystyrène expansé	Emballages tampons pour appareils ménagers, électronique et instruments, emballages pour œufs, emballages pour restauration rapide, isolation thermique.	Pièces pour CD, armatures d'appareils-photos à usage unique, pots de fleurs ornementaux, cintres, plaques d'isolation, emballages pour le transport, agglomérés légèrement isolants (poroton), substrat pour plantes
PVC: chlorure de polyvinyle	Châssis de fenêtres, profilés pour la construction, tuyaux d'évacuation, revêtements de sols, rideaux, gouttières, isolation des câbles, cartes de crédit, produits médicaux (y compris poches pour plasma sanguin), blisters, bouteilles, revêtements.	Revêtement de tuyaux, panneaux de façade, tuyaux, éléments pour systèmes de stockage, revêtement de sol, grillage, rails, conteneurs, chaussures, mobilier de jardin
PETP: polyéthylène téréphtalate	Bouteilles pour boissons gazeuses, emballages pour l'industrie alimentaire, vêtements.	Bourre pour anoraks, coussins et sacs de couchage, corde, tapis, bouteilles, films, bandes d'emballage
PUR: polyuréthane	Mousse de confort pour coussins et matelas, appuie-têtes et accoudoirs, éponges, mousse d'isolation.	Couche sous-jacente de tapis, tatamis, isolation acoustique, pièces pour automobiles, tapis pour bétail, mortier isolant

III.8 Avantages du recyclage

Les experts ont identifié deux avantages majeurs attribués au recyclage [34] :

1. la réduction de l'espace de décharge,
2. diminution des émissions des gaz des décharges et des incinérations.

III.8.1 Impacts du recyclage sur l'environnement

Les bénéfices économiques et environnementaux du recyclage sont considérables : il permet de protéger les ressources, de réduire les déchets, de créer des emplois, de protéger la nature et d'économiser les matières premières (Protection des richesses naturelles) [35].

Le recyclage permet de réduire l'extraction de matières premières :

- l'acier recyclé permet d'économiser du minerai de fer ;
- chaque tonne de matière plastique recyclée permet d'économiser 700 kg de pétrole brut ;
- le recyclage de 1 kg d'aluminium peut économiser environ 8 kg de bauxite, 4 kg de produits chimiques et 14 kWh d'électricité ;
- l'aluminium est recyclable à 100 % ; 1 kg d'aluminium donne 1 kg d'aluminium (après avoir été fondu) ;
- chaque tonne de carton recyclé fait économiser 2,5 tonnes de bois ;
- chaque feuille de papier recyclé fait économiser 1 l d'eau et 2,5 W d'électricité.

Chapitre IV

Partie Expérimentale

VI. Partie Expérimentale

VI.1 Matériaux utilisés

VI.1.1 Talc

Le talc est utilisé dans cette étude comme charge, c'est une poudre blanche obtenu chez GEBZ de la Turquie de composition chimique montré sur le tableau IV.1 et ces principales caractéristiques sont résumées dans le tableau IV.2 qui figure sur la fiche technique (Annexe A1):

Tableau VI.1 : Composition chimique de la Talc.

Nature	Compositions chimique (%)
MgO	29
SiO ₂	63
FeO ₃	1
CaO	2

Tableau VI.2 : Principales caractéristiques de Talc.

Propriétés	Valeurs
Dureté	1
Densité	0.4g /cm ³
Taille des particules	7µm

VI.1.2 Polymère

Le polymère étudié dans ce travail est le polyéthylène basse densité (PEBD), ALUCIDA CP-104 de l'Espagne dont les caractéristiques sont les suivantes (Annexe A2) :

Tableau IV.3 : Caractéristiques de PEBD utilisé.

Propriétés	Valeurs
Indice de fluidité (190°C/2,16Kg)	2.4g/10min, ISO 1133
Densité	920Kg /m ³ , ISO 1183
Contrainte à la rupture	14MPa, ISO 527-2
Allongement à la rupture	600%, ISO 527-2

VI.2 Préparation des mélanges

La composition des mélanges PE-Talc est résumée dans le tableau (VI.3).

Tableau IV.4: Composition des mélanges

Le mélange	La masse de talc (%)	Poids du mélange (g)	La masse de talc	La masse du PE (g)
1	0	200	0	200
2	3	200	6	194
3	5	200	10	190
4	7	200	14	186
5	10	200	20	180

VI.2.1 Extrusion

La préparation des mélanges à base de PEBD et le talc ont été réalisées dans une extrudeuse de type « **PLASTICORDER PEL 330** » de marque « **SHWABENTHAN** ». La vitesse de rotation est de 40tr/min avec les températures des trois zones sont les suivantes :

- La température de 1^{er} zone de l'extrudeuse ont été réglées à 125°C ;
- La température de 2^{ème} zone de l'extrudeuse ont été réglées à 130°C ;
- La température de 3^{ème} zone de l'extrudeuse ont été réglées à 135°C ;

VI.2.2 Préparation des plaques

Les éprouvettes destinées à la réalisation des différents tests ont été préparées par compression sur une presse type « **POLYSTAT 300 S** » et de marque « **SCHWABENTHAN** » à 130°C et sous les conditions suivantes :

- A 0 bars pendant 8 min ;
- A 50 bars pendant 1 min ;
- A 100 bars pendant 1 min ;
- A 150 bars pendant 1 min ;
- A 200 bars pendant 1 min ;
- A 250 bars pendant 1 min ;
- A 300 bars pendant 1 min et réduire la température un peu, puis ouvrir la vanne de l'eau pour refroidir les plaques.

VI.3 Techniques d'Analyse

VI.3.1 Propriétés mécanique

VI.3.1.1 Essai de traction

Les essais de traction ont été effectués sur des éprouvettes obtenues selon la norme ASTM VE 501 (figure VI.1) sur une machine type « Zwick / Roell modèle Z100 » assisté par micro-ordinateur. Les éprouvettes sont testées dans les conditions normales de température et de pression à la vitesse d'élongation de 100 mm/min sous une force de 5 KN.

Les essais de traction permettent d'obtenir la contrainte et l'allongement en accord avec les relations suivantes :

$$\sigma_r = F / S \quad \text{N/mm}^2 \dots \dots \dots \text{(VI.1)}$$

$$\varepsilon (\%) = (l - l_0) / l_0 \times 100 \quad \dots \dots \dots \text{(VI.2)}$$

Où :

- F: force appliqué.
- S : la surface partielle de l'éprouvette (mm²).
- l : longueur final (mm).
- l₀ : longueur initial (mm), l₀ = G (voir figure III.1).

La surface partielle de l'éprouvette à été calculée comme suit:

$$S = D \cdot e \quad (\text{mm}^2) \dots \dots \dots \text{(VI.3)}$$

Avec :

- D : largeur de la partie calibrée de l'éprouvette (mm) (voir figure VI.1).
- e : épaisseur de l'éprouvette (mm) (figure VI.2).

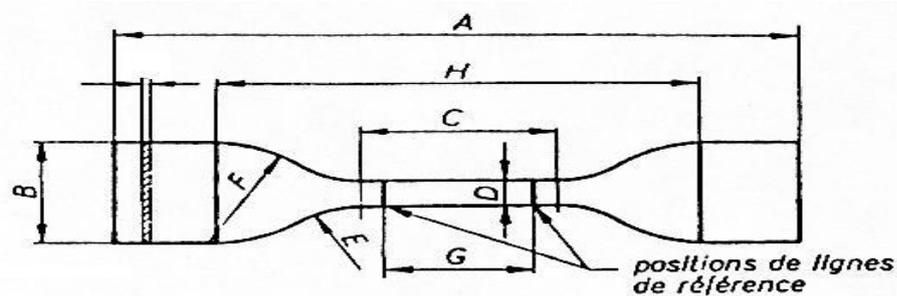


Figure VI.1 : Eprouvette altère pour le test de traction.

Dimensions de l'éprouvette :

- A :** Longueur totale minimale 75.00 mm.
- B :** Largeur des extrémités 12.5 ± 1.0 mm.
- C :** Longueur de la partie calibrée..... 25.0 ± 2.0 mm.
- D :** Largeur de la partie calibrée..... 4.00 ± 0.4 mm.
- E :** Petit rayon..... 8.00 ± 1.0 mm.
- F :** Grand rayon..... 12.5 ± 2.0 mm.
- G :** Distance entre les lignes de référence..... 20.0 ± 1.0 mm.
- H :** Distance initiale entre mâchoires..... 62.5 ± 5.0 mm.

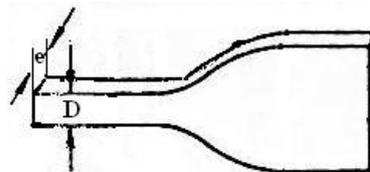


Figure VI.2 : Section de l'éprouvette après le test de traction.

- e : épaisseur de l'éprouvette..... 2.0 ± 0.4 mm.

VI.3.1.2 Essai de la dureté (schore A)

Les essais de la dureté ont été effectués selon un mode opératoire bien déterminé et selon la norme ISO 868 par un duromètre Schore A de marque « Zwick / Roell HPE » comportant un pied perceur, un pénétrateur de forme et de dimension donnée (bille en acier ou un icône en diamant) et un cadran indicateur permettant de lire directement l'enfoncement.

Les mesures sont effectuées sur des éprouvettes en cinq points d'emplacements différents puis une valeur moyenne a été calculée.

VI.3.2 Propriétés structurales

VI.3.2.1 Analyse par Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X est utilisée pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés et ordonné dans des plans réticulaires tridimensionnels des atomes constitutifs. Les atomes s'organisent donc en plans réticulaires plus ou moins denses qui sont désignés par leurs coordonnées (h, k, l) dans un système de repérage de l'espace. Les essais ont été effectués sur une machine type «**D8ADVANCE BRUKER aXS**» , utilisant la raie $K\alpha$ du cuivre dont la longueur d'onde $\lambda = 1.54186 \text{ \AA}$. La plage d'angle balayée va de $2\theta = 2^\circ - 40^\circ$ par pas 0.05° .

Le calcul de distances des raies caractéristique de l'argile se fait en utilisant la loi de Bragg :

$$K. \lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta \dots\dots\dots \text{(VI.4)}$$

Avec :

- K : l'ordre de diffraction qui est égale à 1.
- λ : la longueur d'onde (\AA).
- d_{hkl} : distance réticulaire des familles des plans hkl (\AA).
- θ : angle de diffraction ($^\circ$).

VI.3.2.2 Analyse par Infra-Rouge à transformée de fourier (IRTF)

La spectroscopie Infra-Rouge à transformée de fourier est est une technique qui permet de connaître les modifications apportée au polyéthylène. les spectre (IRTF) ont été réalisées sur un spectrophotomètre de type «**FTIR-8400S SCHIMADZU**» travaillant en transmission dans un domaine de longueur d'onde s'étalent de 4000 à 400 cm^{-1} .

VI.4 Méthodologie

Les différentes étapes de la partie expérimentale est résumé sur l'organigramme suivant :

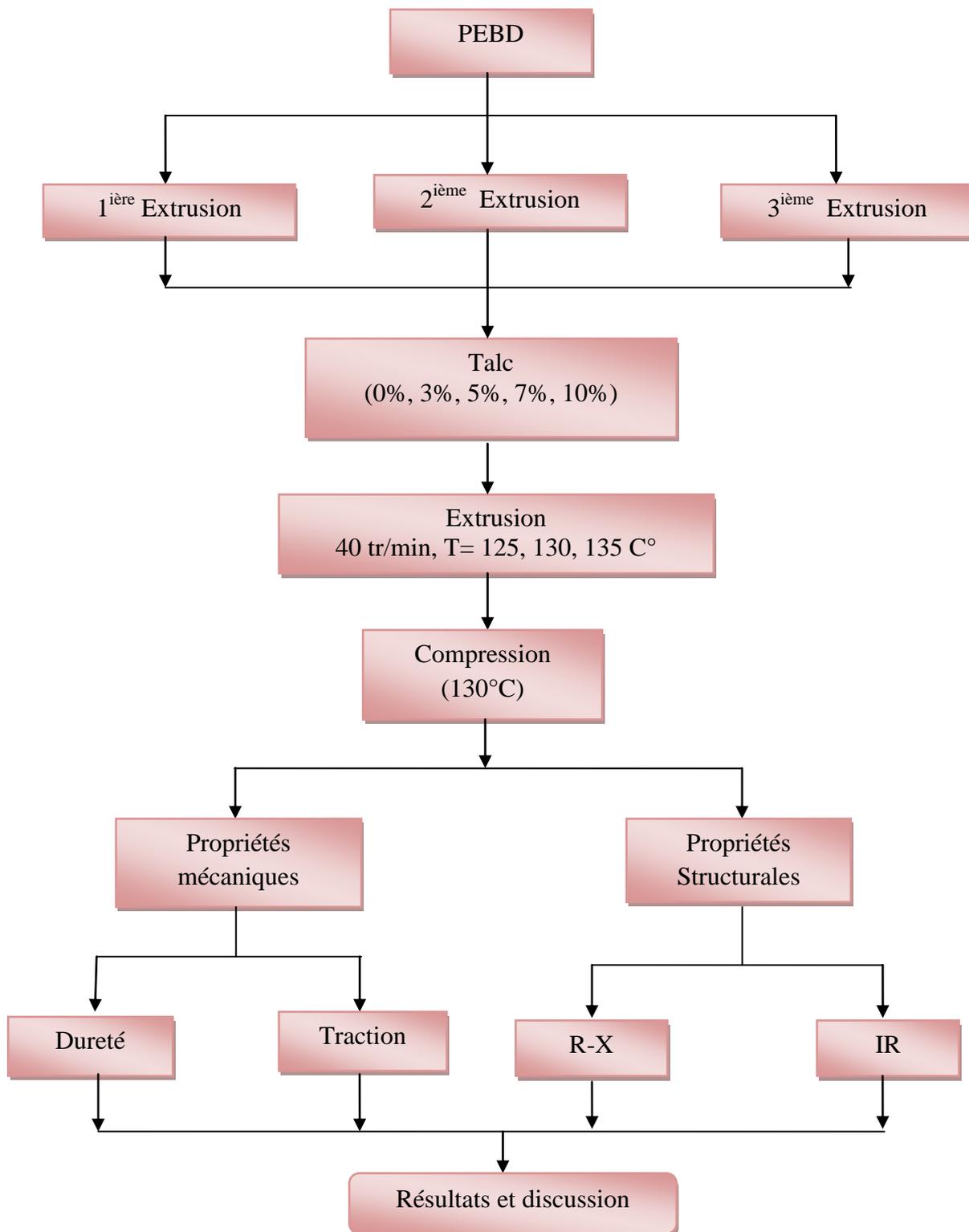


Figure VI.3 : Organigramme de la partie expérimentale.

Chapitre V

Résultats et Discussions

V. Résultats et Discussion

V.1 Propriétés mécaniques

V.1.1 Dureté shore A

La figure V.1 présente l'évolution de la dureté de PEBD en fonction du pourcentage de talc et du nombre d'extrusion.

D'après la figure on remarque que la dureté varie en fonction des pourcentages de talc et en fonction du nombre d'extrusion. Pour la 1^{ière} extrusion la dureté du PEBD augmente linéairement avec le pourcentage de Talc jusqu'à 7% puis une diminution est observé pour 10% de Talc. Pour la 2^{ième} (recyclé une fois et la 3^{ième} extrusion (recyclé deux fois), la dureté du PEBD augmente jusqu'à 5 % de talc puis une diminution est observée au delà de ce pourcentage (5%).

La présence de charges minérales affecte la dureté du PEBD cela est dû à la dispersion de talc sur la surface polyéthylène et il est à noter que la dureté de PEBD malgré qu'elle est superficielle une amélioration est observée pour le nombre d'extrusion.

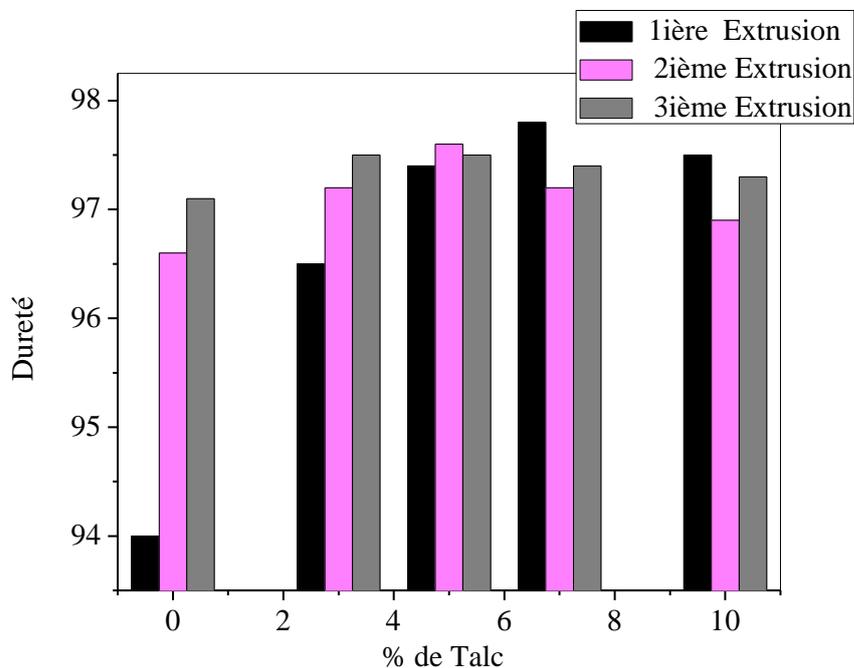


Figure V.1 : Variation de la dureté de PEBD recyclé en fonction du pourcentage de talc et en fonction du nombre d'extrusion.

V.1. 2 Test de traction

V.1.2. 1 Contrainte à la rupture

La figure V.2, la figure V.3 et la figure V.4 représentent la variation de la contrainte à la rupture de PEBD en fonction de pourcentage de talc et du nombre d'extrusion. D'après les figures, on peut dire que :

- ✓ la contrainte à la rupture en fonction du % de talc diminue pour la première extrusion.
- ✓ La contrainte à rupture augmente avec le % de talc pour la 2^{ième} et la 3^{ième} extrusion et une nette augmentation de la contrainte à la rupture à 5% de talc.

La diminution de la contrainte à la rupture pour de PEBD lors de la 1^{ière} extrusion est principalement dû à la nature des phases en présence, le PEBD est organique (présence de groupements CH₂) et le talc est minéral (présence de groupements Si-) ce qui génère une séparation de phase entre les deux constituants et par la suite une diminution de la contrainte. Du point de vue dispersion de la charge, le talc présente des agglomérats qui peuvent être des défauts de structure et cela conduit à la diminution des propriétés de polymère (la rigidité).

L'augmentation de la contrainte à la rupture de PEBD lors de la 2^{ième} et la 3^{ième} extrusion et en fonction de pourcentage de talc est dû principalement à l'augmentation de la cristallinité de PEBD, ce résultat est confirmé par la suite (Diffraction de rayon-X).

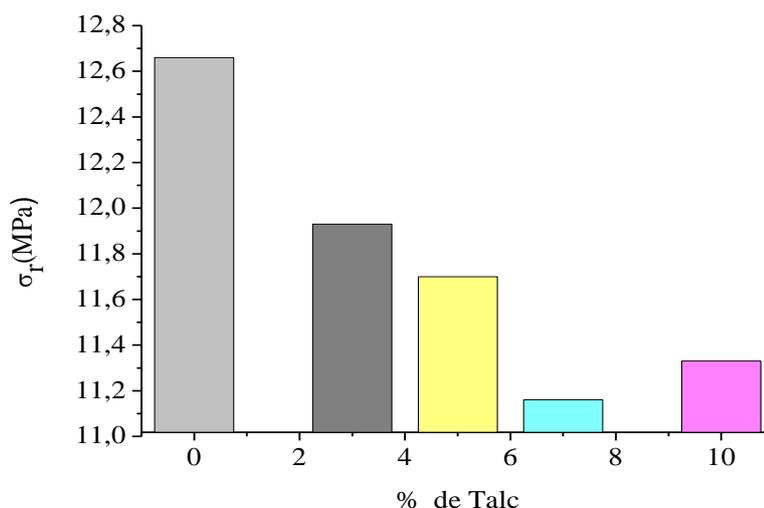


Figure V.2 : variation de la contrainte à la rupture de PEBD recyclé en fonction de % de talc de la première extrusion.

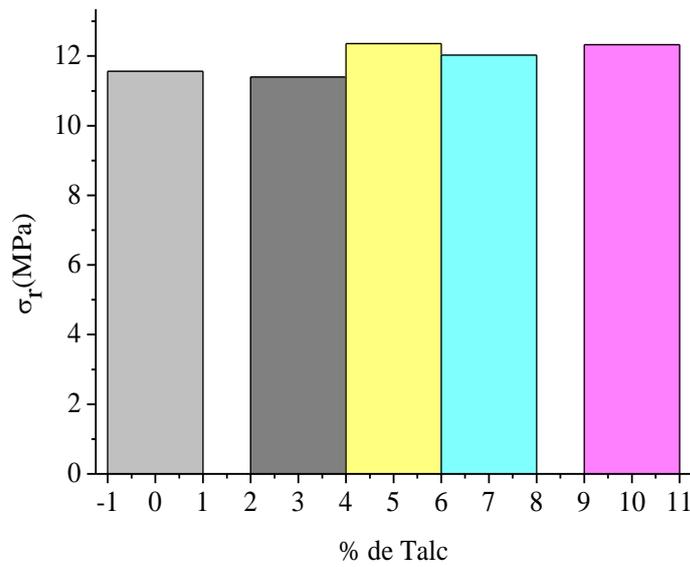


Figure V.3 : Variation de la contrainte à rupture de PEHD recyclé en fonction de pourcentage de talc pour la 2^{ème} extrusion.

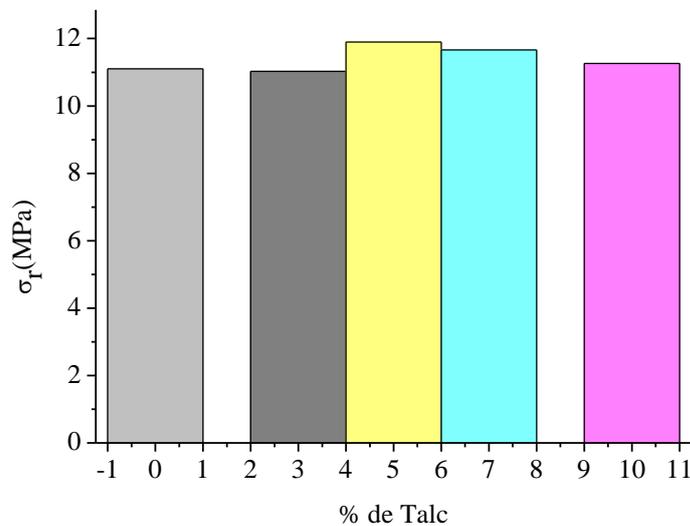


Figure V.4 : Variation de la contrainte à rupture de PEHD recyclé en fonction de pourcentage de talc pour la 3^{ème} extrusion.

V.1.2.2 Allongement à la rupture

La figure V.5 montre la variation de l'allongement à la rupture en fonction de pourcentage de talc dans les différentes extrusions. D'après les figures, il est à observer que

l'allongement à la rupture diminue en fonction du pourcentage de talc et en fonction du nombre d'extrusion.

La présence de talc avec les extrusions tend à diminuer l'allongement à la rupture et confère au polyéthylène un caractère plus rigide.

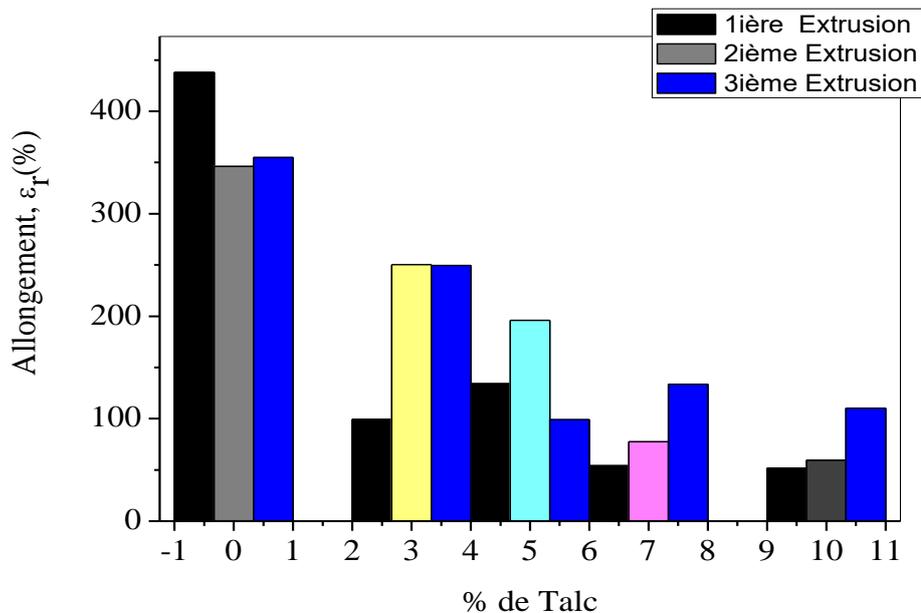


Figure V.5 : Variation de l'allongement à la rupture de PEBD recyclé en fonction du pourcentage de talc et de nombre d'extrusion.

V. 2 Propriétés structurales

V.2.1 Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction de rayon-X est une méthode qui met en évidence toutes les modifications apportées lors de la préparation des matériaux. Les résultats de l'analyse par diffraction des rayons-X du PEBD vierge, talc et leurs mélanges pour les nombres d'extrusion en fonction de l'angle de Bragg(2θ), sont présentés dans les figures V.6, V-7, V-8, V-9 et la figure V-10.

Les différents diffractogrammes révèlent une structure semi-cristalline, la phase amorphe se manifeste par des régions larges et dispersées, alors que la phase cristalline exhibe

des pics de diffraction typiques qui sont intenses et nettement aigus. Le diffractogramme DRX de PEBD vierge (figure V.6) qui est similaire à celui rapporté dans la littérature [36, 37, 38], montre deux principaux à $2\theta = 21,68^\circ$ et $2\theta = 24,01^\circ$, correspondent aux diffractions par les plans réticulaires (110) et (020) respectivement [39]. Deux autres pics sont observés dans le diagramme de diffraction du PEBD, l'un d'une intensité plus faible correspond au plan(011) et se situe à $2\theta = 36,48^\circ$, l'autre beaucoup moins résolu, vers $2\theta = 19,57^\circ$ est dû à la partie amorphe du PEBD.

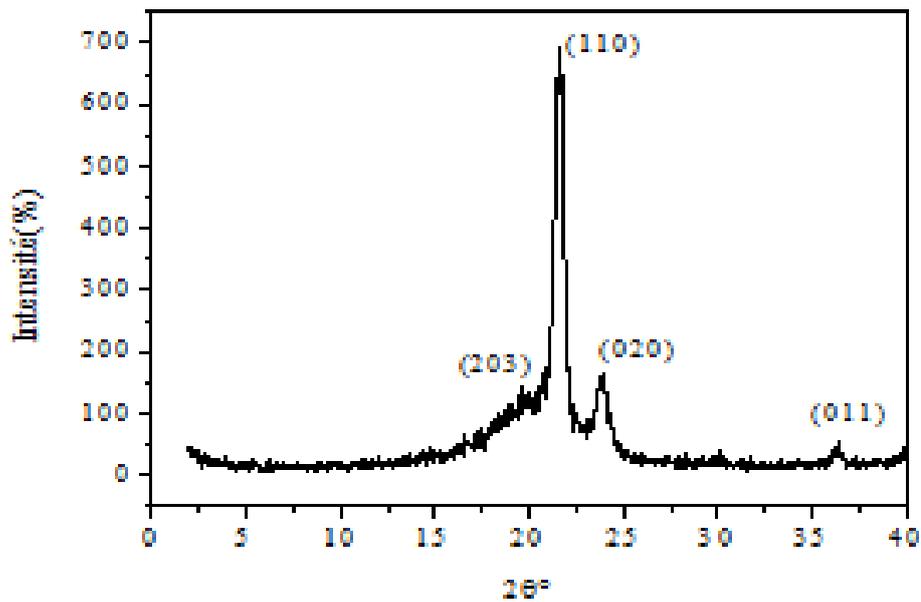


Figure V.6: Diffractogramme DRX du PEBD.

Le diffractogramme de rayon-X de Talc (figure V.7), il est à noter d'après les données de la littérature que les pics correspondent à la structure cristalline du talc [40]. Le premier pic qui se situe vers $2\theta = 9,84^\circ$ correspond à la distance de répétition du réseau cristallographique dans le plan 001(d_{001}). Cette dernière représente donc la distance interfoliaire du talc déterminée à partir de la formule de Bragg est de $9,09\text{\AA}$. Les pics les plus intenses sur le diffractogramme représentent des phases de talc et le reste c'est des impuretés.

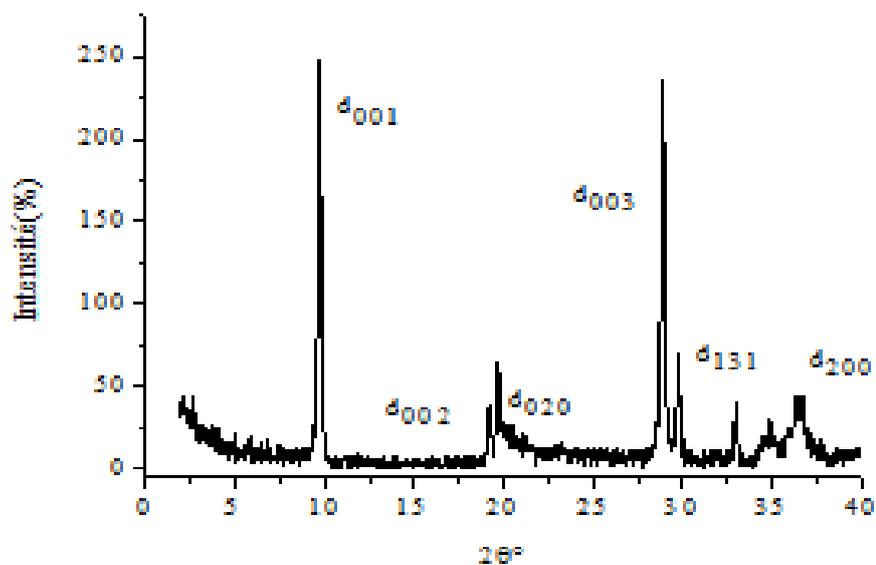


Figure V.7 : Diffractogramme DRX de Talc.

Le diffractogramme de rayon-X du PEBD recyclé (figure V.8) montre l'apparition d'un nouveau pic situé vers $2\theta = 6,89^\circ$ dû à une nouvelle phase provoquée par le cisaillement du procédé de transformation.

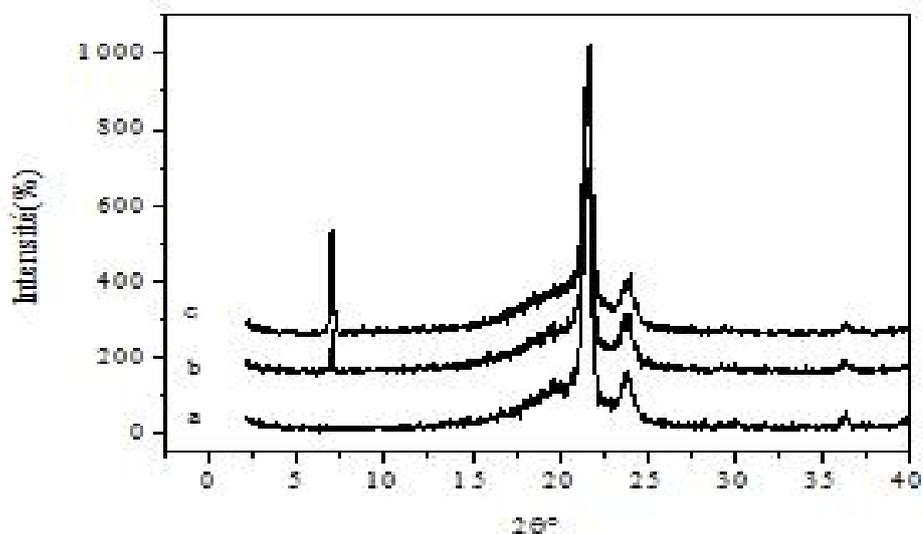


Figure V.8 : Diffractogramme DRX du PEBD recyclé à 0% de talc pour : a- 1^{ère} extrusion, b-2^{ème} extrusion, c-3^{ème} extrusion.

Le diffractogramme de Rayon-X du PEBD chargé par 5% et 7% de talc pour les différentes extrusions (figure V.9 et la figure V.10). Il est à noter que les diffractogrammes de rayon-X font apparaitre deux autre pics situé vers $2\theta = 9,63^\circ$ et $2\theta = 28,87^\circ$, ces deux pics sont dû à la présence de talc par développement d'interaction entre le PEBD et le talc.

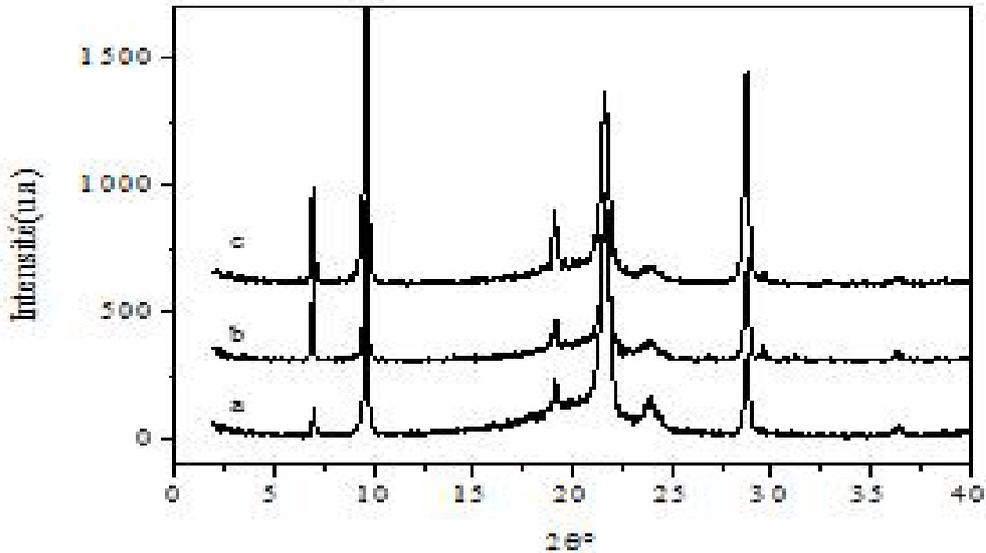


Figure V.9 : Diffractogramme DRX du PEBD chargé par 5% de Talc pour : a-1^{ière} extrusion, b-2^{ième} Extrusion et c-3^{ième} Extrusion.

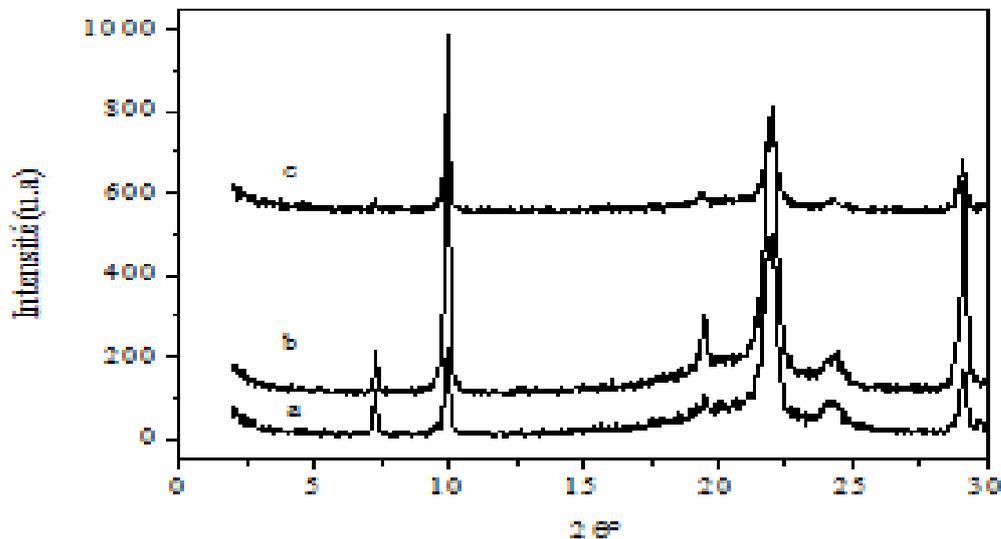


Figure V.10 : Diffractogramme DRX du PEBD chargé par 7% de Talc pour : a-1^{ière} extrusion, b-2^{ième} Extrusion et c-3^{ième} Extrusion.

V.2.2 Caractérisation par infrarouge à transformé de fourrier (IRTF)

La caractérisation par la spectroscopie infrarouge est d'une importance major, elle permet de prédire les différents phénomènes qui ce produisent. Les analyses par IRTF ont été réalisées en premier lieu sur le talc , le PEBD et leurs mélanges en fonction du nombre d'extrusion.

➤ IRTF de talc

Les pics caractéristiques des différents groupements de talc sont représentés sur la figure (V.11) :

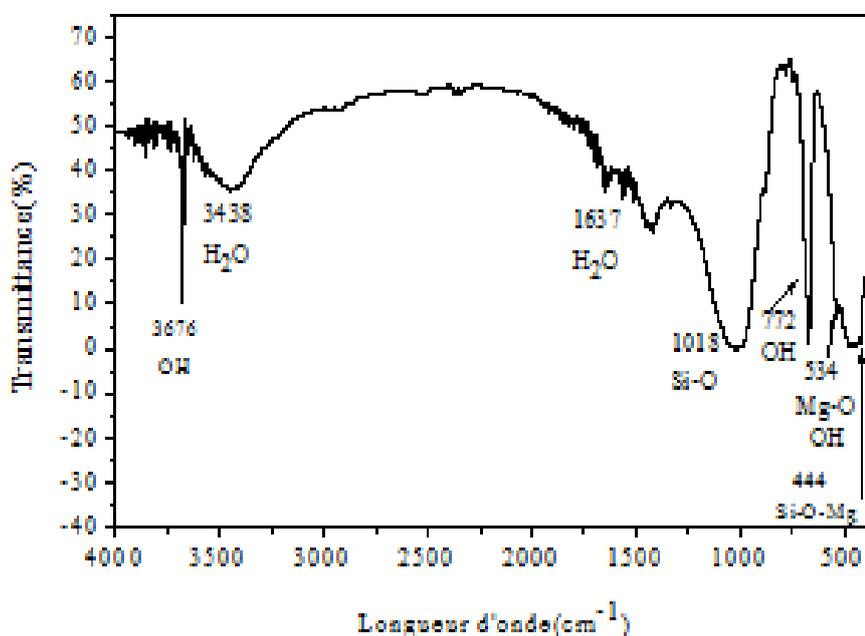


Figure V.11 : Spectre IRTF de Talc

L'analyse du spectre du talc a permis de mettre en évidence les bandes caractéristiques des groupements surfaciques du talc. Les bandes d'absorption observées vers 3676, 3438 et 1637 et 772 cm⁻¹ sont assignées aux groupements hydroxyles de surface. Parmi eux, les silanols Si-OH et Mg-OH et l'eau physisorbée [41].

La bande qui s'étale entre 1480 et 900 cm⁻¹ centrée vers 1018 cm⁻¹ est attribuée aux liaisons Si-O-Si du volume silicate. La bande d'absorption observée vers 534 cm⁻¹ est attribuée à la liaison Mg-O-OH et la bande située vers 444 cm⁻¹ est attribuée à la liaison Si-O-Mg [41].

➤ **IRTF de PEBD vierge.**

La figure IV.12 illustre le spectre IRTF du polypropylène vierge, les bandes caractéristiques suivantes ont été observées :

Le spectre IRTF du PEBD vierge (figure V.12) montre quatre bandes principales à 2915 , 2850 , 1465 et 719cm^{-1} qui sont attribuées aux vibrations d'élongation et de déformation des liaisons C-H des groupes méthylène ($-\text{CH}_2-$). La bande d'absorption caractéristique des C-H méthyle à 1373cm^{-1} est également observée dans ce spectre [42].

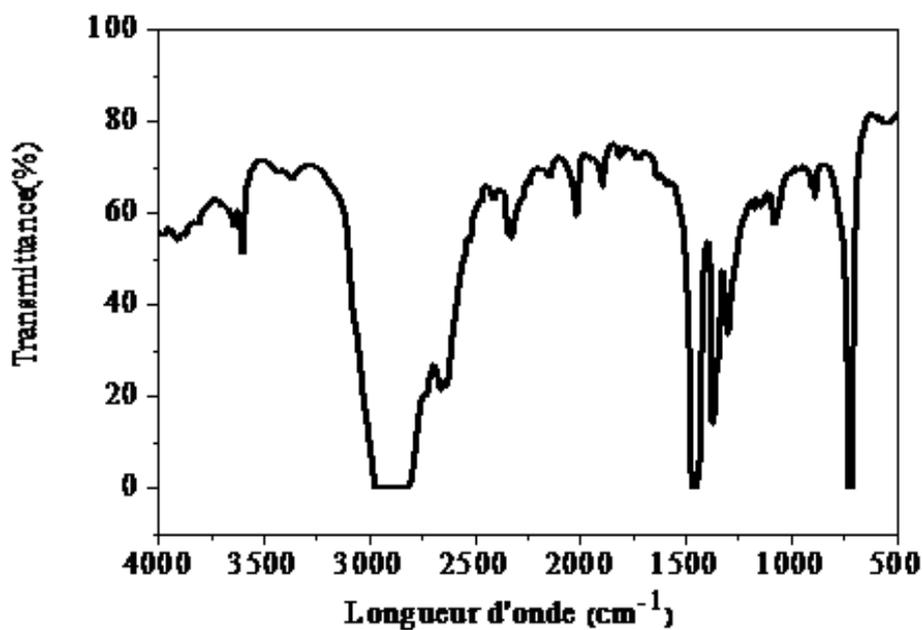


Figure V.12: Spectre IRTF du PEBD.

Les figures V.13, V.14 et V.15 illustrent les spectres IRTF de PEBD chargé par le talc en fonction du nombre d'extrusion. La présence d'une bande de vibration d'élongation de la liaison siloxane du silicate Si-O située vers 1080cm^{-1} pour les trois extrusions.

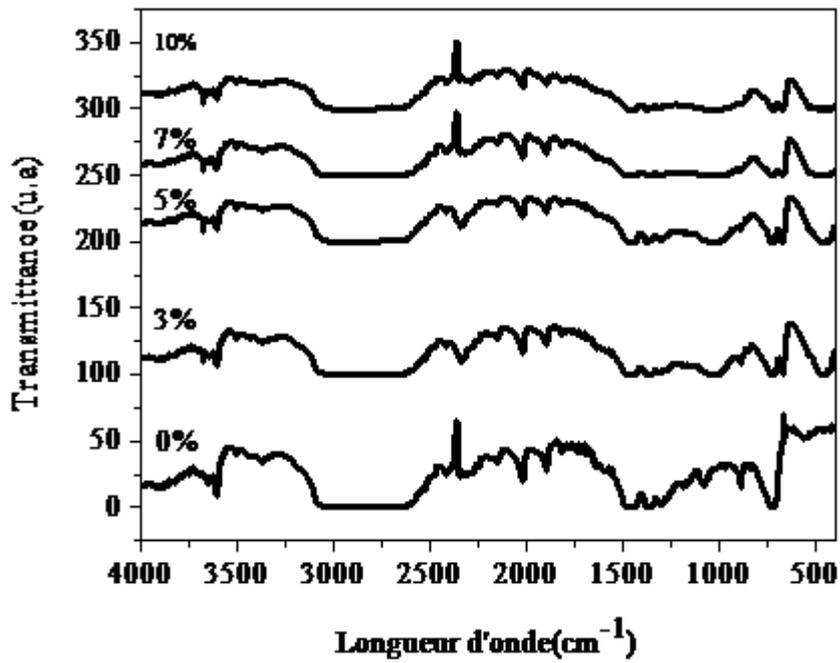


Figure V.13 : Spectre IRTF du PEBD chargé par le talc lors de la Première Extrusion.

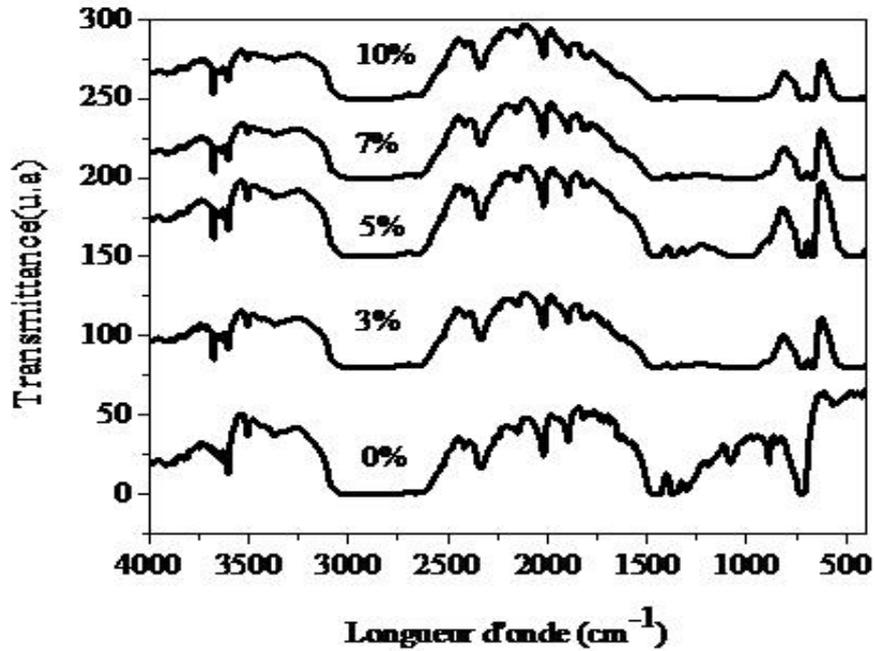


Figure V.14: Spectre IRTF de PEBD chargé par le talc lors de la 2^{ème} extrusion.

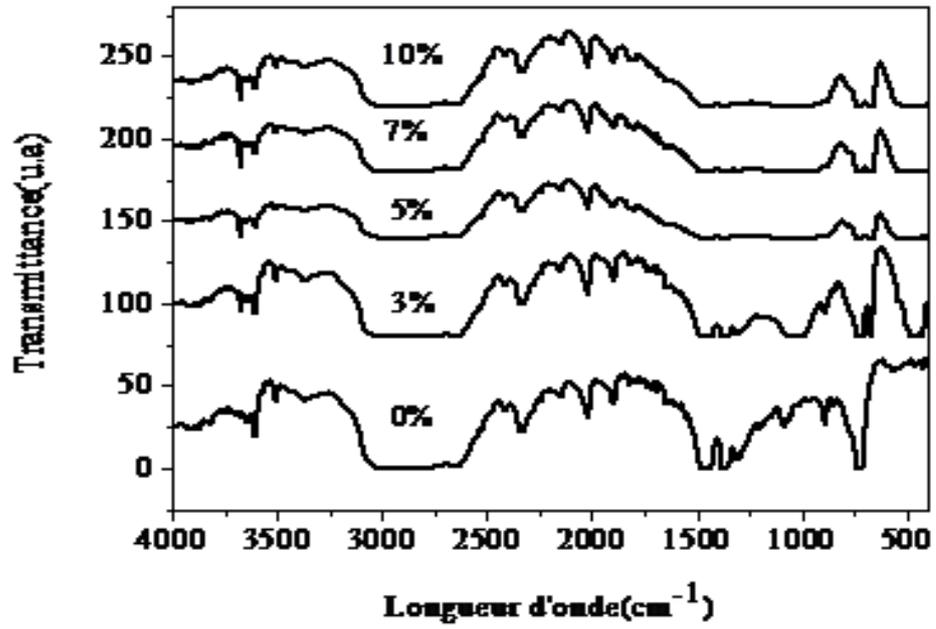


Figure V.15: Spectre IRTF de PEBD chargé par le talc lors de la 3^{ème} extrusion.

Conclusion générale

L'objectif principal de ce travail était l'étude de l'effet de l'addition de talc sur les propriétés d'un polyéthylène recyclé. De nombreuses techniques ont été utilisées pour la caractérisation à savoir l'analyse par diffraction des rayons X (DRX), infrarouge à transformé de fourrier (IRTF) et étude des propriétés mécanique (contrainte et allongement). A partir des résultats nous avons pu tirer les conclusions suivantes :

- Propriétés mécaniques :

- ✓ la dureté du PEBD augmente avec le pourcentage de Talc.
- ✓ la contrainte à la rupture en fonction du % de talc diminue pour la première extrusion et augmente pour la 2^{ème} et la 3^{ème} extrusion et une nette augmentation de la contrainte à la rupture a été observé pour un pourcentage de 5% de talc.
- ✓ l'allongement à la rupture diminue en fonction du pourcentage de talc et en fonction du nombre d'extrusion.

- Propriétés structurales :

1. Diffraction des rayons X (DRX)

- ✓ l'apparition d'un nouveau pic situé vers $2\theta = 6,89^\circ$ dû à la création d'une nouvelle phase provoquée par le cisaillement au cours du procédé de transformation du PEBD recyclé à 0% de talc.
- ✓ Apparition de deux autres pics situés vers $2\theta = 9,63^\circ$ et $2\theta = 28,87^\circ$, ces deux pics sont dû à la présence de talc.

2. Infrarouge à transformé de fourrier (IRTF)

D'après les spectres obtenus, La présence d'une bande de vibration d'élongation de la liaison siloxane du silicate Si-O pour les trois extrusions de PEBD chargé par le talc.

Référence bibliographique

Références bibliographiques

- [1] S. Djellali, Elaboration, caractérisation et biodégradabilité des mélange PEBD/PLA et PEBD/EGMA/PLA, Thèse de doctorat, Université Sétif, 2014.
- [2] A. loiseau, Elaboration et caractérisation de nanoconposites modèles Loponite/Polyoxyde d'éthylène, thèse de Doctorat, Université du Maine UFR sciences technique, 2006.
- [3] M,Wiboon. Réalisation de nanocomposite polypropylène/Argile par extrusion bivis, Thèse de doctorat, Ecole des mines de Paris, France, 2006.
- [4] A, Melouki. Synthèse et caractérisation d'un nouveau matériau hybride organominéral, polymérisation in-situ dans l'espace interfoliaire d'une montmorillonite intercalée par $[Al_{13}]$, Thèse de Magister, Université Ferhat-Abbas, Sétif ,1998
- [5] S. Caillère., Hénin, S et M, Rautureau. Minéralogie des Argiles, Tome I, Masson, Paris, 1982.
- [6] En ligne : <http://www.memoireonline.com/06/15/9140/Argile-et-mineraux-argileux-proprietes-physico-chimiques-et-proprietes-et-proprietes-collo13.png>
- [7] Y, El Kharim. Géologie des argiles (1991). En ligne : www2.ulg.ac.be/urap/cours/argiles.
- [8] O, Bouras. Propriétés adsorbantes d'argile pontées organophiles : Synthèse et caractérisation, Thèse de Doctorat, Université de Limoges, France, 2003.
- [9] M. M, Jérôme. Synthèse et caractérisation de silicates de calcium hydratés hybrides, Thèse de Doctorat, Université de Paris URF scientifique d'Orsay, Paris, 2003.
- [10] En ligne : http://www.lasim.org/images/doc_gratuite/le-talc.pdf.
- [11] M, Dietemann. Etude de la précipitation du silicate de magnésium amorphe assistée par ultrasons, synthèse concrétisation et modélisation, thèse de doctorat, Toulouse, 2012.
- [12] C, Dio., G, Perrault et Rhazi. M. Synthèse des connaissances sur la trémolite contenue dans le talc, RAPPORT R-724,2012.

- [13] G,Goalard. Étude physico-chimique du procédé de dispersion des poudres libres et agglomérées en milieu liquide, Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, France, pp 68- 71, 2005.
- [14] A, Nechad. Elaboration d'une membrane de filtration d'eau à base de polyéthylène basse densité et de gypse de Bouzgaïa , mémoire de magister, Université Hassiba Benbouali , Chlef, 2008/2009.
- [15] V, Chaffraix. Etude de l'extrusion du polyéthylène téréphtalate et de ses mélanges non-comptabilises avec le polyéthylène haute densité, mécanique [physics.med-ph], Ecole nationale supérieure des mine »s, Paris, 2002.
- [16] L. Boukezzi. Influence du vieillissement thermique sur les propriétés de polyéthylène Réticulé Chimiquement utilisé dans l'isolation des câbles de haute tension , thèse de doctorat, Ecole Nationale Polytechnique, 2007.
- [17] J.P, Arlie. Les thermoplastiques de grand tonnage, pp27-34, 2^{ième} édition, Editions Technip, 1987.
- [18] S, Füzesséry . Polyéthylène basse densité, Techniques de l'ingénieur, A 3310,1-34.
- [19] J.P, Tratignon., P, Verdu et A .J. M, Dobraczynki. Matières plastiques, PP 40-44,Nathan, 4^{ième} édition, Paris, 1989.
- [20] M, Carrega. Matériaux polymères, pp 145-160, Dunod, Paris, 2000.
- [21] http://www.biomens.eu/media/misc_media/20_recyclage-plastique.pdf
- [22] M. B, Shriver. K, Beiter and K, Ishii. Characterization of recycled Injection molded plastics for material life-cycle analysis, SPE ANTEC Proceedings, May, 1994.
- [23] A, Colbeaux. Compatibilisation de mélanges PP/PE par extrusion réactive, thèse de doctorat, Laboratoire des Matériaux Macromoléculaire de l'INSA de Lyon, 2001.
- [24] <http://ecoroute.uqcn.qc.ca/educ/etiquettes.htm>
- [25] <http://www.chez.com/armange/>

- [26] <http://www.elise.com.fr/les-dechets-recycles/recyclage-des-bouteilles.html>
- [27] J, Devaux. Identification des limitations techniques et environnementales du recyclage matière des déchets (HORS BTP), Rapport final, Université catholique de Louvain, 2010.
- [28] <http://www.ac-grenoble.fr/college/rives-du-leman.evian/recyclage.pdf>.
- [29] N, Cherfa. Résistance à l'impact d'un polypropylène recyclé, Thèse Magister, Université M'hamed Bougara de Boumerdès, 2007.
- [30] T. K, Kossentini. Etude de mélanges PE/PS : Contribution au recyclage, thèse d'état de l'institut national des sciences appliquées de Lyon, p.8, 2003.
- [31] <http://www.dechets-plastiques.fr/> .
- [32] <http://s567188328.mialojamiento.es/fr/le-processus-de-recyclage-du-plastique/>
- [33] http://www.ecopatrouille.org/fr/recyclage_51/
- [34] U.S. Environmental Protection Agency, handbook: recycling and reuse of material found in superfund sites, office of research and development, Washington, 1994.
- [35] <http://recuperation-fer-metaux.com/impacts-du-recyclage-sur-lenvironnement/>.
- [36] A, Lahrouni et J, Arman,.(1995). Etude de mélange de polyéthylène/Polystyrène par et par densimétrie. European polymer journal, 31(4), 347-352.
- [37] D.H, Chen., L, Hong., X.W, Nie., X.L, Wang et X.Z, Tang. (2003). Study on rheological properties and relaxational behavior of poly (dianiline phosphozene)/low density polyethylene blends. European polymer journal, 39(5), 871-876.
- [38] K.A, Moly., H.J, Radusch., R, Androsh., S.S, Bhagawan et S ,Thomas.(2005). Nonisothermal crystallization, melting behavior and wide angle X-ray scattering investigations on linear low density polyethylene (LLDPE)/ethylene vinyl acetate EVA blends: effets of compatibilisation and dynamic crosslinking. European polymer journal, 41(6), 1410-1419.

- [39] C.W, Bunn.(1939). The crystal structure of long-chain normal paraffin hydrocarbons . The “Shap” of the $< \text{CH}_2$ groups. Transactions of the Faraday Society, 35, 482-491.
- [40] A ,Wiewiora., P.J ,Sancher-Soto., M.A , Avilos ., B, Justo., L.A , Pérez-Maqueda., J.L Pérez-Rodrguez et P , Bylina .Talc from Puebla de Lillo, Spain . I. XRD study, Applied Clay Science, pp 233-245, 1997.
- [41] B ,Sorgho., L, Zerbo., M, Seynou., K, Traore., R, Ouedraogo., M , Gomina et P, Blanchart. (2012). Caractérisation physico-chimique d’un talc naturel de Garango (Burkina Faso), Science et technique, Sciences appliquées et Technologies, 4(1, 2).
- [42] J.V,Gulmine., P.R, Janissek.,, H.M, Heise et L, Akcelrud.(2002).Polyethylene characterization by FTIR. Polymer Testing, 21(5), 557-563.

Annexe

Annexe

Annexe A3

I. Tableau des résultats**I.1 la dureté shore A****Tableau I.1** : les résultats de la dureté shore A pour 1^{ier} extrusion.

PEBD+ (%) TALC	Point 1	Point 2	Point 3	Moyenne
0	97,3	97,5	94	96,26
3	97,1	97,8	96,5	97,13
5	95	97,4	92,9	95,1
7	97,8	97,2	97,2	97,4
10	97,5	97	97,3	97,26

Tableau I.2 : les résultats de la dureté shore A pour 2^{iem} extrusion.

PEBD+ (%) TALC	Point 1	Point 2	Point 3	Moyenne
0	97,4	96,6	96,6	96,86
3	97,2	96,5	96,4	96,7
5	97,6	97,5	97,3	97,46
7	96,7	97,2	97	96,96
10	96,9	96,5	95,9	96,43

Tableau I.3 : les résultats de la dureté shore A pour 3^{iem} extrusion.

PEBD+ (%) TALC	Point 1	Point 2	Point 3	Moyenne
0	97,2	97,1	97,1	97,13
3	97,5	96,9	96,7	97,03
5	96,9	97,3	97,5	97,23
7	96,6	97,4	96,7	96,9
10	97,1	96,8	97,3	97,06

II.2 Résultats de traction

Tableau II.4 : les résultats de traction de mélange PEBD+% de TALC de 1^{ière} extrusion

PEBD+ (%) Talc	Nr	σ (MPa)	ε_r (%)	Moyenne σ (MPa)	Moyenne ε_r (%)
0	1	12,8	438,0	12,66	404
	2	12,7	361,9		
	3	12,5	412,1		
3	1	12,2	96,0	11,93	90,03
	2	11,8	99,2		
	3	11,8	74,9		
5	1	11,7	84,0	11,7	104,56
	2	11,6	134,2		
	3	11,8	95,5		
7	1	11,1	31,5	11,16	42,23
	2	11,0	54,2		
	3	11,4	41,0		
10	1	11,4	45,8	11,33	40,03
	2	11,2	22,7		
	3	11,4	51,6		

Tableau II.5 : les résultats de traction de mélange PEBD+% de TALC de 2^{ière} extrusion

PEBD+ (%) Talc	Nr	σ (MPa)	ε_r (%)	Moyenne σ (MPa)	Moyenne ε_r (%)
0	1	11,4	227,8	11,56	264,66
	2	11,5	346,1		
	3	11,8	220,1		
3	1	10,9	63,8	11,4	113,36
	2	11,6	25,9		
	3	11,7	250,4		
5	1	12,6	141,9	12,36	146,3
	2	11,7	196,0		
	3	12,8	101,0		
7	1	11,7	77,6	12,03	65,73
	2	12,4	75,0		
	3	12,0	44,6		
10	1	12,5	59,4	12,33	42,13
	2	12,3	39,9		
	3	12,2	27,1		

Tableau II.6 : les résultats de traction de mélange PEBD+% de TALC de 3^{ième} extrusion.

PEBD+ (%) Talc	Nr	σ (MPa)	ϵ_r (%)	Moyenne σ (MPa)	Moyenne ϵ_r (%)
0	1	11,1	218,7	11,1	288,7
	2	11,3	354,8		
	3	10,9	292,6		
3	1	11,1	222,8	11,03	188,13
	2	10,8	249,5		
	3	11,2	92,1		
5	1	11,3	99,0	11,9	71,9
	2	11,7	29,0		
	3	12,7	87,7		
7	1	11,5	124,9	11,66	125,16
	2	11,5	117,1		
	3	12,0	133,5		
10	1	11,8	82,6	11,26	94,43
	2	11,1	110,4		
	3	10,9	90,3		