

République algérienne démocratique et populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Université A. Mira de Bejaia



Faculté de Technologie
Département de Génie des procédés

Mémoire

EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE Master

Domaine : Science et Technologie Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie des polymères

Présenté par

BAALI Yasmine

MAZOUZ Kenza

Thème

Etude des propriétés physico-mécaniques d'un matériau composite à renfort naturel

Soutenue le 03/07/2024 Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade	Affiliation	Qualité
CHIBANI Nacera	MCA	Université de Bejaia	Présidente
TOUATI Naima	MCB	Université de Bejaia	Examinatrice
SAHI Samira	MCA	Université de Bejaia	Encadrante
IHAMOUCHEN Chadia	MCA	Université de Bejaia	Co- Encadrante

Année Universitaire : 2023/2024

Remerciement

Nos remerciements et notre reconnaissance s'adressent au bon Dieu qui nous a donné la santé, le courage, la patience ainsi que la force pour réaliser ce modeste travail.

- *Nous exprimerons nos vifs remerciements et nos gratitudees à notre encadrante, **Dr. SAHI SAMIRA** pour l'honneur qu'elle nous a fait de nous avoir encadrées, pour sa disponibilité, son suivi quotidien, son aide précieuse et son soutien et tout particulièrement pour la patience et la confiance qu'elle nous a témoigné tout au long de ce travail.*
- *Nous exprimons aussi nos sincères remerciements et notre profonde gratitude à notre co-encadrante, **Dr. IHAMOUCHEM Chadia** pour le temps précieux et l'intention qu'elle nous ait consacrée en dépit de ses nombreuses tâches.*
- *Nous sommes très reconnaissants à l'égard de l'ensemble des membres du jury : Le **Dr. N. CHIBANI** et le **Dr.N. TOUATI** qui ont accepté de porter un regard critique sur ce projet de mémoire de fin d'études.*
- *Un grand merci aux ingénieurs et techniciens du département de Génie des Procédés.*

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail aux êtres les plus chers au monde, mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études.

A mes chers frères Youba et Lamine. A ma chère sœur Leila.

A toute la famille BAALI sans exception

A mon neveu Amire et ma nièce Dèlia.

A mon fiancé Mouman

A toutes les personnes pour lesquelles j'ai une place dans leurs cœurs.

A tous ceux qui m'ont aidé à réaliser ce travail de loin ou de près.

A ma très chère amie et camarade Kenza et sa famille.

Yasmine

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail aux êtres les plus chers au monde mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études.

A mon cher frère Hilal.

A mes chères sœurs Kmilia, Bouchra et Hind

A toute la famille MAZOUZ sans exception

A mon neveu Aymen et ma nièce Alicia.

A tous mes amis Hassiba, Lamia et Moufida pour leur soutien, leur générosité et leur modestie tout au long de mon parcours universitaire.

A toutes les personnes pour lesquelles j'ai une place dans leurs cœurs.

A tous ceux qui m'ont aidé à réaliser ce travail de loin ou de près.

A ma très chère amie Yasmine et sa famille.

Kenza

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction générale	1
Chapitre I : Synthèse bibliographique	
I.1. Généralité sur les matériaux composites	3
I.1.1. Historique	3
I.1.2. Définition d'un matériau composite	3
I.1.3. Les constituants d'un matériau composite	3
I.1.3.1. La matrice	4
I.1.3.2. Les renforts	5
I.1.4. Procédés de fabrication des matériaux composites	11
I.1.4.1. Procédé par moulage	11
I.1.4.2. Extrusion	12
I.1.5. Intérêt des composites	12
I.1.6. Domaines d'application des composites	13
I.2. Polyéthylène (PE)	13
I.2.1. Polyéthylène haute densité (PEHD)	15
I.2.1.1. Définition	15
I.2.1.2. Propriétés du PEHD	15
I.2.1.4. Avantages et inconvénients du PEHD	16
I.3. Chêne-liège	17
I.3.1. Classification et nomenclature	17
I.3.2. La paroi cellulaire des glands	18
I.3.3. Organisation de la paroi	19
I.4. Les coquille d'œufs	19
I.4.1. Historique de l'utilisation de l'œuf dans les matériaux composites	20
I.4.2. Composition de l'œuf	20
I.4.4. Caractéristiques physicochimiques des coquilles d'œuf	23
I.5. Interface matrice-renfort dans un matériau composite	25
I.5.1. Notion d'adhésion	25
I.5.2. Amélioration de l'adhésion interfaciale	25

I.5.3. Modification d'interface.....	25
I.5.3.1. Traitement physique.....	26
I.5.3.2. Traitement chimique	26
I.5.3.2.1. Influence de l'utilisation d'un agent de couplage	26
Chapitre II :Matériaux utilisés et techniques expérimentales	
II.1. Matériaux utilisés.....	29
II.1.1. Polyéthylène à haute densité.....	29
II.1.2. Farine de péricarpe des glands	29
II.1.2.1. Propriétés chimiques de la farine de péricarpe des glands	29
II.1.3. Coquilles d'œuf.....	30
II.1.4. Agent comptabilisant (PE-g-MA).....	31
II.2.Technique expérimentales	32
II.2.1. Préparation des composites PEHD/PE-g-MA/FPG/CO.....	32
II.2.1.1. Extrusion et injection	32
II.2.1.2. Moulage par compression	33
II.3. Techniques de caractérisation	34
II.3.1. Analyse infrarouge a transformé de Fourier(IRTF)	34
II.3.2. Test d'absorption d'eau.....	35
II.3.3. Test de traction.....	34
II.3.4.Test de choc	36
Chapitre III :Résultats et discussion	
III.1. Test de choc	39
III.2. Test de traction	40
III.2.1.Contrainte à la rupture	40
III.2.2.Allongement à la rupture	40
III.2.3.Module d'Young.....	41
III.3. Test d'absorption d'eau	42
III.4. Analyse spectroscopique par infrarouge à iransformée de Fourier	43
III.4.1. Effet de la charge	43
III.4.1.2. Effet de l'ajout de l'agent de couplage (PE-g-MA).....	45
Conclusion générale	47
Références bibliographiques.....	49

Liste d'abréviations

cm: centimètre.

CNT : Composites non traités.

CT : Composites traités.

CO : Coquilles d'œufs

°C : Degré Celsius

E: Epaisseur de l'éprouvette (m).

E_{abs}: Energie absorbée (KJ).

F : La force d'étirement

F0 :Formulation non chargé

F10_{NT}:Formulation chargée avec 10% de farine de péricarpe des glands non traitée.

F20_{NT}:Formulation chargée avec 20% de farine de péricarpe des glands non traitée.

F30_{NT}:Formulation chargée avec 30% de farine de péricarpe des glands non traitée.

F10_T:Formulation chargée avec 10% de farine de péricarpe des glands traitée.

F20_T:Formulation chargée avec 20% de farine de péricarpe des glands traitée.

F30_T:Formulation chargée avec 30% de farine de péricarpe des glands traitée.

FPG : Farine de péricarpe des glands

g : Gramme

GPa:GégaPascal

H: Largeur de l'éprouvette (m).

IRTF:Infrarouge a transformé de Fourier

J : Joule

KJ : Kilojoules

L : Longueur finale de l'éprouvette.

L_o : Longueur initiale de l'éprouvette

m : Masse des échantillons après un temps t (g).

m_o : Masse initiale des échantillons (g).

Δm : La Variation de la masse (%).

mm : Millimètre

min : Minutes

MPa : Méga Pascal

PE : Polyéthylène

PE-BD : Polyéthylène à basse densité

PE-HD : Polyéthylène à haute densité

PE-BDL:Polyéthylène à basse densité linéaire

PE-g-MA : Polyéthylène greffé sur l'anhydride maléique

PE-R : Polyéthylène réticulé

PP: Polypropylène

PS: Polystyrène

R: Résistance au choc (KJ /m^2)

T : Température

T_f : Température de fusion

T_g : Température de transition vitreuse

PVC:Polychlorure de vinyle

µm: Micromètre

ε: Allongement à la rupture.

Liste des tableaux

Tableau I.1: Les principales propriétés du polyéthylène à haute densité	16
Tableau I.2: Répartition mondiale du Chêne-liège	18
Tableau I.3: Proportions des différentes parties de l'œuf de poule.....	21
Tableau I.4: Composition chimique approximative d'un œuf entier	21
Tableau I.5: Composition chimique et caractéristiques physico-chimiques des coquilles d'œufs	24
Tableau II.1: Caractéristiques du PEHD.....	29
Tableau II.2: Caractéristiques de l'anhydride maléique.	31
Tableau II.3: Compositions des différentes formulations.	33
Tableau III.1. Fonctions chimiques des bandes d'absorption d'un spectre IRTF d'une fibre cellulosique.....	44

La liste des figures

Figure. I.1 : Composition d'un matériau composite	3
Figure. I.2 : Types de matrice.....	4
Figure I.3: Les structures géométriques des composites : (a) fibres longues, (b) fibres courtes, (c) particules.	7
Figure I.4: Les différents types de fibres.....	7
Figure. I.5: Composition d'une fibre végétale.....	8
Figure. I.6 : Molécule de cellulose (n répétitions du motif cellobiose).....	8
Figure. I.7 : Représentation des micros fibrilles constituant les fibres de cellulose	9
Figure. I.8 : Principaux glucides constituant les hémicelluloses.....	10
Figure. I.9 : Représentation schématique de la lignine	11
Figure I.10: Diagramme illustrant la répartition des composites par utilisation	13
Figure I.11 : Schéma représentatif du polyéthylène	14
Figure I. 12 : Réaction de polymérisation du polyéthylène.....	14
Figure I. 13 : Formule du PHED	15
Figure I.14 : Les différentes parties de chêne liège.....	18
Figure I.15: Description des parois cellulaires des glands : A- Représentation schématique, B- Coupe observée en microscopie électronique. ML : lamelle moyenne; CW ₁ : paroi primaire; S1, S2, S3 : paroi secondaire lignifiée	19
Figure I.16 : Coupe d'un œuf de poule domestique	21
Figure I.17: Coupe transversale de la coquille d'œuf observée au microscope électronique à balayage.....	23
Figure I.18: Représentation des liaisons se formant entre l' amino-silane A-1100 et les groupements hydroxyles de la fibre : liaison covalente (a) et liaison hydrogène (b).....	27
Figure I.19: Mode d'action d'un agent comptabilisant PE-g-MA sur les fibres cellulosiques	28
Figure II.1: Coquilles d'œufs blanches et brunes.....	30
Figure II.2 : Lavage des coquilles d'œufs.	30
Figure II.3: Séchage à l'air des coquilles d'œufs	30
Figure II.4: Photo de la machine du broyage et tamisage	31
Figure II.5: Photo des machines (a) : d'extrusion et (b) : d'injection utilisée.....	32
Figure II.6: Photo de la presse hydraulique utilisée pour la préparation des plaques.....	33
Figure II.7: Courbe théorique contrainte/déformation des matériaux polymères	35

Figure II.8: Photo de la machine de traction	36
Figure II.9: Photo de la machine de choc	37
Figure III.1 : Evolution de l'énergie au choc du PEHD et des composites PEHD/FPG/CO et PEHD/PE-g-MA/FPG/CO.....	39
Figure III.2 : Evolution de la contrainte à la rupture du PEHD et des composites PEHD/FPG/CO et PEHD/PE-g-MA/FPG/CO.....	40
Figure III.3 : Evolution de l'allongement à la rupture du PEHD et des composites PEHD/FPG/CO et PEHD/PE-g-MA/FPG/CO.....	41
Figure III.4 : Evolution de l'allongement à la rupture du PEHD et des composites PEHD/FPG/CO et PEHD/PE-g-MA/FPG/CO.....	42
Figure III.5 : Evolution d'absorption d'eau du PEHD et des différents composites élaborés en fonction du temps	43
Figure III.6 : Spectres IRTF du PEHD et des composites PEHD/FPG/CO	44
Figure III.7: Spectres IRTF du PEHD et des composites PEHD/PE-g-MA/FPG/CO.....	45

Introduction générale

Introduction générale

L'étude et la conception des matériaux composites suscitent depuis près d'un siècle un grand intérêt dans les domaines multiples et variés de la chimie moderne. Les matériaux composites à fibre naturelle occupent une place importante dans l'histoire de la technologie. La mise en valeur des ressources végétales apporte une alternative forte intéressante aux problèmes environnementaux, écologiques, sociaux et économiques, le problème croissant des déchets, les normes législatives environnementales ainsi que l'épuisement des ressources fossiles [1].

Les industriels utilisent de plus en plus de matériaux composites à fibres renforcées. En particulier, ils cherchent à concevoir, développer et caractériser de nouveaux matériaux destinés à être utilisés aussi bien dans des secteurs de haute technologie tels que l'aéronautique et le militaire que dans des domaines plus quotidiens comme l'automobile les loisirs et l'habitat. Les objectifs de recherche en matière de nouveaux matériaux sont : gain de performances, baisse du coût de fabrication des produits et amélioration de la fiabilité des produits finis [2]. De plus, dans un souci de protection de l'environnement et de santé publique, les composites tendent à intégrer un caractère écologique (matières recyclables ou biodégradables).

La mise en valeur des ressources végétales et alimentaires produites par le sol Algérien apporte une alternative forte intéressante aux problèmes environnementaux et à l'épuisement probable, des ressources fossiles. Les fibres végétales et les coquilles d'œufs semblent être des ressources idéales pour renforcer les matériaux composites à tel point qu'elles ont été introduites dans différents types de polymères [3].

Parmi les fibres végétales, les fibres ligno-cellulosiques des déchets des péricarpes des glands sont l'une de ces ressources naturelles qui peuvent être utilisées comme renfort dans les polymères synthétiques.

Les déchets de coquilles d'œufs entrent dans la catégorie des déchets alimentaires, qui sont des matériaux provenant de la préparation des aliments, s'ils sont soumis à un examen adéquat (lavage, séparation de membrane coquillère...), et ils pourraient constituer un matériau de remplacement approprié pour la préparation de matériaux composites.

Beaucoup de travaux de recherche ont été consacrés aux composites polyéthylène/fibres ligno-cellulosiques telles que la farine de bois [4-6], mais ils sont rares ceux qui ont étudié les composites polymères chargés avec les coquilles d'œufs et avec les fibres ligno-cellulosiques végétales.

L'étude présentée dans ce document a un caractère prospectif et son objectif est double. Il consiste, d'une part, de proposer des matériaux à bas coût avec des propriétés comparables à

celles des composites de grande diffusion et d'autre part : (1) de trouver un moyen de réduire la consommation du PE largement employé à travers le monde, (2) d'étudier l'effet de l'introduction d'un renfort hybride (coquilles d'œufs et fibres des péricarpes des glands) et de l'ajout d'un agent de couplage sur les propriétés physico-mécaniques des composites élaborés pour des taux de charge de 10, 20 et 30%.

Ce mémoire est composé de trois chapitres :

- **Le premier chapitre**, consacré à une synthèse bibliographique sur les matériaux composites, les différents matériaux utilisés pour la préparation des composites étudiés et leurs propriétés.
- **Le deuxième chapitre**, présente les différents matériaux, les méthodes d'analyse et de caractérisation utilisés dans cette étude.
- **Le troisième chapitre**, consacré à une discussion des différents résultats enregistrés sur les propriétés physico-mécaniques des matériaux composites élaborés.

Chapitre I

Synthèse bibliographique

I.1 Généralité sur les matériaux composites

I.1.1. Historique

Les premiers matériaux composites fabriqués par l'homme étaient à base de bois, on trouvera parmi les premiers composites artificiels les arcs mongols (2000 ans av. J.-C) [7]. Leur âme en bois était contrecollée de tendon au dos et de corne sur sa face interne, puis le torchis utilise pour la construction pour ses propriétés d'isolation et son faible coût [8]. En 1823, Charles Macintosh créa l'imperméable en imprégnant du caoutchouc sur du tissu [9] et en 1892, Hennebique déposa un brevet sur un matériau très semblable au béton armé d'aujourd'hui [10].

I.1.2. Définition d'un matériau composite

Les matériaux composites sont généralement des matériaux solides, constitués à l'échelle microscopique par l'association de deux ou plusieurs matériaux aux caractéristiques complémentaires. Cette association leur confère, à l'échelle macroscopique, un ensemble de propriétés physiques, que chacun des constituants pris isolément ne possède pas. Ces propriétés sont liées aux propriétés des matériaux qui les constituent, à leur distribution géométrique et à leurs interactions mutuelles [11].

I.1.3. Les constituants d'un matériau composite

Un matériau composite consiste dans le cas le plus générale d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. La phase discontinue est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue. La phase continue appelle matrice et la phase discontinue appelle renfort ou matériau renforçant [12].

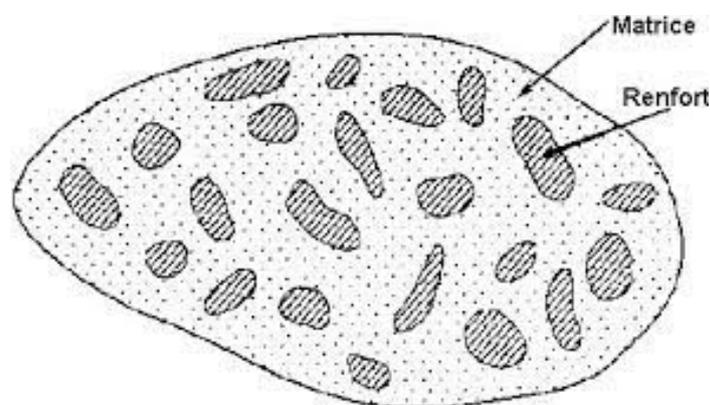


Figure. I.1 : Composition d'un matériau composite

I.1.3.1. La matrice

Dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère en phase continue qui sert de liant entre les renforts et de transmettre les sollicitations. Elle assure la résistance du matériau ainsi qu'une protection physico-chimique des fibres contre les agents nocifs de l'environnement. De plus elle conditionne directement la tenue thermique et la résistance à la compression et au cisaillement inter-laminaire.

La classification des types de matrices couramment rencontrées est donnée sur la figure (I.2).

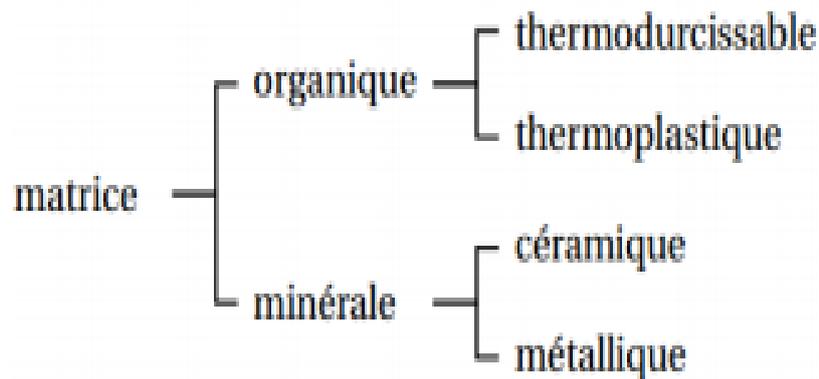


Figure. I.2 : Types de matrice [13].

Dans notre travail on s'intéresse aux composites à matrice organique, qu'on peut classer en deux grandes familles : les thermoplastiques et les thermodurcissables

a) Les matrices thermodurcissables

Les polymères thermodurcissables sont constitués d'un réseau tridimensionnel de macromolécules. Ils sont obtenus à partir de monomères polyfonctionnels par polycondensation ou polyaddition [14].

Les thermodurcissables se solidifient de manière irréversible lorsqu'ils sont chauffés. Ils ne peuvent pas être remodelés plus tard par un nouveau chauffage. Ils sont habituellement des polymères tridimensionnels dans lesquels le taux de réticulation entre les chaînes est très important une fois qu'ils sont durcis par la chaleur [15].

b) Les matrices thermoplastiques

Les thermoplastiques se présentent sous forme de chaînes linéaires ou branchées qui ne sont liées entre elles que par des liaisons faibles (Van der Waals ou hydrogène). Il faut les chauffer pour les mettre en forme et les refroidir pour les fixer. Cette opération est réversible. Elles ont de faibles propriétés mécaniques en terme de rigidité ; un renforcement par l'incorporation de charge

leurs confère une tenue thermique et mécaniques améliorée et une bonne stabilité dimensionnelle [16].

Les matrices thermoplastiques les plus courantes sont le poly (chlorure de vinyle), le polyéthylène, le polypropylène et le polystyrène [17].

I.1.3.2. Les renforts

On désigne sous le nom général de renfort 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 [18].

L'incorporation de renforts dans les polymères est connue comme l'une des techniques permettant d'améliorer les propriétés des produits finis et d'élargir le domaine d'application des matières plastiques, elle permet aussi de faciliter la mise en œuvre et de réduire le coût de fabrication d'un matériau. De plus, elle est un moyen économique de développer un nouveau matériau pour répondre à des applications parfois bien spécifiques [19,20].

Les renforts peuvent être classés selon:

- Leur composition : métaux, verres, polymères, etc...
- Leur forme :
 - Fibres : courtes (0,1 - 1 mm), longues (1 - 50 mm) ou continues (> 50 mm),
 - Particules (ou granules): gravier (ajouté au ciment pour faire du béton), sable, billes de verre, amidon, etc... ;

Les matériaux de renforcement peuvent exister seuls dans la matrice (composites homogènes) ou en combinaison avec des matériaux de renforcement de propriétés différentes (composites hybrides).

I.1.3.2.1. Types de renforts

Suivant leur nature chimique on peut distinguer deux grandes familles de renforts:

a) Renforts inorganiques : dans cette catégorie, on y trouve des renforts de nature minérale ou métallique comme présenté ci-dessous.

a-1) Renforts minérales: telles que les carbonates de calcium, les sulfates de calcium, qui sont souvent utilisées comme additif permettant de diminuer le coût de revient du matériau. Elles permettent aussi de modifier certaines propriétés mécaniques [21].

La fusion puis le fibrage de divers minéraux permet de produire aussi des fibres ou des laines minérales plus ou moins denses et stables. Les minéraux recherchés pour produire des fibres le

sont pour leurs qualités d'inertie chimique et/ou thermique, parfois pour leurs propriétés optiques ou piézoélectriques mais d'abord pour leurs propriétés vitrifiées [22].

a.2) Renforts métalliques : qui permettent de conférer au matériau des propriétés électriques, ou d'améliorer leur comportement thermique, tels que des fils d'acier, fibres de carbone, alumine, bore, etc... [23].

b) Renforts organiques : dans cette catégorie, on y trouve des renforts naturels végétaux et animaux, mais aussi synthétiques. On cite les :

b-1) Renforts végétales : qui comprennent des fibres provenant des poils séminaux de graines (coton, kapok) ; des fibres libériennes extraites de tiges de plantes (lin, chanvre, jute, ramie) ; des fibres dures extraites de feuilles (sisal), de troncs (chanvre de manille), d'enveloppes de fruits (noix de coco) [21,24].

b-2) Renforts animales : qui proviennent des poils, telle que la toison animale, et des sécrétions telle que la soie [21].

b-3) Renforts synthétiques : Ces charges ont un meilleur comportement en compactations que les renforts naturels. Ils sont moins rugueux, sont continus et sont dotés de fibres bien séparées, bien orientées et ayant des sections lenticulaires uniformes comme: (kevlar, élastodiène, vinylal, polyurée, polyuréthane, polyamide) [25].

Les renforts peuvent également être classés également suivant leurs formes. On distingue ainsi trois grands types de renforts [26] :

- Les **fibres longues** (c'est-à-dire de longueur comparable aux dimensions de la pièce, (voir figure I.3(a)) ;
- Les **fibres courtes** (c'est-à-dire de longueur faible devant les dimensions de la pièce, (voir figure I.3(b)) ;
- Les **particules**, ou charges renforcées (voir figure I.3(c)).

Tous ces renforts sont inclus au sein d'une matrice qui répartit les efforts entre eux et les protège des agressions extérieures, comme indiqué ci-dessus. En outre, lorsque les renforts sont des fibres, celles-ci peuvent être soit orientées dans une direction précise, soit disposées "en vrac", aléatoirement.

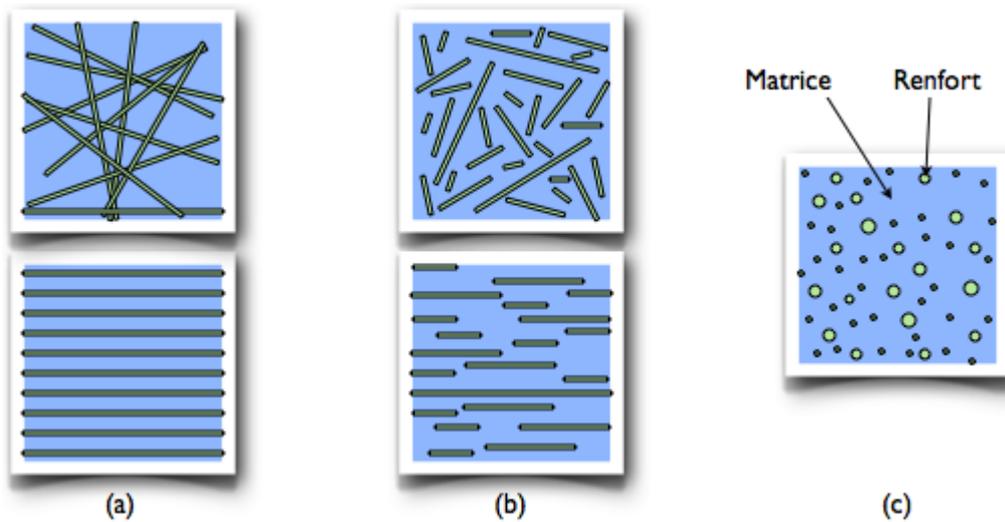


Figure I.3: Les structures géométriques des composites : (a) fibres longues, (b) fibres courtes, (c) particules [26].

I.1.3.2.2. Les fibres

Les renforts constitués de fibres se présentent sous les formes suivantes :

- Linéique (fils, mèches),
- Tissus surfaciques (tissus, mats),
- Multidirectionnelle (tresse, tissus complexes, tissage tri directionnel ou plus) [27].

D’origine organique, animale ou végétale, ou encore des fibres minérales, toutes sont couramment utilisées car ce sont les fibres les plus disponibles [28].

La Figure I.4 illustre les différents types de fibres.

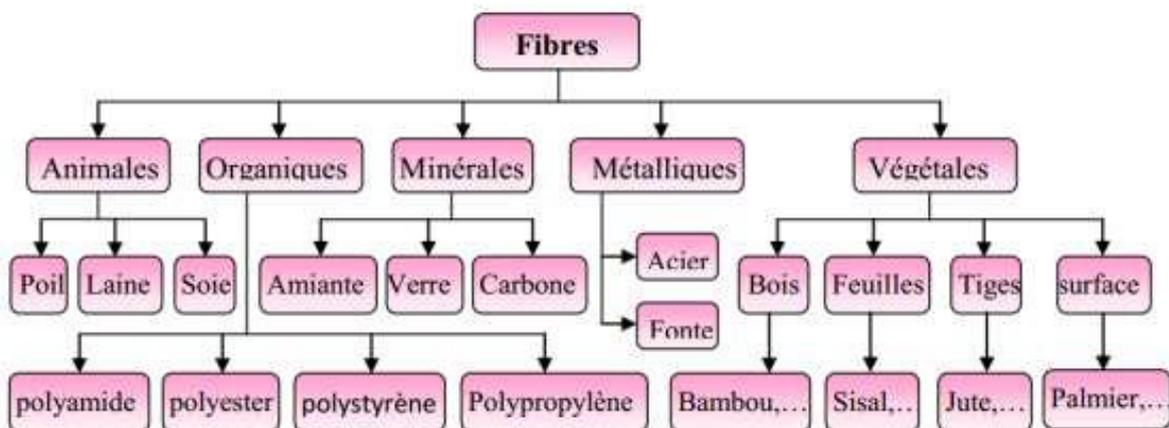


Figure I.4 : Les différents types de fibres [29].

I.1.3.2.3. Les fibres végétales

Chaque fibre végétale est assimilable à un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose. La matrice étant principalement composée d'hémicellulose et de lignine. En réalité, dans la structure de la fibre végétale, la lignine constitue la matrice et l'hémicellulose joue le rôle d'agent comptabilisant entre la cellulose et la lignine [30].

La composition chimique des fibres végétales est donnée dans la figure (I.5).

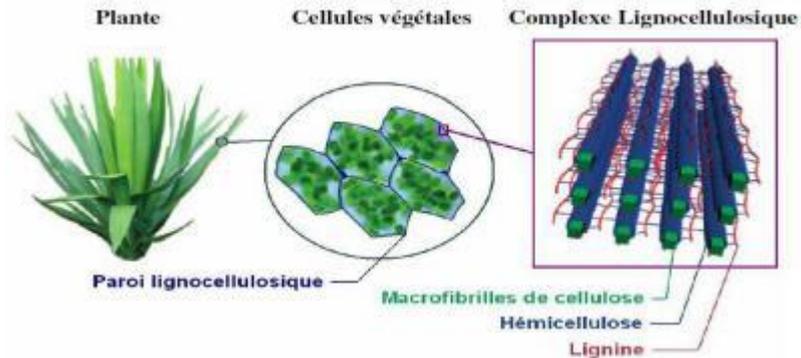


Figure. I.5 : Composition d'une fibre végétale [31].

a) La cellulose

La cellulose représente la molécule biologique la plus abondante sur terre. D'un point de vue chimique, la cellulose est une macromolécule constituée par une très longue chaîne stéréo régulière composée de maillons de glucose (Figure I.6). Le motif de répétition est le dimère cellobiose. Le nombre de motifs de répétition ou le degré de polymérisation varie suivant l'origine de la cellulose. Ce polymère présente un grand intérêt du point de vue industriel puisque de nombreuses fibres (coton, chanvre, jute, lin...) sont composées de cellulose [32].

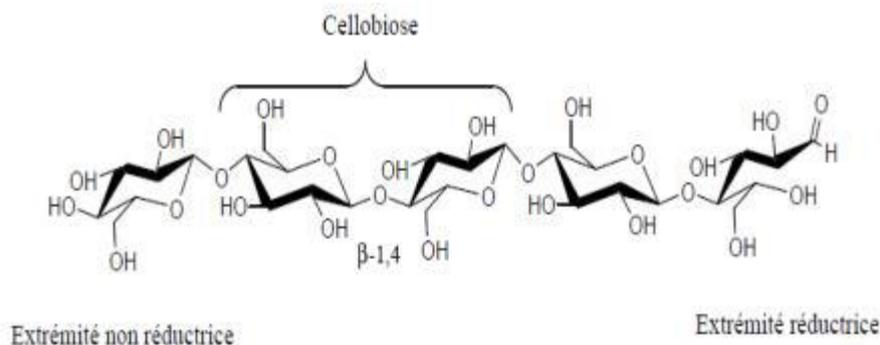


Figure. I.6 : Molécule de cellulose (n répétitions du motif cellobiose) [33].

La cellulose possède une structure fibrillaire et partiellement cristalline et les microfibrilles de cellulose sont constituées de zones cristallines ordonnées et de zones amorphes totalement désordonnées (Figure I.7) [33].

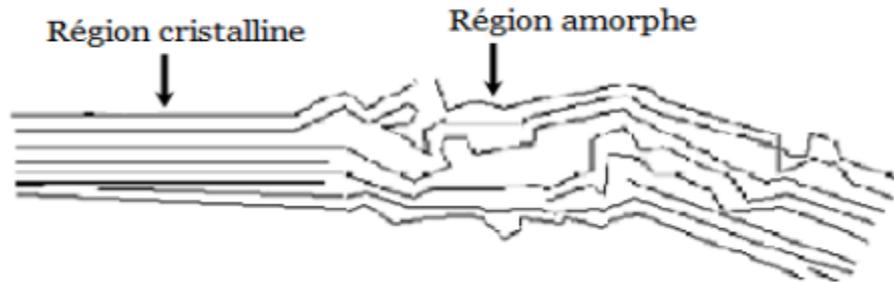


Figure. I.7 : Représentation des micros fibrilles constituant les fibres de cellulose [33].

Dans la zone cristalline, les chaînes cellulose 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.

b) Les hémicelluloses

Les hémicelluloses constituent une classe de polymères très variés solubles dans l'eau et pouvant être extraits de la paroi des cellules végétales par des solutions alcalines. En plus du glucose, les monomères des hémicelluloses peuvent être de la xylose, du mannose, du galactose, du rhamnose ou de l'arabinose (Figure I.8). Les hémicelluloses sont composées majoritairement de D-pentoses, parfois de petites quantités d'oses (monosaccharides) de configuration L. L'xylose.

Les hémicelluloses ont un degré de polymérisation compris entre 200 et 300 et leur structure dépend de l'espèce végétale (type cellulaire, localisation dans la paroi ou bien encore âge des tissus [32,34].

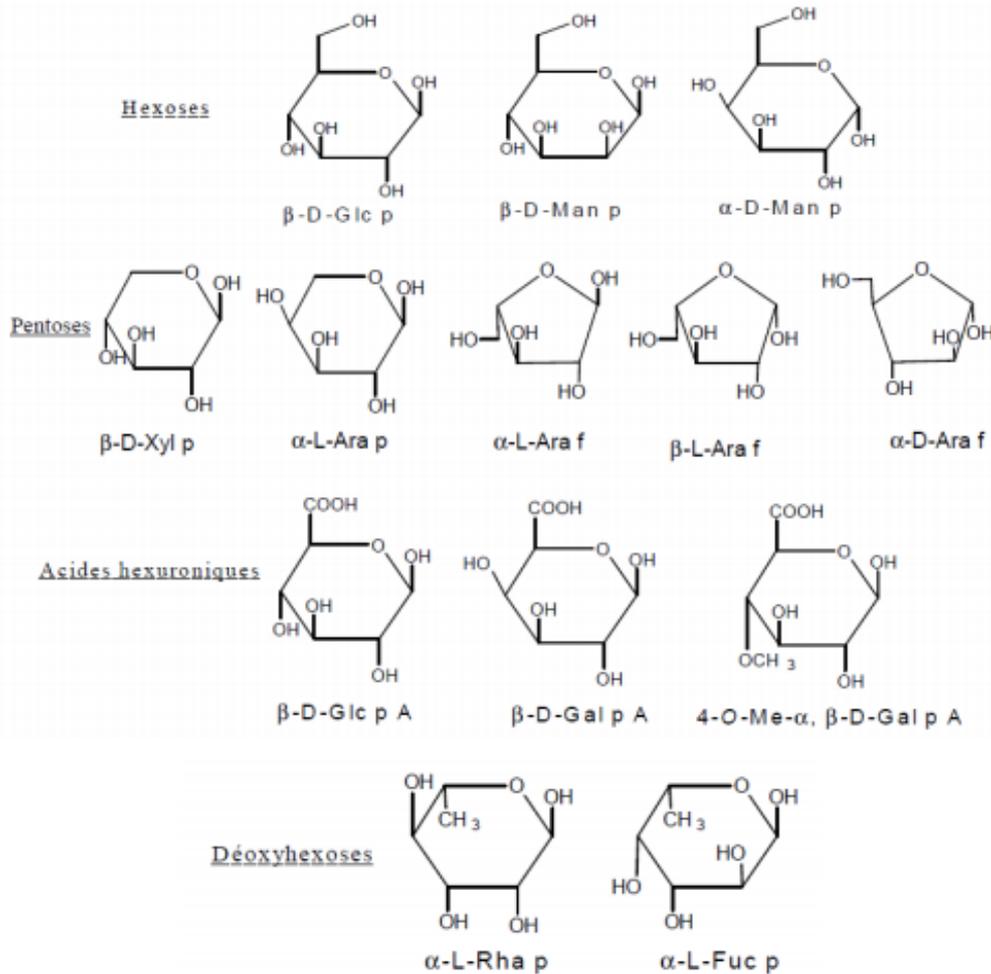


Figure. I.8 : Principaux glucides constituant les hémicelluloses [34].

c) Les lignines

Les lignines sont des polymères tridimensionnels provenant de la polymérisation radicalaire de trois alcools phénylpropénoïques (l'alcool coumarylique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique), dont la structure dépend également de l'espèce végétale. On ne peut pas de ce fait leur attribuer une structure moléculaire définie. Elles sont composées de constituants aliphatiques et aromatiques (Figure I.9).

La lignine contribue à la résistance mécanique des parois cellulaires et soutient la cohésion des fibres dans la partie boisée. En considérant la fibre comme un matériau composite, la lignine représenterait la matrice. Elle sert d'agent complexant pour les minéraux et aide à la conservation de l'humidité dans les plantes. La lignine est responsable de la rigidité et de la dureté des bois et des plantes. Elle est peu sensible à la dégradation biologique, elle crée une barrière morphologique à la pénétration et à la progression des agents pathogènes, et contribue à la protection naturelle des végétaux contre certaines attaques parasitaires [35].

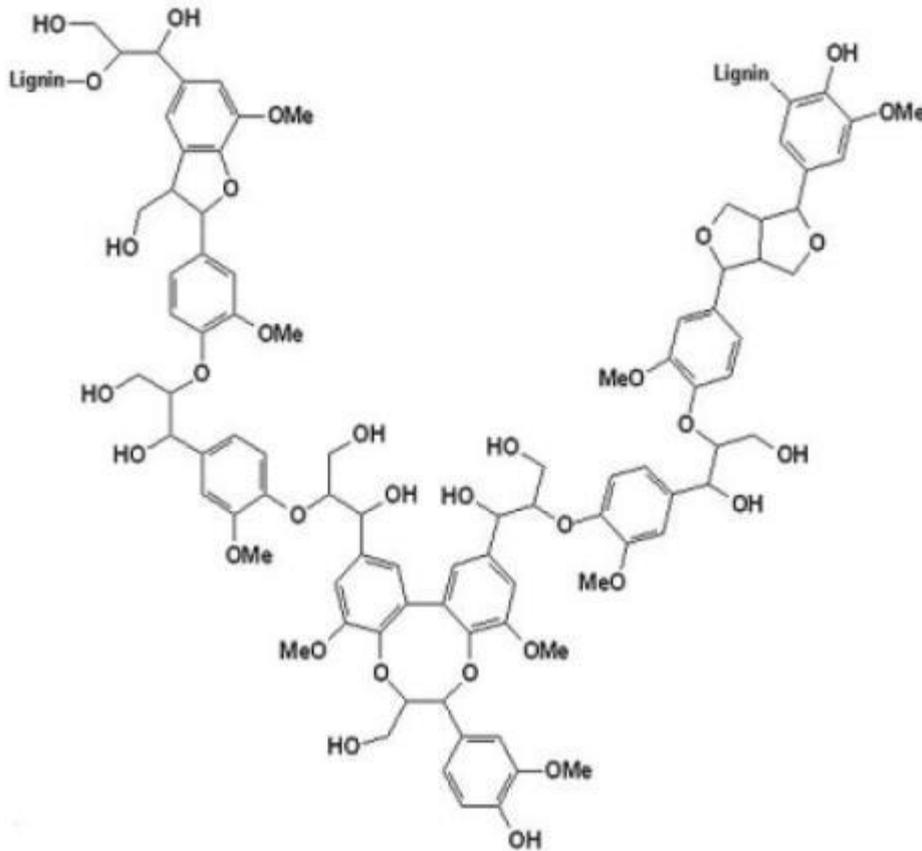


Figure. I.9 : Représentation schématique de la lignine [35].

I.1.4. Procédés de fabrication des matériaux composites

Les procédés de mise en œuvre de matériaux composites nécessitent trois étapes indispensables :

- a) Une étape d'association : l'imprégnation du renfort par la matrice,
- b) Une étape rhéologique de mise en forme de la pièce,
- c) Une étape thermique de solidification du matériau, soit par :
 - Refroidissement pour les matrices thermoplastiques
 - Polycondensation ou réticulation pour les matrices thermodurcissables.

Il existe différents procédés de mise en œuvre de matériaux composites mais les plus utilisés sont le procédé par moulage et l'extrusion [36].

I.1.4.1. Procédé par moulage

C'est l'un des procédés les plus économiques pour la production de grandes séries de pièces de petites et de moyennes dimensions. Dans ce procédé, on place une préforme de compound de moulage (résine, renfort, catalyseur et additifs déjà pré-mélangés dans des proportions optimales) dans la cavité d'un moule chauffé, ensuite on la presse aux dimensions finales [37]. La

compression fait généralement appel à des feuilles non-tissés composées de fibres végétales seules, ou mélangées avec des fibres synthétiques[38].

Les procédés les plus importants sont :

- Moulage par contact
- Moulage par projection simultanée
- Injection thermodurcissable
- Compression thermodurcissable
- Enroulement filamentaire (ou bobinage)

I.1.4.2.Extrusion

L'extrusion consiste à mélanger des thermoplastiques fondus et des fibres dans une extrudeuse équipée d'une ou deux vis. Lors de l'alimentation, le taux d'amélioration est généralement contrôlé par la dose. A la sortie, le matériau est extrudé à travers la filière puis refroidi. Le mélange consolidé peut ensuite être découpé en granulés pour, par exemple, une injection partielle [39]. Cette méthode nécessite une compatibilité thermique entre les produits. En particulier, lorsque plusieurs polymères sont utilisés, il ne faut pas que l'un d'eux soit thermiquement dégradé tandis que les autres ne sont pas fondus. En outre, les contraintes de cisaillement doivent être choisies pour disperser parfaitement la charge dans la matrice et éviter les points de concentration de charge résultant de l'agglomération de celle-ci.

I.1.5.Intérêt des composites

Les matériaux composites, en fonction de leurs constituants, présentent un grand nombre d'intérêts. D'un point de vue mécanique, ils offrent d'excellentes propriétés en traction, flexion, compression, cisaillement plan et transverse ainsi qu'une excellente absorption aux chocs. Leur résistance mécanique combinée à leur faible densité en fait un élément incontournable des conceptions actuelles qu'elles soient structurelles ou non.

D'un point de vue physico-chimique, ils s'adaptent parfaitement à différents milieux ambiants et peuvent être très performants en termes de résistance aux produits chimiques, au feu, ou à la corrosion. Néanmoins, leur plus grand intérêt réside dans la possibilité de pouvoir intégrer plusieurs fonctions en une seule opération réduisant de fait et de façon conséquente, le nombre de pièces d'un ensemble mécanique ou d'une conception et par là même son coût de revient. Bien que leur fabrication nécessite des investissements parfois lourds en termes d'outillages de moulage, ils constituent un compromis technico-économique intéressant lorsqu'ils sont fabriqués en série.

I.1.6. Domaines d'application des composites

Les matériaux composites peuvent être utilisés dans plusieurs domaines d'application, on cite ci-dessous :

- Electricité et électronique.
- Bâtiment et travaux publics.
- Transports routiers, ferroviaires, maritimes, aériens et spatiaux (notamment militaire).
- Santé (instrumentation médicale).
- Sports et loisirs (skis, raquette de tennis, planche à voile, surf, club de golf, aviron).

Ainsi on note que les matériaux composites sont surtout utilisés pour des applications où une haute performance est recherchée.

La figure I.10, montre clairement que la construction présente la plus grande part du marché suivie par l'industrie automobile.

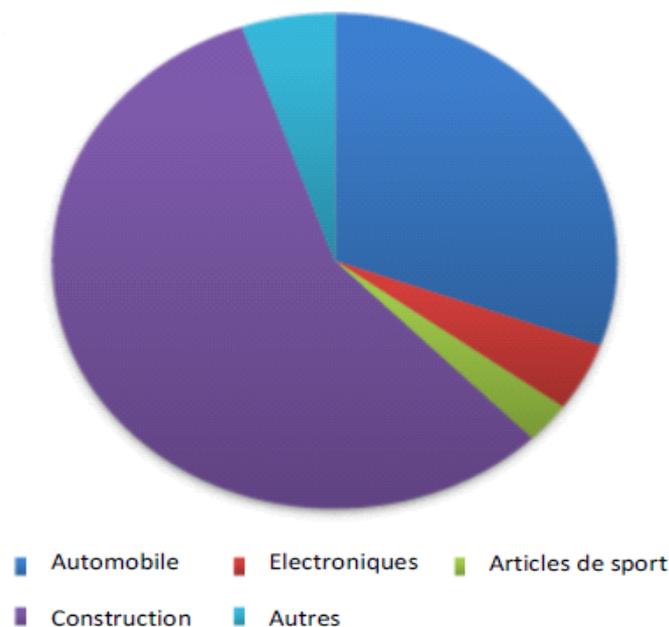


Figure I.10 : Diagramme illustrant la répartition des composites par utilisation [40].

I.2. Le polyéthylène (PE)

➤ Définition

Le polyéthylène, ou polythène (sigle générique PE), est l'un des polymères les plus simples et les moins chers [35]. C'est un matériau semi cristallin obtenu par la polymérisation de l'éthylène. C'est le plus important polymère de synthèse, devant le polypropylène (PP), le polychlorure de vinyle (PVC) et le polystyrène (PS) [41].

➤ **Structure moléculaire:**

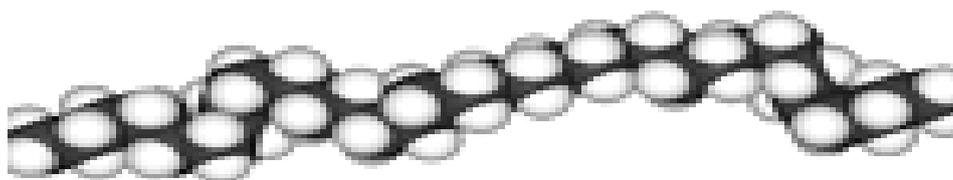


Figure I.11 : Schéma représentatif du polyéthylène [41].

La réaction de polymérisation du polyéthylène est la suivante :



Figure I.12: Réaction de polymérisation du polyéthylène [41].

➤ **Les différents types du polyéthylène**

Les polyéthylènes sont classés en fonction de leur densité qui dépend du nombre et de la longueur des ramifications présentes sur les chaînes moléculaires. On cite [42]:

- Le polyéthylène à basse densité (PE-BD) (en anglais LDPE, low-density polyéthylène).
- Le polyéthylène à basse densité linéaire (PE-BDL), en anglais (LLDPE : linear low-density polyéthylène).
- Le polyéthylène haute densité (PE-HD), en anglais (HDPE : high-density polyéthylène).
- Le polyéthylène réticulé (PE-R), en anglais (PEX : cross-linked polyéthylène).
- Le polyéthylène réticulé à haute densité (PE-RHD), en anglais (HDXLPE : high density cross-linked polyéthylène).
- Le polyéthylène à moyenne densité (PE-MD), en anglais (MDPE : medium density polyéthylène).

I.2.1. Polyéthylène haute densité (PEHD)

I.2.1.1. Définition

Le PEHD est un polymère synthétique apparu dans les années 50, suite à la découverte des catalyseurs de Ziegler-Natta à base de métaux de transition (titane, cobalt, ...) et des catalyseurs à base d'oxyde de chrome. Ceci a permis la production du PEHD dans des conditions moyennes (basse pression).

La figure I.13, montre la formule du PEHD.

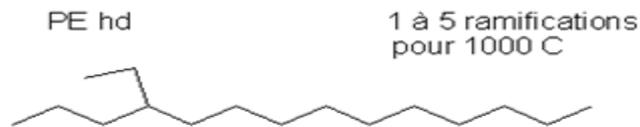


Figure I. 13 : Formule du PHED

I.2.1.2. Propriétés du PEHD

Les différentes propriétés du PEHD sont rassemblées dans le tableau I.1.

Tableau I.1: Les principales propriétés du polyéthylène à haute densité [43, 44].

Propriétés	Méthode d'essai	Unité	PEHD
Physiques - Masse volumique. - Taux de cristallinité. - Masse molaire moyenne.		g/cm ³ % g/mol	0.925-0.956 75 - 80 10000
Mécaniques - Contrainte à la Rupture. - Module de traction. - Module de flexion. - Dureté (shore).	BS.2782 :301.E	MPa MPa MPa Échelle D	13 - 25 200 - 300 60 - 400 41 - 60
Thermiques - T _f . - T _g . - Plage de T de résistance. - Retrait au moulage.	BS.2782 : Pt.2 ASTM : D955-51	°C °C °C %	120 - 136 Environ -110 De -70à +60 1.5 - 3.5
Electriques - Cte diélectrique 1MHz. - Résistivité volumique.	BS.2782 : Pt.2	Ω.cm	2.25 - 2.35 > 1018
Masse molaire	/	g. mol ⁻¹	8 millions

I.2.1.3. Domaines d'utilisation du PEHD

Le PEHD est largement présent dans notre quotidien. Les principales applications sont les suivantes : bidon d'huile, flacons détergents, bidons produits sanitaires et produits chimiques, casiers bouteilles, jouets, conduit d'eau, doublage papier boucherie,....

I.2.1.4. Avantages et inconvénients du PEHD

a. Avantages [45]

- Mise en œuvre aisée,
- Excellentes propriétés d'isolation électrique,
- Résistance aux chocs,
- Grande inertie chimique,
- Qualité alimentaire,

- Perte du caractère perméable des PE que ce soit à l'eau, mais aussi à l'air et aux hydrocarbures.

b. Inconvénients [45]

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

I.3.Chêne-liège**I.3.1.Classification et nomenclature**

Le chêne-liège, est une essence endémique du bassin méditerranéen dont l'origine remonte au Tertiaire [46], il est un descendant de la flore pliocène supérieure [47,48].

En Afrique du nord, on désigne depuis longtemps cette espèce sous des pseudonymes berbères : d'Ahlidj en Iderren, Igiqi, Agout, Harnech, Afersi, Aferki ou Iferki[49].

En Algérie, le chêne-liège, constitue une des richesses forestières de l'Algérie. Ses forêts tenaient et tiennent toujours une place primordiale dans la vie socio-économique de La production riveraine et du pays en général. Ce produit occupait au début du siècle dernier, à ce jour, le premier rang des produits forestiers et son exploitation représentait selon Henri M. [50] les trois quarts de la recette forestière totale.

Les différentes parties de chêne-liège sont illustrées su la figure I.14.

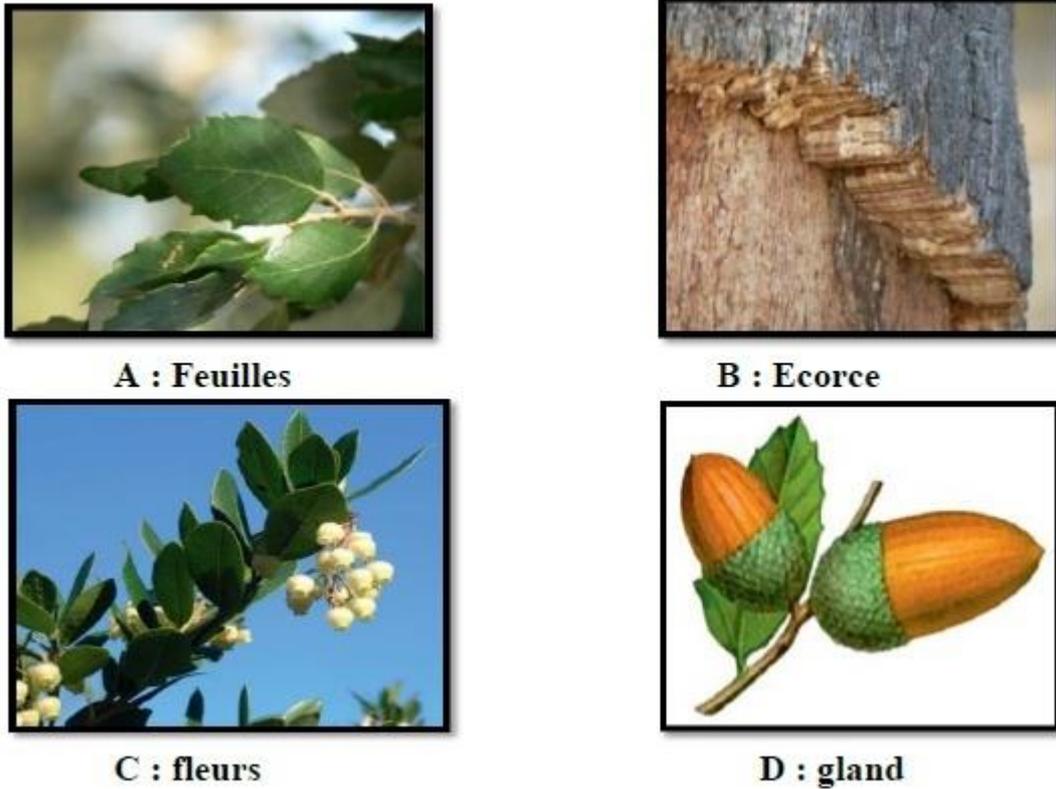


Figure I.14 : Les différentes parties de chêne-liège [51].

Le tableau I.2 donne la répartition du Chêne-liège dans le monde.

Tableau I.2: Répartition mondiale du Chêne-liège [52].

PAYS	Superficie (hectares)	%
Portugal	860.000	32
Espagne	725.000	27
Maroc	440.000	16,4
Algérie	375.000	14
Tunisie	144.000	5,3
Italie	99.000	3,7
France	44.000	1,6

I.3.2.Paroi cellulaire des glands

La paroi cellulaire entoure la cellule végétale est essentiellement constituée de glucides, comprenant trois grandes classes de polysaccharides : la cellulose, les hémicelluloses et les

pectines. La paroi cellulaire garantit la résistance mécanique, permettant la croissance verticale et la formation de structures, et joue encore un rôle important dans les processus cellulaires telles que l'expansion cellulaire, la différenciation tissulaire, la communication intercellulaire, le mouvement de l'eau et les réponses de défense contre les parasites ou les agents pathogènes [53].

I.3.3. Organisation de la paroi

La paroi se forme dès la division cellulaire au niveau de la plaque cellulaire, puis de la mise en place de la lamelle moyenne. On parle de paroi primaire lors de la croissance, ensuite de paroi secondaire lorsque la croissance est terminée. Les structures et compositions des parois primaires et secondaires sont différentes. Les parois primaires subissent des modifications pour accompagner la croissance tandis que la forme des parois secondaires n'est pas modifiée. Les parois primaires sont principalement composées de polysaccharides (90-95% de leur masse) et de protéines (5-10%) [53].

La figure I.15 montre une description des parois cellulaires des glands.

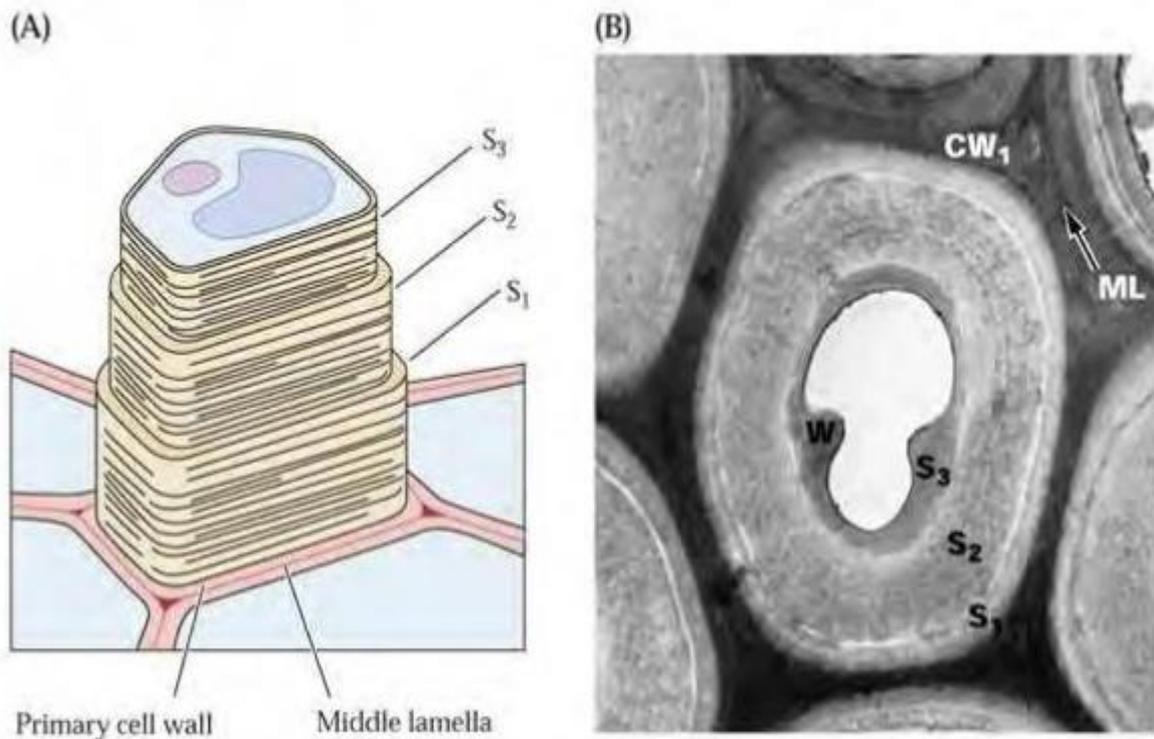


Figure I.15 : Description des parois cellulaires des glands : A- Représentation schématique, B- Coupe observée en microscopie électronique. ML : lamelle moyenne; CW₁ : paroi primaire; S1, S2, S3 : paroi secondaire lignifiée

I.4. Coquille d'œufs

I.4.1. Historique de l'utilisation de l'œuf dans les matériaux composites

L'utilisation de matières organiques dans les matériaux composites n'est pas récente. Depuis des siècles, différentes cultures utilisent les œufs, le sang d'animaux, poils et autres matières dans les mortiers destinés à la construction. Les coquilles d'œufs ont été largement utilisées comme matériau de construction dans le passé. Au fil du temps, ils ont été remplacés par d'autres agrégats de construction. Cependant, en raison de l'avantage écologique, les coquilles d'œufs peuvent être réintroduites comme matériaux de construction. En Inde, l'œuf a été utilisé comme reliure, renforcement ainsi que matériaux de finition. Le mortier de chaux poli est généralement composé de chaux et eau avec additifs et agrégats. Les blancs d'œufs ont été utilisés comme additifs et les coquilles d'œufs ont été utilisés comme agrégats. L'ensemble de ce mélange est calciné et utilisé pour de multiples travaux tels que : peinture, reliure, renforcement des matériaux plastiques et de finition.

Pour mettre en évidence le potentiel dans notre pays, la production nationale d'œufs s'élève à 3 838 300 000 d'unités [54]. Durant l'année 2017, plus de 5 milliards d'œufs ont été consommés en Algérie, selon l'Association nationale des commerçants et artisans (ANCA) [55]. Nous pouvons conclure que la quantité de coquilles produites est d'environ 27 500 tonnes annuelles qui sont en très grande partie envoyées aux centres d'enfouissement technique. Donc, il serait intéressant de valoriser les coquilles d'œufs pour la préparation des matériaux composites à caractère écologique et comme une alternative à des matériaux plastiques usuels nocifs pour l'environnement.

I.4.2. Composition de l'œuf

Nous nous intéressons dans cette étude aux œufs infertiles de poules domestiques. Le poids moyen des œufs produits par des souches de poules élevées sélectivement est de l'ordre de 60 g plus ou moins 5 g. Les œufs en coquille sont constitués d'environ 10% de coquille, 60% de blanc (d'albumen) et 30% de jaune (vitellus) [56]. La teneur totale en solides de l'albumine, du Jaune et de l'œuf entier est d'environ 12%, 52% et 24%, respectivement ; le reste étant majoritairement de l'eau [57].

La figure I.16 présente une coupe d'un œuf de poule domestique.

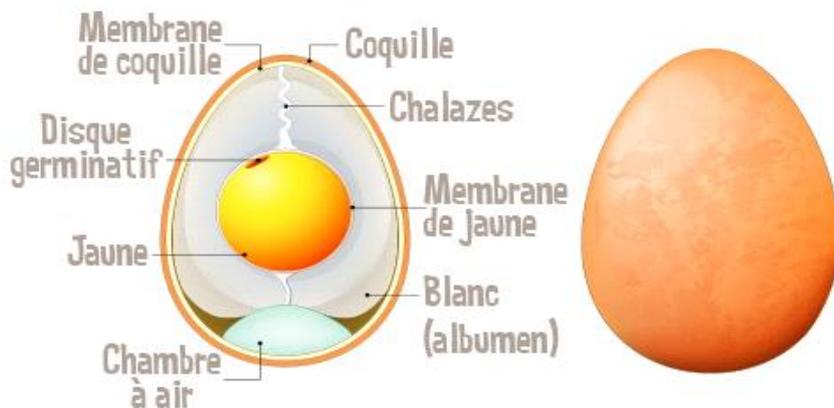


Figure I.16 : Coupe d'un œuf de poule domestique [58].

Les proportions des différentes parties de l'œuf de poule sont données dans le tableau 1.3.

Tableau I.3 : Proportions des différentes parties de l'œuf de poule [59].

Proportions Composants	Poids (g)	% dans l'œuf
	Moyenne	Moyenne
Coquilles	5.5	9.1
Membranes coquillières	0.25	0.4
Blanc	37	61.5
Jaune	17.3	29
Total	60	100

Le tableau 1.4 présente la composition chimique approximative d'un œuf entier

Tableau I.4:Composition chimique approximative d'un œuf entier [60-63].

Composants de l'œuf (100%)	Composition chimique approximative (%poids)				
	Humidité	Protéines	Lipides	Carbohydrates	Minéraux
Œuf entier	66.1	12.8-13.4	10.5-11.8	0.3-1.0	0.8-1.0
Coquille	1.6	6.2-6.4	0.03	Trace	91-92
Blanc	87.6	9.7-10.6	0.03	0.4-0.9	0.5-0.6
Jaune	48.7	15.7-16.6	31.8-35.5	0.2-1.0	1.1

I.4.3. Structure des coquilles d'œuf

La coquille est une enveloppe minéralisée permettant les échanges gazeux de par sa porosité (avec 7 000 à 17 000 canaux de pores en forme d'entonnoir répartis inégalement sur la surface de la coquille)[57]. C'est une combinaison d'une couche mousseuse de cuticule, d'une couche de calcite ou de carbonate de calcium et de deux membranes de coquille. Elle est composée de 1,6% d'eau, 95,1% de minéraux et 3,3% de matière organique [56].

Le minéral de la coquille de l'œuf est très majoritairement constitué de carbonate de calcium à hauteur de 98,4 % des minéraux de la coquille. Les 1,6 % restant sont constitués de carbonate de magnésium et de phosphate de calcium. Le carbonate de calcium contenu dans la coquille est uniquement sous la forme polymorphique cristalline : la calcite [56].

La cuticule insoluble dans l'eau est la couche d'œuf la plus externe mesure environ 10 à 30 µm d'épaisseur et recouvre les canaux poreux. Elle aide à protéger l'œuf de l'humidité et des invasions microbiennes. La cuticule est composée d'une couche minéralisée interne et d'une couche externe constituée uniquement de matrice organique. La couche adjacente à la coque a un aspect mousseux, tandis que la couche externe est plus compacte. La matière solide de la cuticule est composée d'environ 3% de cendres, 5% de glucides et près de 90% de protéines (principalement sous forme de protéines insolubles) et de glycoprotéines. La cuticule contient également une grande partie des pigments (protoporphyrine, biliverdine et son chélate de zinc) dans les œufs colorés et les cristaux d'hydroxyapatite [63].

La matrice de coquille d'œuf se compose de la couche de cristal verticale, de la couche de palissadique (couche d'éponge) et de la couche des noyaux mamillaire. • La couche mamillaire, de 70 µm environ, est la partie la plus interne de la couche calcifiée. Sa base est constituée des noyaux mamillaires qui sont des amas organiques déposés en surface de la membrane coquillière externe et à partir desquels la minéralisation est initiée. La minéralisation se poursuit vers l'extérieur en formant initialement une structure en forme de cônes ou mamelons [63].

Deux membranes de fibres protéiques résident entre l'albumine et la surface intérieure de la coquille. L'épaisseur totale de ces deux membranes a été estimée à environ 70 µm, avec des épaisseurs de membrane externe et interne d'environ 50 µm et 20 µm, respectivement. La membrane externe de la coque est fixée fermement à la coque perde nombreux cônes sur la surface interne de la coque s'étendant dans la membrane et par des associations de fibres [64].

La figure. I.17 présente une coupe transversale de la coquille observée au microscope électronique à balayage.

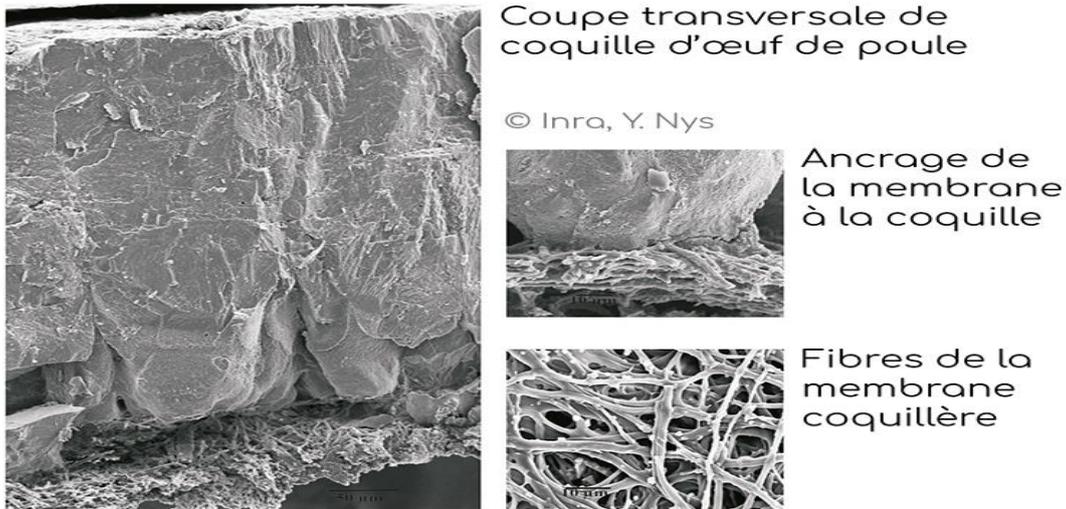


Figure I.17 : Coupe transversale de la coquille d'œuf observée au microscope électronique à balayage [56].

I.4.4. Caractéristiques physicochimiques des coquilles d'œuf

La coquille d'œuf, parfois appelée « biocéramique composite naturelle », est un fabuleux biomatériau protecteur ayant une structure cristalline parfaitement bien définie. Outre ses propriétés protectrices, la coquille a aussi des propriétés mécaniques étonnantes : une coquille d'œuf de poule d'une épaisseur de 0,3 millimètre confère à l'œuf entier une résistance à la compression de plus de trois kilogrammes [65].

La composition chimique et les différentes caractéristiques physico-chimiques des coquilles d'œufs selon certains travaux de recherche sont données dans le tableau I.5.

Tableau I.5: Composition chimique et caractéristiques physico-chimiques des coquilles d'œufs.

Propriétés	Zulfikare et al, 2012 [66]	Hassan, salih-hassan, 2013 [67]	Schaafdam et al, 2000 [68]	Yeddouet al, 2007 [69]
Masse volumique réelle (g/cm ³)	2,47	/	/	2,640
pH	8,30	/	8,3	/
Volume poreux total (cm ³ /g)	0,65-2	0,6210-2	/	/
Surface spécifique (m ² /g)	3,23	1,20	/	1,990
Porosité	1,62-2	/	/	0,180
K(%)	12,00	/	/	/
Ca	/	/	386,0-415,0 (mg/g)	(CaCO ₃) 86,400 (%)
Mg	12 (%)	1,94 (%)	3,5-5,5 (mg/g)	(Mg) 0,845 (%)
Na	21 (%)	/	/	(Na ₂ O) 0,890 (%)
P	/	28,34 (%)	0,6-1,4 (mg/g)	(P ₂ O ₅) 0,481 (%)
S	/	8,20 (%)	/	/
Fe	/	/	0,02-0,025 (mg/g)	(Fe ₂ O ₃) 0,029 (%)
Cu	/	/	0,005-0,010 (mg/g)	/
Zn	/	/	0,004-0,006 (mg/g)	/
Matière organique	5,36 (%)	/	6,30 (%)	/
Carbone organique	3,11 (%)	/	/	/

I.5. Interface matrice-renfort dans un matériau composite

I.5.1. Notion d'adhésion

L'adhésion peut être définie comme étant un ensemble de phénomènes physiques et/ou chimiques qui prennent naissance lorsque deux surfaces sont mises en contact. L'adhésion est liée à l'adhésivité : aptitude à créer des forces d'interactions entre deux surfaces, à l'état de surface des deux constituants (surface spécifique, porosité, sites actifs) et à la mouillabilité : aptitude à créer un contact entre deux surfaces [70].

Sachant que les fibres naturelles comme le bois sont un bon exemple de surface irrégulière, rugueuse, poreuse et autres caractéristiques non souhaitables. Cette surface conditionne donc fortement les possibilités de liens chimiques ou mécaniques entre deux matériaux, d'où la nécessité d'une troisième entité qui assure une liaison intime entre les deux éléments principaux et que l'on nomme interface. Cette interface conduit au concept *d'interphase*, qui fait référence à une troisième dimension de l'espace, dans laquelle il existe un gradient de concentration des deux composants.

L'interphase est une zone des adhérences, c'est donc à l'interface ou dans l'interphase qu'agissent les forces qui sont à l'origine de l'adhésion. La théorie de l'adhésion fait aussi appel à la notion d'énergie de surface et au phénomène de mouillage [71].

I.5.2. Amélioration de l'adhésion inter faciale

Les propriétés mécaniques des composites qui sont essentiellement contrôlées par celles du renfort vont être modifiées par la présence de la zone inter faciale qui va servir d'intermédiaire entre la fibre et la matrice, ainsi elle peut accroître le transfert de contraintes fibre/matrice et elle sera donc un agent de maintien de bonnes propriétés mécaniques de l'assemblage.

Il a été démontré par beaucoup de chercheurs, que le traitement de surface des fibres qui a pour but d'assurer une bonne adhésion entre les fibres et la matrice, peut influencer le mode de rupture et les propriétés résiduelles des composites [72-75]. Toute fois certains travaux ont mis en évidence la capacité des adhésifs iso cyanates à former des liens chimiques avec la fibre en plus des liaisons mécaniques [76].

I.5.3. Modification d'interface

Les fibres naturelles bien qu'elles possèdent de nombreuses qualités présentent certains défauts majeurs lorsqu'il s'agit de les associer aux polymères thermoplastiques. Elles possèdent une forte affinité avec l'eau (caractère hydrophile fort) ce qui crée une incompatibilité d'interfaces entre les fibres et les thermoplastiques à caractère fortement hydrophobe. Compte

tenu de cette incompatibilité et des problèmes qui en découlent, il est apparu nécessaire de mettre au point des solutions, via l'usage de traitements ou d'additifs. Dénombrant plus d'une quarantaine d'agents de couplage utilisés dans les composites fibres de bois/polymère synthétique. Ces diverses techniques peuvent être divisées en deux catégories : les méthodes de modification physiques et les méthodes chimiques. Le but de ces modifications est l'amélioration de l'adhésion par la création de liaisons qui n'existaient pas jusqu'alors et abaisser le caractère hydrophile des charges naturelles [75]. La surface est donc le cœur de l'action et subit les modifications.

I.5.3.1. Traitement physique

Les méthodes physiques induisent un changement des propriétés structurelles et surfaciques de la fibre cellulosique ou de la matrice thermoplastique. On peut citer entre autres [75]:

- L'irradiation par Ultra-violet
- Les traitements par décharges électriques (corona, plasma froid)
- Le traitement par irradiation γ .

I.5.3.2. Traitement chimique

L'affinité chimique entre la fibre et la matrice augmente avec la modification chimique de la fibre végétale. En fait, il consiste à modifier la cellulose. En effet, la zone cristalline est plus susceptible d'être attaquée par le réactif que la zone amorphe. On peut citer plusieurs exemples de traitements chimiques, tels que le traitement à l'hydroxyde de sodium (NaOH), le traitement au permanganate ou au silane, l'acétylation et le prétraitement avec différents agents de couplage [71]. Ces méthodes ont pour but de rendre compatible la fibre et la matrice, par l'introduction d'un agent modifiant ou un agent comptabilisant qui permet l'association des fibres cellulosiques qui sont fortement hydrophiles avec des polymères hydrophobes.

I.5.3.2.1. Influence de l'utilisation d'un agent de couplage

Les agents de couplage ou agents inter faciaux sont soit ajoutés directement dans le mélange, soit synthétisés *in situ* lors de la mise en forme. Ils tendent à migrer à l'interface des phases et ont entre autre comme effets :

- De faire diminuer la tension interfaciale entre les deux phases.
- De faire diminuer la taille des domaines de la phase dispersée.
- D'améliorer l'adhésion entre les différentes phases du matériau.

La figure I.19 montre le mode d'action de l'agent compatibilisant PE-g-MA sur les fibres cellulosiques.

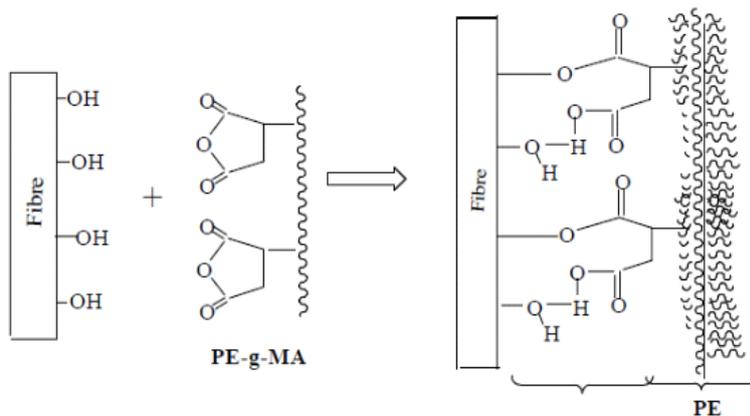


Figure I.19 : Mode d'action d'un agent comptabilisant PE-g-MA sur les fibres cellulosiques [76].

CHAPITRE II

Matériaux utilisés et techniques expérimentales

II.1. Matériaux utilisés

II.1.1. Polyéthylène à haute densité

Les matériaux sélectionnés pour ce projet incluent le polyéthylène à haute densité (PEHD) de grade 6030. Ce polymère est fourni sous forme de granulés cylindriques ou lenticulaires, avec un diamètre variant entre 4 et 5 mm, et ne présente aucune coloration. La fabrication de ce matériau est assurée par la société méditerranéenne des polymères, connue sous le nom de "POLYMED". Procuré au niveau de l'École Nationale des Ingénieurs en Pétrochimie de Bejaia, ses caractéristiques sont résumées dans le tableau II.1.

Tableau II.1: Caractéristiques du PEHD [80].

Propriétés	Méthodes	Unité	Valeur
Indice de fluidité 2,16kg/190C°	ASTM D1238	g/10 min	2,00-3,00
Densité à 23C°	ASTM D 1505	-	0,9600
Nombre de grains/gramme	DIC-HD-006	Nbr/g	30-40

II.1.2. Farine de péricarpe des glands

La méthode suivie pour préparer la farine de péricarpe des glands (FPG) est la suivante :

- a. Collecte des péricarpes des glands,
- b. Prétraitement, suivant ces étapes:

- Lavage à l'eau froide pour éliminer les impuretés solubles dans l'eau froide, telles que la saleté et la poussière.
- Lavage à l'eau chaude pour éliminer les impuretés insolubles.
- Séchage à l'air libre pendant 48 heures.
- Broyage avec un moulin manuel traditionnel pour les broyer en une poudre fine.
- Tamisage avec une tamiseuse pour obtenir une farine de dimension de $\leq 90 \mu\text{m}$.
- Stockage dans un contenant hermétique et stockage dans un endroit frais et sec jusqu'à son utilisation.

II.1.3. Coquilles d'œuf

Deux types de déchets des coquilles d'œufs (CO) crus ont été utilisés, des coquilles d'œufs blanches et brunes (figure II.1), collectées de diverses pâtisseries à proximité.



Figure II.1: Coquilles d'œufs blanches et brunes

Ils ont d'abord été lavées (figure II.2) pour éliminer les résidus du jaune et une quantité maximale des membranes, et séchées à l'air avant de les mettre dans une étuve pendant 24 heures à 105 ± 5 °C.



Figure II.2 : Lavage des coquilles d'œufs.



Figure II.3: Séchage à l'air des coquilles d'œufs

Dans une troisième étape, les coquilles d'œufs ont été écrasées et broyées à sec en utilisant un broyeur de type Retsch ZM 200 pour obtenir une poudre qui a été tamisée à travers un tamis avec une dimension de maille de 80 μm . Les caractéristiques chimiques des coquilles d'œufs ont été empruntées de la littérature dans la partie théorique.



Figure II.4:Photo de la machine du broyage et tamisage.

II.1.4. Agent comptabilisant (PE-g-MA)

L'agent comptabilisant utilisé dans notre étude est l'anhydride maléique greffé sur le polyéthylène (PE-g-MA).

Les caractéristiques du PE-g-MA sont représentées dans le tableau II.2.

Tableau II.2: Caractéristiques de l'anhydride maléique.

Formule chimique	$\text{C}_4\text{H}_2\text{O}_3$
Masse moléculaire	98,06 g/mol
Point de fusion	52-54 $^{\circ}\text{C}$
Pureté	99,5 %

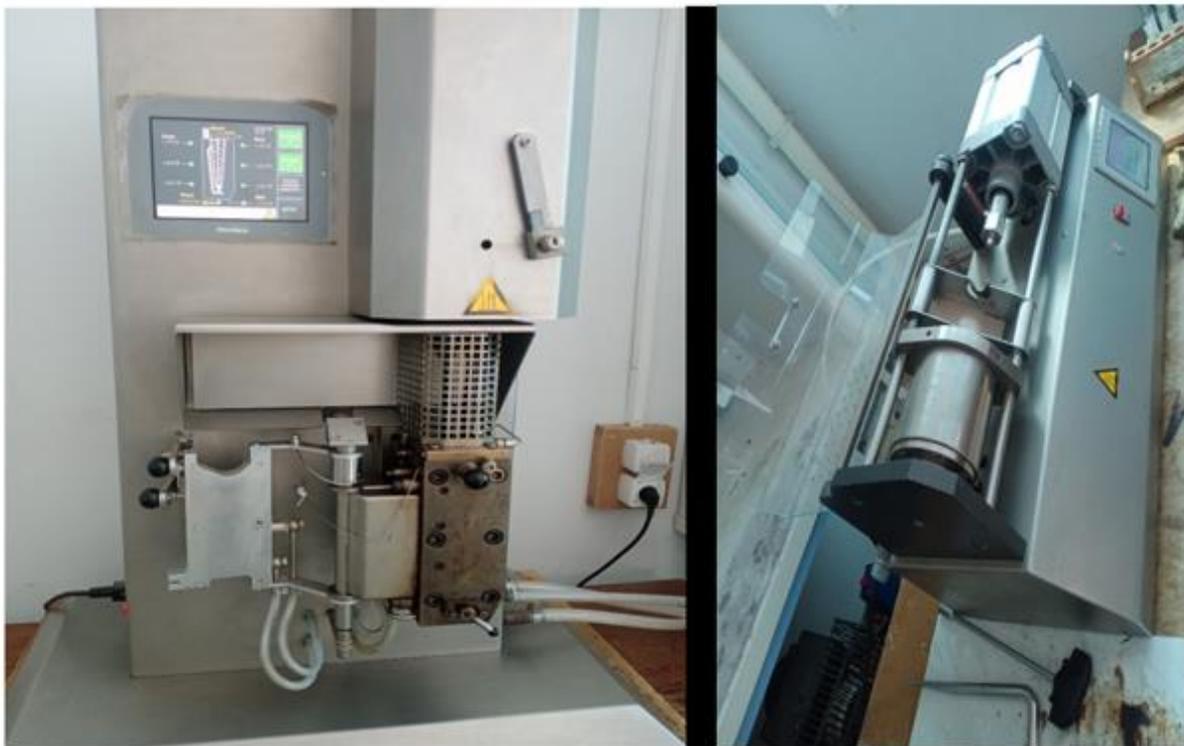
II.2. Technique expérimentales

II.2.1. Préparation des composites PEHD/PE-g-MA/FPG/CO

II.2.1.1. Extrusion et injection

Les différents constituants (PEHD, FPG, CO et le PE-g-MA) sont préalablement séchés dans une étuve à 60°C pendant 24 heures avant utilisation.

Les différents échantillons ont été préparés en utilisant une mini-extrudeuse "Microcompounder DSM Xplore modèle 2005" (figure II.5) au laboratoire de recherche de l'université de Bejaia. Cette extrudeuse est équipée d'une chambre d'une capacité de 15 ml, à l'intérieur de laquelle se trouvent deux vis co-rotatives coniques. Les conditions opératoires ont été fixées avec précision : une température de travail de 180°C, une vitesse de rotation des vis de 50 tours par minute et un temps de séjour dans la chambre de 5 minutes. À la sortie de la filière, les matériaux sont récupérés et directement transférés dans le moule de la machine d'injection, où des éprouvettes ont été moulées sous forme d'altères pour les tests ultérieurs.



(a)

(b)

Figure II.5: Photo des machines (a) : d'extrusion et (b) : d'injection

II.2.1.2. Moulage par compression

Le mélange obtenu par extrusion est introduit dans un moule carré, placé entre deux feuilles de téflon, et compressé à l'aide d'une presse de marque « CARVER » (figure II 6) au sein de l'université de Bejaïa. Le processus de compression est réalisé à une température de 170°C, sous une pression de 80 KN, et pour une durée de 5 minutes. Un préchauffage initial de 3 minutes est effectué pour permettre une fusion préliminaire du mélange, réduisant ainsi la formation de bulles d'air. Des plaques d'une épaisseur de 2 mm sont obtenues à l'issue de ce processus.



Figure II.6:Photo de la presse hydraulique utilisée pour la préparation des plaques.

La composition massique des différentes formulations élaborées est donnée dans le tableau II.3.

Tableau II.3 : Compositions des différentes formulations.

Composition (%) Formulations	PEHD	FPG	CO	PE-g-MA
F0	100	0	0	0
F10_T	65	10	20	5
F20_T	55	20	20	5
F30_T	45	30	20	5
F10_{NT}	70	10	20	0
F20_{NT}	60	20	20	0
F30_{NT}	50	30	20	0

* **T** : Composites contenant le PE-g-MA

* NT : Composites sans le PE-g-MA

II.3. Techniques de caractérisation

II.3.1. Analyse infrarouge a transformé de Fourier(IRTf)

La spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier est une technique utilisée pour obtenir le spectre d'absorption, d'émission, la photoconductivité ou la diffusion Raman dans l'infrarouge d'un échantillon solide, liquide ou gazeux. Le terme « spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier » vient du fait qu'il est nécessaire de passer par une transformation de Fourier pour convertir les données brutes en réel résultat spectral [81].

Les spectres infrarouges des différents échantillons, ont été enregistrés à l'aide d'un spectrophotomètre infrarouge à transforme de Fourier (IRTf) de modèle Thermo I S5 avec une résolution de 4 cm^{-1} et dans la région 4000 cm^{-1} à 400 cm^{-1} sur des films.

II.3.2. Test d'absorption d'eau

Le problème d'affinité des fibres naturelles avec l'eau intervient négativement sur les propriétés des composites polymères/fibres naturelles. Pour éliminer la quantité d'eau retenue, il y a lieu de sécher des éprouvettes carrées de 50 mm de côté, dans une étuve pendant 24 h à 50°C . Après séchage, on les laisse refroidir dans un dessiccateur et on les pèse (m_0) sur une balance analytique de précision 0.0001g. Ensuite on immerge les éprouvettes dans un récipient d'eau distillée à température ambiante. Chaque 24h, on fait un prélèvement, on enlève toute l'eau superficielle avec du papier absorbant et on pèse de nouveau les éprouvettes (m). L'opération continue jusqu'à ce la masse (m) soit constante.

La variation de masse en (%) est donnée par la formule suivante :

$$\Delta m(\%) = \frac{m - m_0}{m_0} \times 100 \quad (1)$$

II.3.3. Test de traction

C'est l'essai mécanique le plus fréquemment utilisé, qui consiste à soumettre une éprouvette en forme d'altère de type « H2 », dans les mâchoires d'un dynamomètre. La mesure des propriétés mécaniques à la rupture des plaques est effectuée au niveau du laboratoire des matériaux polymères avancés (LMPA) de l'université de Bejaia. La vitesse de déformation est maintenue constante à 5 mm/s. La machine est reliée à un micro-ordinateur qui effectue tous les calculs nécessaires et trace les courbes contrainte/déformation. La figure 11 représente la courbe théorique contrainte/déformation des matériaux polymères en général [82].

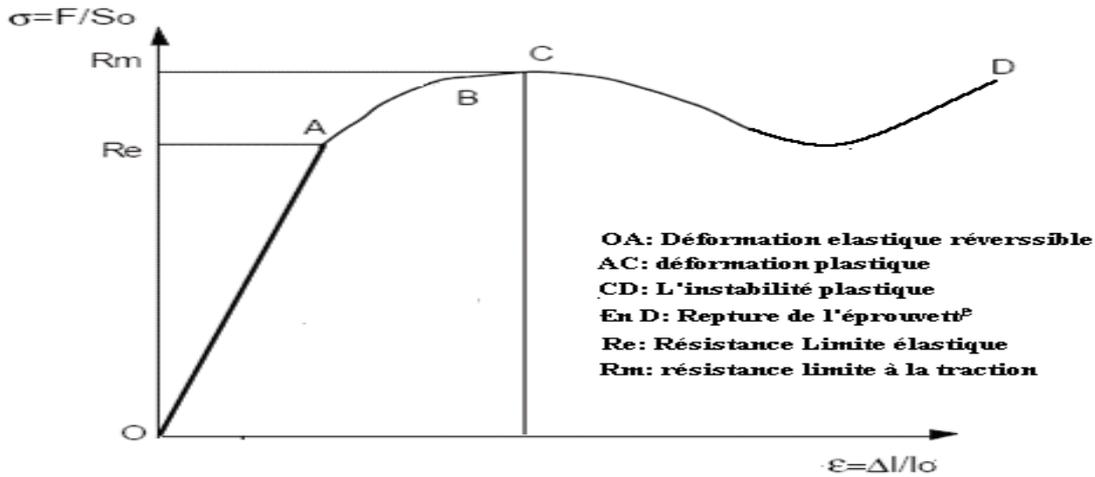


Figure II.7: Courbe théorique contrainte/déformation des matériaux polymères

La pente de la partie linéaire OA (Figure II.7) représente le module d'Young (E) exprimé en MPa ou en GPa, appelé aussi module d'élasticité. On appelle **loi de Hooke** la relation :

$$\sigma \text{ élastique} = E * \varepsilon \text{ élastique} \tag{2}$$

La contrainte à laquelle la rupture a eu lieu, exprimé en Pascal est donnée par la formule suivante :

$$\delta = \frac{F}{S} \tag{3}$$

Avec : δ : Contrainte à la rupture

S : Section de l'éprouvette

F : La force d'étirement

L'allongement à la rupture correspondant est exprimé en %, selon la formule suivante :

$$\varepsilon \% = \frac{L - L_0}{L_0} \times 100 \tag{4}$$

Avec:

ε : Allongement à la rupture.

L : Longueur finale de l'éprouvette.

L_0 : Longueur initiale de l'éprouvette

La photo de la machine de traction utilisée est illustrée sur la figure II.8.



Figure II.8:Photo de la machine de traction.

II.3.4. Test de choc

La résistance au choc donne une mesure de la résilience ou de la capacité du matériau de résister à la rupture sous l'effet d'un impact à grande vitesse. La résistance au choc des mélanges est réalisée à l'aide d'un marteau pendule de type «*Isod*», chargé d'une force de 7.5 joules, selon la norme ASTM D-4020. L'essai consiste à rompre d'un seul coup une éprouvette de forme parallélépipède de 8 cm de longueur, de 1 cm de largeur et de 2 mm d'épaisseur et mesurer l'énergie absorbée par la rupture. La résistance au choc (résilience) est calculée selon la formule suivante :

$$R = E_{\text{abs}} / h \times e \quad (5)$$

Avec :

R : Résistance au choc (KJ /m²).

E_{abs}: Energie absorbée (KJ).

H: Largeur de l'éprouvette (m).

E: Epaisseur de l'éprouvette (m).

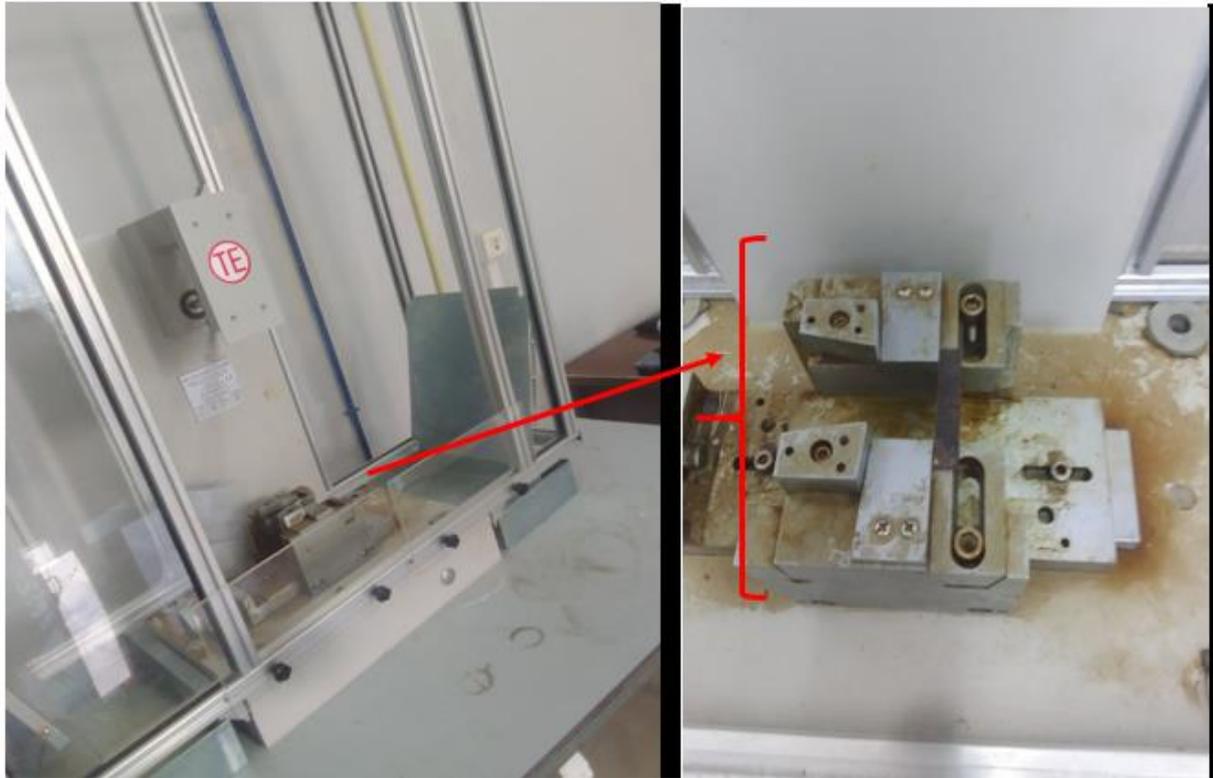


Figure II.9: Photo de la machine de choc.

Chapitre III

Résultats et discussion

III.1. Test de choc

La figure III.1 représente les résultats enregistrés pour les résistances aux chocs du PEHD et des composites PEHD/FPG/CO et PEHD/PE-g-MA/FPG/CO avec différents taux de charge. Il apparaît clairement que l'incorporation de la farine des péricarpes des glands et des coquilles d'œufs de caractère rigide dans la matrice du polyéthylène haute densité souple et flexible induit une baisse de la résistance au choc des différents composites. Une chute significative de 71.27%, 73.93% et de 74.47% est pour les formulations F10NT, F20 NT et F30NT respectivement comparé au PEHD vierge. Cela, peut être attribué d'une part à un changement de malléabilité au comportement de rupture avec l'augmentation du taux de charge et d'autre part à la mauvaise adhésion interfaciale entre la matrice et de la farine des péricarpes des glands et des coquilles d'œufs ce qui engendre des agglomérats, créant ainsi des régions de concentration de contraintes qui exigent moins d'énergie pour initier la propagation de craquage ce qui fragilise le système et diminue sa résilience [83].

Pour les composites traités, on a constaté que l'introduction de l'agent de couplage PE-g-MA améliore la résistance au choc qui se traduit par un comportement non cassant des échantillons par rapport à ceux non traités. Hyun-Joong Kim et al.[84] rapportent que l'utilisation du PE-g-MA apporte un effet de durcissement aux composites attribué à l'amélioration de l'adhésion interfaciale charge/matrice.

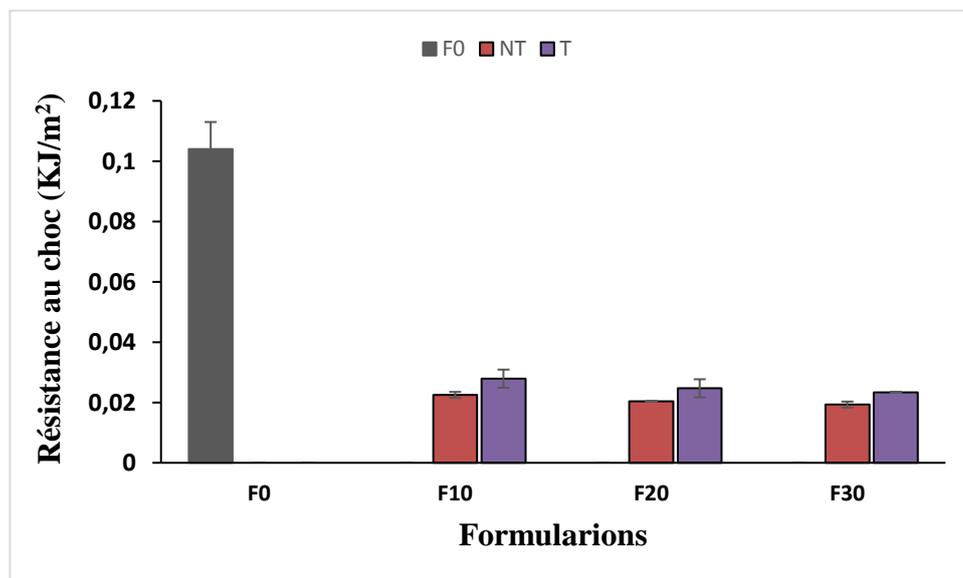


Figure III.1 : Evolution de la résistance au choc du PEHD et des composites PEHD/FPG/CO et PEHD/PE-g-MA/FPG/CO.

III.2. Test de traction

III.2.1. Contrainte à la rupture

L'évolution de la contrainte à la rupture des composites non traités et traités en fonction du taux de charge est illustrée sur la figure III.2. On voit que l'introduction de la FPG et des CO dans la matrice PEHD a induit à une légère diminution de la contrainte pour la formulation F10NT. Par contre pour les formulations F20NT et F30NT la contrainte n'a pas été affectée. Ce résultat peut être dû au renforcement de la matrice par la FPG et les CO.

Après l'ajout de l'agent de couplage aux composites, une augmentation significative de la contrainte à la rupture pour les différentes formulations a été enregistrée par rapport aux composites non traités. Cette augmentation est principalement attribuée à une meilleure dispersion de la fibre et à son effet de renforcement en raison du fort caractère électronégatif de l'atome d'oxygène. Dans le PE-g-MA la formation des liaisons chimiques sont plus élevée, par conséquent l'adhésion fibre/matrice, dans les composites traités par le PE-g-MA sera plus forte comparée aux composites non traités [85].

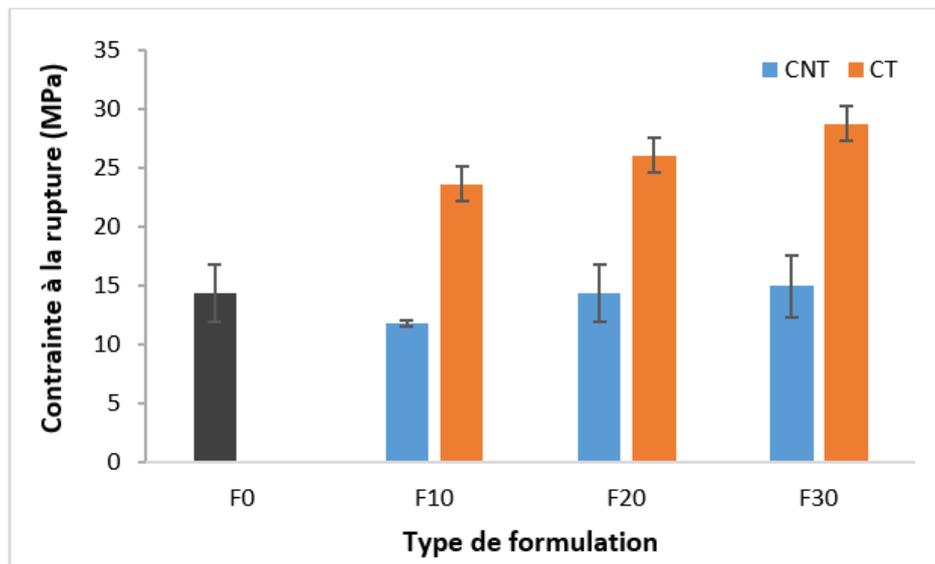


Figure III.2 : Evolution de la contrainte à la rupture du PEHD et des composites PEHD/FPG/CO et PEHD/PE-g-MA/FPG/CO.

III.2.2. Allongement à la rupture

L'évolution de l'allongement à la rupture des composites non traités et traités en fonction du taux de charge en farine des péricarpes des glands est illustrée sur la figure III.3. On remarque que la tendance de l'ensemble des formulations non est caractérisée par une baisse significative de l'allongement à la rupture. Cette diminution pourrait s'expliquer d'une part, par la nature hydrophile des fibres non traitées qui absorbent plus d'humidité et provoque un gonflement dans

la matrice PEHD ce qui provoque la fragilisation du matériau et d'autre part en raison du volume de plus en plus important qu'occupent les particules de la charge, créant des défauts dans le système et réduit les interactions inter-chaines, associée à une variation ductile fragile de comportement du matériau [86].

L'ajout de l'agent compatibilisant (PE-g-MA), permet un gain certain de l'allongement à la rupture par rapport aux composites non traités pour les différentes formulations mais pas en termes de déformation globale par rapport au PEHD vierge. Cette amélioration est attribuée à la bonne dispersion de la farine par l'ajout de l'agent compatibilisant qui confère une certaine flexibilité au matériau [87].

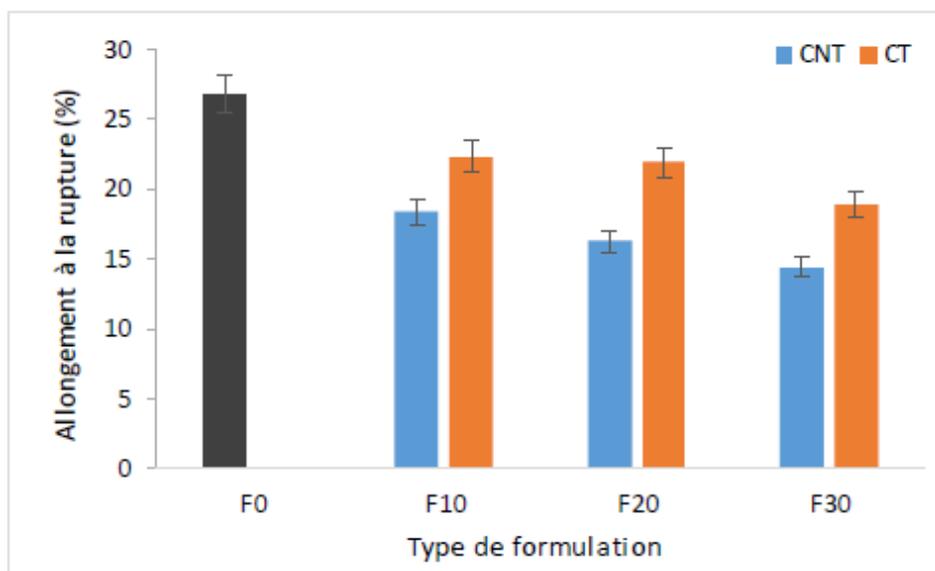


Figure III.3 : Evolution de l'allongement à la rupture du PEHD et des composites PEHD/FPG/CO et PEHD/PE-g-MA/FPG/CO.

III.2.3. Module d'Young

La figure III.4 met en évidence l'évolution du module d'Young des composites non traités et traités en fonction du taux de charge en FPG. L'introduction de la farine des péricarpes des glands et des coquilles d'œufs non traitées dans la matrice PEHD augmente la rigidité du matériau et réduit leur élasticité. Autrement dit le module d'Young augmente et cette augmentation est d'autant plus importante que le taux de la farine est élevé. Cela peut s'expliquer par la nature rigide de la farine des péricarpes des glands

Pour les composites préparés avec le PE-g-MA, on a enregistré une augmentation significative de la rigidité (module d'Young) par rapport à ceux sans le compatibilisant.

Ce résultat est expliqué par une amélioration de l'adhésion interfaciale entre les fibres et la matrice qui est due à la présence de l'agent de couplage [88].

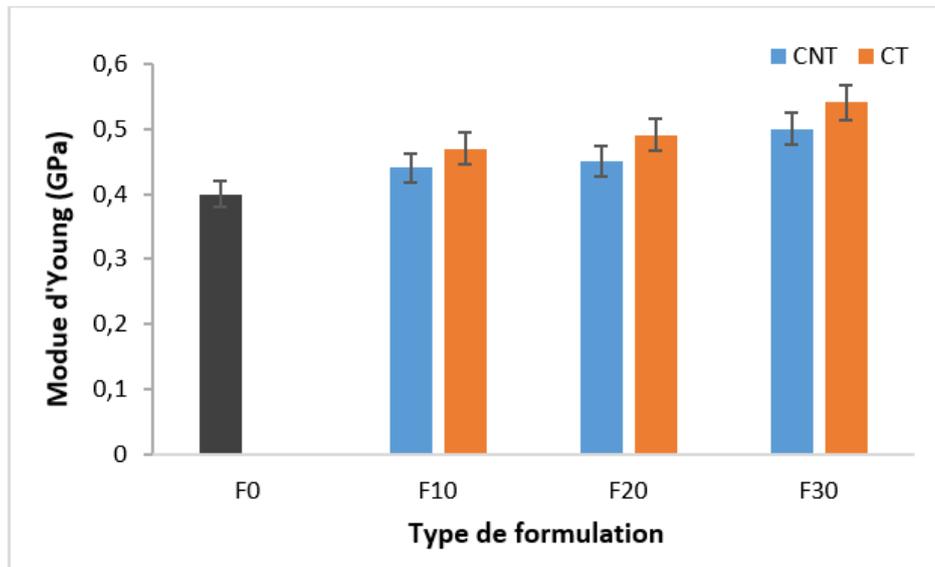


Figure III.4 : Evolution de l'allongement à la rupture du PEHD et des composites PEHD/FPG/CO et PEHD/PE-g-MA/FPG/CO.

III.3. Test d'absorption d'eau

Le problème majeur de l'utilisation des fibres cellulosiques comme charge dans l'élaboration des matériaux composites est lié à leur sensibilité extrême vis-à-vis de l'humidité, qui provoque une diminution des propriétés mécaniques.

La figure III.5 illustre l'évolution d'absorption d'eau du PEHD et des différents composites élaborés en fonction du temps d'immersion dans l'eau distillée. On constate que le PEHD présente un taux d'absorption d'eau très faible ce qui est expliqué par son caractère hydrophobe.

Pour les composites chargés, on voit clairement que le taux d'absorption d'eau augmente avec l'augmentation du taux de charge et du temps d'immersion dans l'eau pour les différentes formulations comptabilisées et non comptabilisées. Ce résultat est attribué au caractère hydrophile de la FPG, car cette dernière est très riche en groupement hydroxyles, qui forme avec les molécules d'eau des liaisons hydrogènes.

Concernant les composites compatibilisés avec le PE-g- on a enregistré une diminution légère de l'absorption d'eau pour la formulation F10 par rapport à ceux non compatibilisés. Mais une diminution considérable de ce paramètre a été enregistrée dans le cas des matériaux chargés avec 20% et 30% en FPG après l'ajout du PE-g-MA. Ce résultat attribué au fait que le PE-g-MA recouvre mieux la surface de la fibre (chaîne moléculaire plus longue), en lui fournissant une meilleure protection à la pénétration de l'eau à l'intérieure du composite [89, 90].

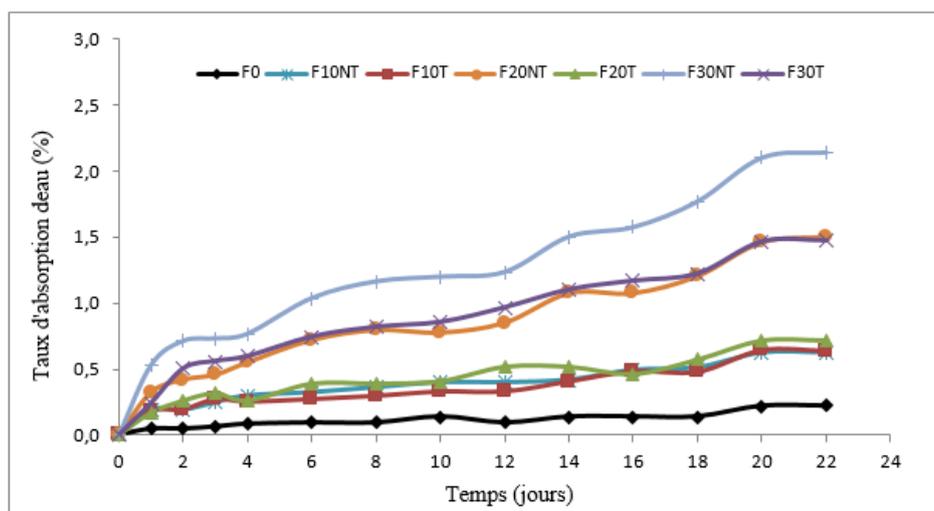


Figure III.5 : Evolution d'absorption d'eau du PEHD et des composites PEHD/FPG/CO et PEHD/PE-g-MA/FPG/CO en fonction du taux de charge et du temps.

III.4. Analyse spectroscopique par infrarouge à transformée de Fourier

III.4.1. Effet de la charge

La figure III.6 représente les spectres IRTF du PEHD vierge et des composites PEHD/FPG/CO ayant des taux de charge de 10, 20 et 30 % en FPG.

Le spectre du PEHD révèle la présence de plusieurs bandes d'absorption caractéristiques de ce polymère, telles que [91] :

- Une faible bande d'absorption aux environs 3600 cm^{-1} qui est typique de la présence de groupements hydroxyles -OH, dans notre cas se sont les bouts de chaînes du PEHD, ou les OH de l'eau résiduelle contenue dans ces derniers.
- Deux pics à 2970 cm^{-1} et 2864 cm^{-1} correspondant aux vibrations d'élongation symétrique et asymétriques des groupements C-H aliphatiques.
- Une bande d'absorption centrée à 1460 cm^{-1} correspondant à la vibration de cisaillement des CH_2 présents dans le PEHD.
- Une bande d'absorption à 720 cm^{-1} correspondant à la vibration d'élongation du CH_2 .

Pour les composites chargés les attributions des fonctions chimiques pour chaque bande d'absorption qui apparaît sur les spectres IRTF d'une fibre cellulosique sont énumérées dans le tableau III.1.

Tableau III.1. Fonctions chimiques des bandes d'absorption d'un spectre IRTF d'une fibre cellulosique [92].

Longueur d'onde (cm ⁻¹)	Type de vibration
3200-3600	Vibration d'élongation des hydroxyles O–H
2920	Vibration d'élongation asymétrique des liaisons C–H du groupe CH ₂
2852	Vibration d'élongation symétrique des liaisons C–H du groupe CH ₂
1739	Vibration des groupements carbonyles C=O
1600-1650	Vibration d'élongation des hydroxyles O–H de l'eau
1510	Vibration du cycle aromatique
1440-1460	Vibration de déformation asymétrique des liaisons C–H du cycle aromatique
1168	Vibration de déformation symétrique des liaisons C–O–C de la cellulose et de l'hémicellulose
1039	Vibration de déformation des liaisons C–O–C de la cellulose et de l'hémicellulose
600	Vibration d'élongation des hydroxyles O–H hors plan des polysaccharides.

Concernant les bandes caractéristiques des coquilles d'œufs, attribuées à la calcite (CaCO₃), elles sont situées à 1418 cm⁻¹, 874 cm⁻¹ et à 712 cm⁻¹[93].

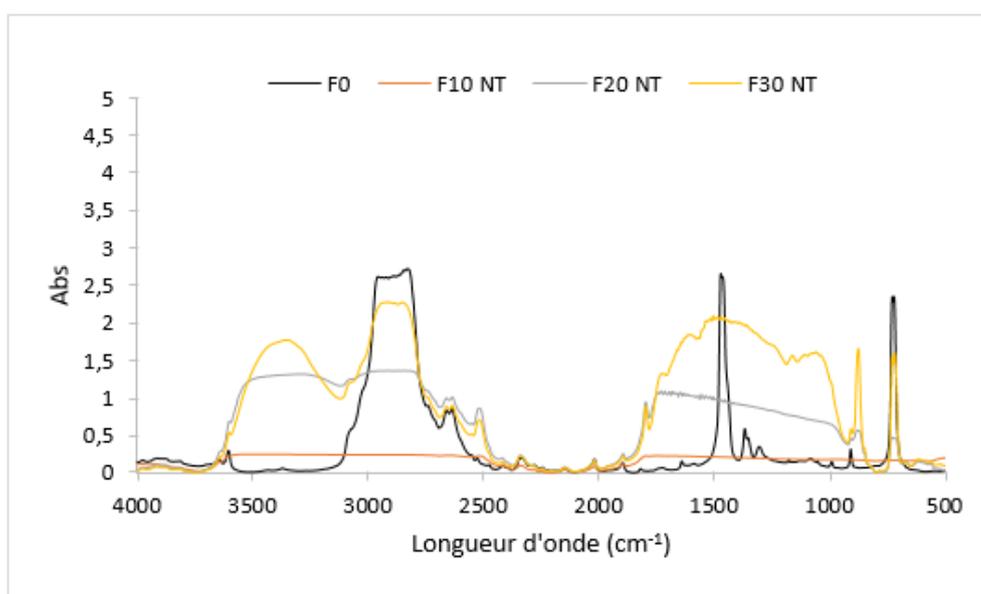


Figure III.6 : Spectres IRTF du PEHD et des composites PEHD/FPG/CO

III.4.1.2. Effet de l'ajout de l'agent de couplage (PE-g-MA)

Les spectres IRTF du PEHD des différents composites et PEHD/PE-g-MA/FPG/CO sont représentés sur la figure III.6. On remarque que tous les spectres enregistrés sur les trois formulations (F10T, F20T et F30T) font apparaître les mêmes pics cités auparavant sauf qu'ils diffèrent en termes d'intensité qui a tendance à augmenter après le traitement dans les régions suivantes :

- 3600-3100 cm^{-1} : Région des hydro peroxydes, caractéristiques des vibrations d'élongation des groupements -OH incluant les liaisons d'hydrogènes.
- 1800-1600 cm^{-1} : Région des carbonyles, caractéristiques des correspond au groupement de C=O [94].
- 1500-800 cm^{-1} : Qui correspond aux vibrations d'élongation des groupements C-O et C-O-H .
- 720 cm^{-1} : Correspondant à la vibration d'élongation du CH_2 .
- On remarque que pour le composite traité à 10% de charge l'intensité de la bande des hydroxyles (3600-3100 cm^{-1}) diminue par rapport au composite non traité, mais aussi des carbonyles (1800-1600 cm^{-1}), et des vibrations C-O et C-O-H (1500-800 cm^{-1}). Ces changements d'intensité indiquent une interaction chimique entre les molécules de la charge et la matrice polymère, due à la présence de l'agent de couplage PE-g-MA.

Le déplacement de la position des pics enregistrés après traitement est un indicateur de l'interaction chimique au niveau moléculaire entre les molécules de saccharide de la charge et de la matrice polymère ainsi que l'agent de couplage le PE-g-MA [96-97].

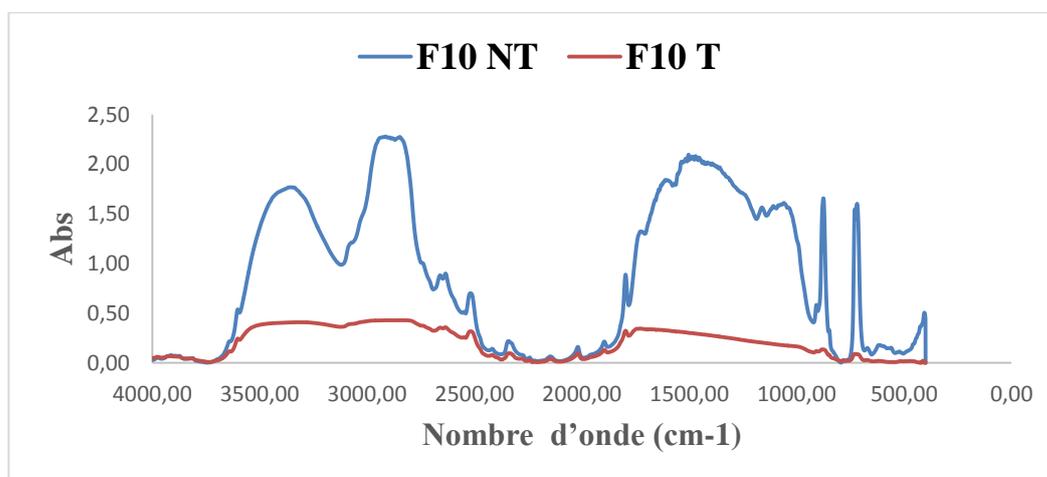


Figure III.7: Spectres IRTF des composites PEHD/PE-g-MA/FPG/CO et PEHD/FPG/CO.

Conclusion générale

Conclusion générale

Au cours de cette étude qui vise à valoriser les ressources locales. Un intérêt particulier a été porté aux péricarpes des glands et aux coquilles d'œufs, qui sont des déchets très abondants en Algérie.

L'étude réalisée dans ce travail a pour objectif d'élaborer de nouveaux matériaux composites à matrice polyéthylène haute densité avec différents taux de charge en farine de péricarpes des glands, allant de 10 à 30%. Nous nous sommes intéressés particulièrement au problème d'adhésion interfaciale matrice-charge en raison de la polarité différente des deux constituants. Pour cela, on a opté à l'ajout d'un agent de couplage, le PE-g-MA, afin de réduire la tension interfaciale qui existe entre la charge et la matrice.

L'étude expérimentale a été menée en deux étapes :

- La première étape consistait à élaborer les composites PEHD/FPG/CO et PEHD/PE-g-MA/FPG/CO en utilisant une extrudeuse bis-vis.
- La deuxième étape a été consacrée à la caractérisation des propriétés mécaniques, physiques et structurales des composites PEHD/FPG/CO et PEHD/PE-g-MA/FPG/CO élaborés.

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

- L'introduction de l'agent de couplage PE-g-MA améliore la résistance au choc des composites PEHD/PE-g-MA/FPG/CO par rapport à ceux non compatibles. L'étude des propriétés mécaniques en traction a montré que l'ajout du PE-g-MA à améliorer toutes ces propriétés (contrainte à la rupture, le module d'Young et l'allongement à la rupture).
- Le taux d'absorption d'eau dépend du temps d'immersion, du taux de la farine des péricarpes du gland mais aussi de la présence de l'agent de couplage (le PE-g-MA), qui confère un caractère plus au moins hydrophobe aux matériaux, qui se traduit par une diminution du taux d'absorption d'eau.
- L'analyse spectrale par IRTF nous a permis d'étudier séparément la structure de la matrice et celles des différents composites pour les différents taux de charge. Cette analyse a révélé l'existence d'interaction chimique au niveau moléculaire entre les molécules de la charge et de la matrice polymère ainsi que l'agent de couplage le PE-g-MA.

Perspectives

Il serait intéressant de poursuivre cette recherche :

- En utilisant d'autres techniques de caractérisation (MEB, ATG, DRX,...) des composites élaborés
- En étudiant l'influence d'autres types de traitement de la FPG.
- En étudiant la durabilité des matériaux élaborés.

Références bibliographiques

- [01] **IBRAHIM Mohamed Haisam**. Elaboration de matériaux composites modèles unifilamentaires à fibres longues SiC et matrice silice sol-gel et caractérisation micromécanique de l'interface. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 1997.
- [02] **Young Kuk CHOI**, réalisation et caractérisation de composites hybrides verre/epoxy/Ni-Ti adaptatifs, Thèse de doctorat, Lyon, 2002.
- [03] **N.E.Zafeiropoulos, D.R. Williams, C.A. Baillie, F.L. Matthews**. Composites, Vol A 33, 1083–1093, 2002. LAVAL, Canada 2003.
- [04] **A.Viksne, A.K. Bledzki, M. Letman, L. Rence**. Composites, Part A 36, 789–797, 2005.
- [05] **Z.H.Stachurski, E. McHenry**. Composites, Part A 34, 171–181, 2003.
- [06] **J.Aurrekoetxea, M. Sarrionandia, X. Gómez**. Wear, Vol 265 (5-6), 606-611, 2008.
- [07] **arc**. Dans wikipedia. Consulté le 28 novembre 2010 de [http://fr.wikipedia.org/wiki/arc_\(arme\)](http://fr.wikipedia.org/wiki/arc_(arme))
- [08] **torchis**. Dans wikipedia. Consulté le 28 novembre 2010 de <http://fr.wikipedia.org/wiki/torchis>
- [09] **Charles macintosh**. Dans wikipedia. Consulter le 28 novembre 2010 de http://fr.wikipedia.org/wiki/charles_macintosh
- [10] **François Hennebique**. Dans wikipedia. Consulté le 28 novembre 2010 de: http://fr.wikipedia.org/wiki/fran%27ois_hennebique
- [11] **SHEN, ZHENGYAN**. « Elaboration, caractérisation et nouvelle architecture de matériaux composites Al/plaquettes de carbone pour des applications thermiques ». Diss. Bordeaux, (2020).
- [12] **ROKBI, MANSOUR**. « Comportement à la rupture et caractérisation mécanique de composites polyester fibres de verre ». Diss. Université de M'Sila-Mohamed Boudiaf, (2001).
- [13] **DANIEL GAY**, « Matériaux Composites 4^{ème} Edition », Hermès, (2009).
- [14] **MIAH, MOHAMMAD JULHASH, MUBARAK A. KHAN, and RUHUL A. KHAN**. « Fabrication and characterization of jute fiber reinforced low density polyethylene based composites: effects of chemical treatment ». Journal of Scientific Research 3.2 (2011).
- [15] **RAGOUBI, MOHAMED**. « Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles / matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne », thèse de doctorat, Université Henri Poincaré Nancy I, (2010).

- [16] **AGGARWAL, PANKAJ K.** "Influence of maleated polystyrene on the mechanical properties of bio-based fibers-polystyrene composites." *Journal of the Indian Academy of Wood Science* 8.2, (2011).
- [17] **BERTHELOT, JEAN.M.** « Matériaux composites: comportement mécanique et analyse des structures». Editions Tec & Doc, (2005).
- [18] **BOUDJEMA, HayetLatifa.** Élaboration de matériaux composites biodégradables issus de ressources renouvelables. Thèse de Doctorat : Sécurité Industrielle et Environnement. Oran : Université d'Oran 2, 2016.]
- [19] **BERTHELOT, JEAN.M.** « Matériaux composites: comportement mécanique et analyse des structures». Editions Tec & Doc, (2005).
- [20] **LERTWIMOLNUN M.W.** «Réalisation de nano composites PP/Argile par extrusion Bivis.», Thèse Doctorat. Paris : École Nationale Supérieure des Mines de Paris, (2006).
- [21] **ZAPATA.MASSOT, CÉLINE.** «Synthèse de matériaux composites par co-broyage en voie sèche. Caractérisation des propriétés physico-chimiques et d'usages des matériaux». Diss. (2004).
- [22] **MUSTAPHA MALHA.** « Mise en œuvre, caractérisation et modélisation de matériaux composites : polymère thermoplastique renforcé par des fibres de Doum », Université Mohammed V.AGDAL, (2013).
- [23] **FONTANA, LAURE, et al.** "Exploitation des ressources et territoire dans le Massif central français au Paléolithique supérieur: approche méthodologique et hypothèses." (2009).
- [24] **LEDRU YOHANN.** « Etude de la porosité dans les matériaux composites stratifiés aéronautiques», thèse de doctorat, Université de Toulouse, (2009).
- [25] **TOSSOU, ERIC.** "Développement de nouveaux composites hybrides renforcés par des fibres de carbone et de lin: mise en œuvre et caractérisation mécanique". Diss. Normandie Université, (2019).
- [26] **SAHI Samira.** Effet de l'introduction d'une charge végétale sur les propriétés et la biodégradabilité des composites PEBD/farine de maïs. Thèse de Doctorat. Université A. MIRA de Bejaia. 2016.
- [27] **Baali Hafida.** « étude de l'effet du traitement chimique des fibres de palmier dattier sur le comportement mécanique du béton polymère », mémoire master, université de m'sila , juin 2014.
- [28] **GOUANVÉ, F., MARAIS, S., METAYER, M, et al.** « Modélisation micromécanique et caractérisation expérimentale du comportement des matériaux hétérogènes élastoviscoplastiques. Application à la valorisation des polymères recyclés », thèse de doctorat, Université Paul Verlaine de Metz (2008).

- [29] **A.Mokhtari.** Influence des ajouts de fines minérales sur les Performances Mécaniques des Bétons Renforcés de Fibres Végétales de Palmier Dattier, in université Ouargla, thèse de magister 2006.
- [30] **KALIA, SUSHEEL, B. S. KAITH, and INDERJEET KAUR.** "Pretreatments of natural fibers and their application as reinforcing material in polymer composites—a". *Polymer Engineering & Science* 49.7, (2009).
- [31] **JELDER, T., D. N. S. HON, and N. SHIRAISHI.** "Wood and Cellulosic Chemistry." Marcel Dekker, New York and Basel (1991).
- [32] **SUMMERSCALES, JOHN, et al.** "A review of bast fibres and their composites. Part 1—Fibres as reinforcements." *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 41.10 (2010).
- [33] **ALARCÓN, GUTIÉRREZ, ENRIQUE.** «Influence de facteurs abiotiques sur la régulation des paramètres microbiens impliqués dans la dégradation de la matière organique d'une litière forestière méditerranéenne». Diss. Aix-Marseille 3, (2007).
- [34] **B.F.TJEERDSMA, et al.** "Characterisation of thermally modified wood: molecular reasons for wood performance improvement." *Holz als Roh- und Werkstoff* 56.3 (1998).
- [35] **TAJ, SAIRA, MUNAWAR ALI MUNAWAR, and SHAFIULLAH KHAN.** "Natural fiber-reinforced polymer composites." *Proceedings-Pakistan Academy of Sciences* 44.2 (2007).
- [36] **arc** dans perplexity Consulté le 28 avril 2024 de <https://www.perplexity.ai/search/les-tapes-dlaboration-O6lrDmQGT2m5aVoW4ZmbTQ>
- [37] **NGUYEN, Anh Vu.** Matériaux composites à renfort végétal pour l'amélioration des performances de systèmes robotiques. Thèse de doctorat : Génie mécanique, Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, 2015
- [38] **SBIAI, Adil.** Matériaux composites à matrice époxy déchargée par des fibres de palmier dattier : effet de l'oxydation au tempo sur les fibres. Thèse de doctorat : Matériaux polymères. Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2011
- [39] **BOUZOUITA, Sofien.** Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel. Thèse de doctorat : Génie des matériaux. Ecole Centrale de Lyon, 2011]
- [40] **BADJI, Célia.** Vieillissement de matériaux composites renforcés de fibres naturelles : étude de l'impact sur les propriétés d'aspect et sur les émissions dans l'air intérieur. Thèse de doctorat : Chimie des polymères, Université de Pau et Des Pays De L'Adour, 2017].
- [41] « Le polyéthylène », [en ligne]. Consulté le : 12/02/2011 Disponible sur : <http://fr.wikipedia.org/wiki/Polyéthylène> .

- [42] « Connaissance de polyéthylène », Documentation technique de la société ELFATCHEM, octobre 1995.
- [43] **O. OLABISI, L. M. ROBESON et M. T. SHAW.** « Polymer-Polymer miscibility », Academic Press, New York, (1979)
- [44] **J. E. MCGRATH, L. M. ROBENSON et M. MATZNER.** « Recent advanced in polymer blends, block and grafts », Plenum Press, New York, (1975).
- [45] **E. POSTAIRE.** « Les matières plastiques à usage pharmaceutique », Edition médicales internationales, Paris, (2000), pp: 145.
- [46] **NATIVIDADE JV.,** 1956- Subériculture. ED Française de l'ouvrage Portugais Subériculture. E.N.E.F. (Nancy), 303 p.
- [47] **BOUDY P.** 1950- Economie forestière nord-africaine. La rose, Paris, 172-180p.
- [48] **QUEZEL P.** 2000- Réflexions sur l'évolution de la flore et de la végétation au Maghreb Méditerranéen. Ibis Press, Paris, 117p.
- [49] **BOUHRAOUA R T.** 2003- Situation sanitaire de quelques forêts de chêne-liège de l'ouest
- [50] **HENRIM,** 1916- Notes sur les forêts de l'Algérie. Typographie, Adolphe Mémoire de magister. Univ Annaba. 148 p.
- [51] **CHAABNA,** 2012- Etude des facteurs de dépérissement du chêne-liège (*Quercus suber* L.). Etat sanitaire des subéraies du Nord-Est Algérien. Diplôme de Magister en Biologie, Université Badji Mokhtar. Annaba. p145.
- [52] **SILVA J.S., et CATRY F.,** 2006 - Forest fires in cork oak (*Quercus suber* L.) stands in Portugal. Int. J. Environ. Studies. 63 : 235-257.
- [53] **MEBARKIMoubarek.** Extraction, analyse des polysaccharides pariétaux de péricarpe du chêne liège (*Quercus suber*) et du chêne vert (*Quercus ilex*) essai de valorisation. Thèse de doctorat. Université de d'Oran, 2020].
- [54] **ONS.** Evolution des produits de l'élevage (2000-2009) [en ligne]. 2009. Disponible à l'adresse : <http://www.ons.dz/IMG/pdf/Elevage-2.pdf>
- [55] **A, Imene.** Selon l'ANCA : 5 milliards d'œufs d'une valeur de près de 60 milliards de 104 DA ont été consommés en 2017. [en ligne]. 4 janvier 2018. [Consulté le 20 juillet 2020]. Disponible à l'adresse : <https://www.algerie-eco.com/2018/01/04/selon-lanca-5-milliards-doeufs-dune-valeur-de-pres-de-60-milliards-de-da-ont-ete-consommees-2017/>
- [56] **NAU.** Science et technologie de l'œuf, volume 2 : de l'œuf aux ovoproduits [en ligne]. Lavoisier, 2010. ISBN 978-2-7430-1790-3. Disponible à l'adresse : [https://books.google.dz/books?id=7c3uAQAAQBAJ&lpg=PP1&dq=Science et technologie de l'œuf%2C volume 2 %3A de l'œuf aux ovoproduits&pg=PR12#v=onepage&q&f=false](https://books.google.dz/books?id=7c3uAQAAQBAJ&lpg=PP1&dq=Science+et+technologie+de+l'oeuf%2C+volume+2+%3A+de+l'oeuf+aux+ovoproduits&pg=PR12#v=onepage&q&f=false)

- [57]FRONING, Glenn. Egg Science and Technology. *Poultry Science* [en ligne]. 4. 1995. Vol. 74, n° 12, pp. 2061. DOI 10.3382/ps.0742061. Disponible à l'adresse: <http://gen.lib.rus.ec/book/index.php?md5=4c21fd3540f0ba45e259ed2abcfa3222>
- [58]HORST, Frank, DOMSAU2 et -XFI-.File:Anatomy of an amioticegg.svg–Wikimedia Commons. [en ligne]. 11 décembre 2006. [Consulté le 9 juillet 2020]. Disponible à l'adresse : https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Anatomy_of_an_amiotic_egg.svg
- [59]SAUVEUR, Bernard.Reproduction des volailles et production d'œufs. Quae, 1988.
- [60]LI-CHAN et Y., E. C.The chemistry of eggs and egg products. *Egg Science and Technology*[en ligne]. 1995. pp. 105- 175. [Consulté le 26 septembre 2020]. Disponible à l'adresse : <http://ci.nii.ac.jp/naid/10012097542/en/>
- [61]SUGINO, H, NITODA, T et JUNEJA, L R.*General chemical composition of hen eggs*. CRC press Boca Raton, FL, 1997.
- [62]R.W., Burley et V., VadehraDharam.*The avian egg: chemistry and biology*. 1989.
- [63]MINE, Yoshinori. Egg Bioscience and Biotechnology [enligne]. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2008. ISBN 9780470181249. Disponible à l'adresse: <http://gen.lib.rus.ec/book/index.php?md5=4540e3b418cfcd6d6703e7ec250667abEgg>
- [64] STADELMAN, William J.; COTTERILL, Owen J., NEWKIRK, D et NEWBY, L.*Egg Science and Technology* [enligne]. CRC Press, 2017. ISBN 9781351453707. Disponible à l'adresse : <https://books.google.fr/books?id=dwZDDwAAQBAJ>
- [65]NYS, Yves et GAUTRON, Joel.Structure and Formation of the Eggshell. In:*Bioactive Egg Compounds* [enligne]. Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 2007. pp. 99- 102. Disponible à l'adresse :http://link.springer.com/10.1007/978-0-387-72173-6_15
- [66]ZULFIKAR, Muhammad Ali, MARISKE, EdehDieke et DJAJANTI, SamithaDewi.Adsorption of lignosulfonate compounds using powdered eggshell. Songklanakarin Journal of Science and Technology [enligne]. 2012. Vol. 34, n° 3, pp. 309- 316. [Consulté le 26 septembre 2020]. Disponible à l'adresse : <http://www.sjst.psu.ac.th>
- [67]HASSAN, Afrah A et SALIH-HASSAN, Zahra A. Methylene Blue Removal From Aqueous Solution By Adsorption on Eggshell Bed. Euphrates Journal of Agriculture Science. 2013. Vol. 5, n° 2, pp. 11- 23.
- [68]SCHAAFSMA, A., PAKAN, I., HOFSTEDÉ, G. J.H., MUSKIET, F. A.J., VAN DER VEER, E. et DE VRIES, P. J.F. Mineral, amino acid, and hormonal composition of chicken eggshell powder and the evaluation of its use in human nutrition. *Poultry Science*. 2000. Vol. 79, n° 12, pp. 1833- 1838. DOI 10.1093/ps/79.12.1833.

- [69] **YEDDOU, Nacéra et BENSMAILI, Aïcha.** Equilibrium and kinetic modelling of iron adsorption by eggshells in a batch system: effect of temperature. *Desalination*. 2007. Vol. 206, n° 1- 3, pp. 127- 134. DOI 10.1016/j.desal.2006.04.052-
- [70] **Alain Lamure** : « Adhésion et Adhérence des matériaux ». Mécanismes d'adhésion.
- [71] **Franck Michaud**: « Rhéologie de panneaux composites bois / thermoplastiques sous chargement thermomécanique, Aptitude au postformage ». Thèse doctorat, Université LAVAL, Canada 2003.
- [72] **A. K. Bledzki, A. A. Mamun, O.** Express Polymer Letters, Vol.1, No.11, 755–762, 2007.
- [73] **Norma E. Marcovich, Betiana A. Acha, Maria M. Reboledo.** Composites, Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol 38, 1507–1516, 2007.
- [74] **E.A. Zaragoza-Contreras, G. Gardea-Hernandez, R. Ibarra-Gomez, S.G. Flores-Gallardo, C.A. Hernandez-Escobar, P. Perez-Romo.** Carbohydrate Polymers, Vol 71, 1–8, 2008.
- [75] **Edith Mader, Thi-Thu-Loan Doan, Hanna Brodowsky.** Composites Science and Technology, Vol 67, 2707–2714, 2007.
- [76] **Ajay Karmarkar, S.S. Chauhan, Jayant M. Modak, Manas Chanda.** Composites, Part A, Vol 38, 227–233, 2007.
- [77] coupling-agent compatibilizers-used-to-strengthen-the-adhesion-between-pa-and-pp-infill-materials-and-polymer-matrix. disponible sur <https://french.colebond.com/Pp-g-mah/> Consulté le 28 avril 2024
- [78] **BOUHAMED, Nesrine.** Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base de farine de bois d'olivier. Thèse de doctorat : Mécanique des fluides, énergétique, thermique, combustion, acoustique, Université Le Havre Normandie, 2021.
- [79] **Franck Michaud**, « Rhéologie de panneaux composites bois / thermoplastiques sous chargement thermomécanique, Aptitude au postformage », Thèse de Doctorat, Université LAVAL, Canada (2003
- [80] Fiche technique de polyéthylène. Entreprise Nationale de l'Industrie pétrolière (ENIP).
- [81] **P. Griffiths et J.A. de Hasseth,** Fourier Transform Infrared Spectrometry, Wiley- Blackwell, 2007.
- [82]. **Henri Lapeyre** , « Polyéthylène haut densité PEHD ». Technique d'ingénierie, A3315.
- [83] **Edith Mader, Thi-Thu-Loan Doan, Shang-Lin Gao.** Composites Science and

Technology, Vol 66, 952–963, 2006.

[84] **Hyun-Joong Kim, Han-Seung Yang, Hee-Jun Park, Bum-Jae Lee, Taek-Sung Hwang.** Composite Structures, Vol 72, 429–437, 2006.

[85] **Sabu Thomas, Maya Jacob John, Bejoy Francis, K.T. Varughese.** Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol 39 (2), 352-363, 2008.

[86] **Alain Dufresne, Daniel Pasquini, Eliangela de Morais Teixeira, Antonio Aprigio da Silva Curvelo, Mohamed Naceur.** Composites Science and Technology, Vol 68, 193–201, 2008.

[87] **F. Tihminliog˘lu, D. Meti'n, D. Balkose, S. Ulku.** Composites, Part A 35, 23–32, 2004.

[88] **C. Nah, C.K. Hong, I. Hwang, N. Kim, D.H. Park, B.S. Hwang.** Journal of Industrial and Engineering Chemistry, vol 14, page 71-76, 2008.

[89] **M. Kaci, H. Djidjelli, A. Boukerrou, L. Zaidi.** Express Polymer Letters, Vol.1, No.7, 467–473, 2007.

[90] **S. Boufi, M. Abdelmouleh, M.N. Belgacem, A. Dufresne.** Composites Science and Technology, Vol 67, 1627–1639, 2007.

[91] **J. Coates,** "Interpretation of infrared spectra, a practical approach", Encyclopedia of analytical chemistry, edited by John Wiley & Sons Ltd, Chichester, 2000.

[92] **Tserki, P. Matzinos, S. Kokkou, C. Panayiotou.** Novel biodegradable composites based on treated lignocellulosic waste flour as filler. Part I. Surface chemical modification and characterization of waste flour. 2005, Composites Part A Applied Science and Manufacturing 36(7):965-974].

[93] **Cristian Matei, Daniela Berger, Anca Dumbrava, Marius Daniel Radu, Emma Gheorghe.** Calcium carbonate as silver carrier in composite materials obtained in green seaweed extract with topical applications. Journal of Sol-Gel Science and Technology (2020) 93, 315-323.].

[94] **A. Ballara, J. Verdu.** Physical Aspects of the Hydrolysis of Polyethylene Terephthalate; Polymer Degradation and Stability 26, 361-374, (1989).

[95] **F.C.A. Buriti, K.M.O dos Santos, V.G. Sombra, J.S. Maciel, D.M.A. Teixeira, H.O. Salles, G. Oliveira, de R.C.M Paula, J.P.A., Feitosa, A.C.O. Monteiro Moreira, R.A. Moreira, et A.S. Egito,** Characterization of partially hydrolysed galactomannan from

Caesalpinia pulcherrima seeds as a potential dietary fibre. Food Hydrocolloids, 35, 512–521. (2014).

[96] **Philippe J. Launer, Updated by Barry Arkles**"Infrared analysis of organosilicon compounds: spectra-structure correlations", Silicone compounds register and review, p. 100, 1987.

Résumé

Ce mémoire explore le développement de nouveaux matériaux composites en valorisant des ressources locales abondantes et souvent sous-exploités. L'objectif principal est de créer des composites à matrice polyéthylène haute densité (PEHD) renforcés avec des fibres de péricarpes de glands et des coquilles d'œufs et en utilisant un agent de couplage pour améliorer l'adhésion matrice-renfort. Cette étude vise aussi à proposer des alternatives économiques et écologiques aux composites traditionnels, tout en réduisant la dépendance aux ressources fossiles et en répondant aux exigences environnementales. Les différentes techniques de caractérisation, physico-chimiques et mécaniques, ont montré une amélioration des différentes propriétés des composites élaborés après l'introduction de l'agent de couplage (PE-g-MA).

Abstract

This thesis explores the development of new composite materials by utilizing abundant and often underexploited local resources. The main objective is to create high-density polyethylene (HDPE) matrix composites reinforced with acorn pericarp fibers and eggshells, using a coupling agent to improve matrix-reinforcement adhesion. This study also aims to propose economical and ecological alternatives to traditional composites, reducing dependence on fossil resources and meeting environmental requirements. Various characterization techniques, both physico-chemical and mechanical, have shown an improvement in the properties of the composites after the introduction of the coupling agent (PE-g-MA).

المخلص

نستكشف من خلال هذه الأطروحة تطوير مواد مركبة جديدة من خلال استغلال الموارد المحلية الوفيرة والتي غالبًا ما تكون غير مستغلة بشكل كافٍ. الهدف الرئيسي هو إنشاء مركبات ذات مصفوفة من البولي إيثيلين عالي الكثافة (HDPE) معززة بألياف من قشور البلوط وقشور البيض، باستخدام عامل ربط لتحسين التصاق المصفوفة بالتعزيز. تهدف هذه الدراسة أيضًا إلى اقتراح بدائل اقتصادية وبيئية للمواد المركبة التقليدية، وتقليل الاعتماد على الموارد الأحفورية وتلبية المتطلبات البيئية. أظهرت تقنيات التوصيف المختلفة، الفيزيائية والكيميائية والميكانيكية، تحسنًا في خصائص المركبات بعد إدخال عامل الربط (PE-g-MA).