

RÉPUBLIQUE ALGERIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE D'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

Université Abderrahmane Mira-BEJAIA

Faculté de Technologie

Département de Génie des Procédés

Mémoire fin de cycle

Pour l'obtention du diplôme de Master

Filière : Génie des Procédés

Option : Génie des polymères

Thème

Effet des fibres de Genêt d'Espagne modifiées sur les propriétés du polystyrène choc (HIPS) recyclé des déchets issus d'équipements électriques et électroniques (D.E.E.E.)

Réalisé par :

M. RABHI Badis

M. LAINSEUR Imad

Devant le jury

Président : Pr REZGUI Farouk

Examinatrice : Dr KERROUCHE Djamila

Encadreur :

Dr BAOUZ Touffik

Co-encadreur :

Mlle BENTALEB Amina

Année universitaire : 2022 - 2023

Remerciements

Tout d'abord nous remercions Dieu le tout puissant d'avoir guidé nos pas vers les portes du savoir tout en illuminant notre chemin et nous avoir donné suffisamment de courage et de patience pour réaliser ce travail.

Nous adressons nos vifs et sincères remerciements à tous ceux qui ont apportés une contribution de près ou de loin, pour la réalisation de ce travail.

Nous tenons également à remercier plus particulièrement notre encadreur Dr BAOUZ Touffik et aussi notre Co-encadreur Mlle BENTALEB Amina pour leurs soutiens et orientations.

Nos remerciements vont également aux membres du jury pour avoir accepté d'évaluer notre travail.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à :

*A ceux qui m'ont indiqué la bonne voie et qui ont toujours
étaient la pour moi, dans ma vie et mes études et attendent
avec patience les fruits de leurs bonne éducation...*

Mes chers parents

*A ceux qui je souhaite beaucoup de réussite et de
bonheur...mes sœurs Chanez ; Kenza et Milliria*

*A ceux qui je souhaite beaucoup de réussite et de bonheur...
Ma cousine Rabhi Wahiba et mon binôme imad*

*A celle qui m'a souhaité toujours la réussite dans ma
vie...Ma chère amie Douniazed*

*Que dieu le tout puissant vous préserve tous et vous procure
sagesse et bonheur.*

B.RABHI

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à :

*A ceux qui m'ont indiqué la bonne voie et qui ont toujours
étaient la pour moi, dans ma vie et mes études et attendent
avec patience les fruits de leurs bonne éducation...*

Mes chers parents

*A ceux qui je souhaite beaucoup de réussite et de
bonheur...mes frères Adel, Mokhtar*

*A ceux qui je souhaite beaucoup de réussite et de bonheur...
mes amis Ridha, Ahmed, yubba et mon binôme Badis*

*Que dieu le tout puissant vous préserve tous et vous
procure sagesse et bonheur.*

I.LAINSEUR

Liste des abréviations

ABS : Acrylonitrile-butadiène-styrène

D.E.E.E. : Déchets des équipements électroniques et électriques

F.T : Formulation avec fibre traité

FN.T : Formulation avec fibre non traité

GE : Genêt d'Espagne

GE.T : Genêt d'Espagne traité

GE.NT : Genêt d'Espagne non traité

HIPS: Polystyrène choc

IRTF-RTA : Spectroscopie infrarouge à transformée de fourier-réflectance totale atténuée

MEB : Microscopie électronique à balayage

PA : Polyamide

PC: Polycarbonate

PP: Polypropylène

PPO: Polyphenylene Oxide

PS : Polystyrène

PU : Polyuréthane

SAN: Styrènes Acrylonitrile

SBR : Styrène-butadiène

SBS : Styrène-butadiène-styrène

SEBS : Styrène-éthylène-butylène-styrène

Liste des figures

Figure I.1	Représentation d'un matériau composite.....	5
Figure I.2	Classification des renforts pour les composites.....	7
Figure I.3	Constituants d'une fibre végétale.....	10
Figure I.4	Schéma d'une molécule de cellulose avec ses liaisons hydrogène.....	11
Figure I.5	Représentation des trois unités composant la lignine.....	11
Figure I.6	Structures des chaînes des hémicelluloses.....	12
Figure I.7	Photos représentant le Genêt d'Espagne dans un champs.....	13
Figure I.8	Interface renfort/matrice dans un composite.....	15
Figure II.1	Photo représentant des déchets d'équipement électrique et électronique (D.E.E.E.).....	21
Figure II.2	Composition (en masse) des D.E.E.E. traités (446 083 tonnes traitées).....	22
Figure II.3	Répartition des D.E.E.E. par types de polymères.....	22
Figure II.4	Structure du polystyrène (PS).....	23
Figure II.5	Représentation semi-développée du polystyrène choc (HIPS).....	24
Figure IV.1	Organigramme de la préparation, traitement et caractérisation des fibres de Genêt d'Espagne (GE) non-traitée et traitée.....	39
Figure IV.2	Organigramme de la préparation et la caractérisation du HIPS vierge, et ses composites (HIPS/GE).....	40
Figure IV.3	Photos montrant : (a) La fibre de Genêt d'Espagne, (b) Le broyeur, (c) La farine de Genêt d'Espagne.....	41
Figure IV.4	Photos montrant : (a) La farine de Genêt d'Espagne, (b) La tamiseuse, (c) La poudre de Genêt d'Espagne.....	41
Figure IV.5	Approche méthodologique du traitement alcalin des fibres de GE.....	42
Figure IV.6	Approche méthodologique de la préparation des composites (HIPS/GE).....	44
Figure IV.7	Appareil de la spectroscopie infrarouge à transformée de fourier (IRTF) en mode réflectance totale atténuée (RTA).....	45
Figure IV.8	Photo de la machine utilisée pour la réalisation de l'essai de traction.....	46
Figure IV.9	Photo du microscope optique utilisée.....	47
Figure V.1	Spectres IRTF-RTA des fibres de GE : (a) non-traitées, (b) traitées par NaOH.....	50
Figure V.2	Variation de la densité des fibres GE traitée (GE.T) et non-traitée (GE.NT).....	52
Figure V.3	Image de l'étalement des fibres GE sur l'eau distillée.....	52
Figure V.4	Spectre IRTF-RTA du HIPS vierge.....	53
Figure V.5	Spectres IRTF-RTA des composites HIPS/GE non-traités.....	54
Figure V.6	Spectres IRTF-RTA des composites HIPS/GE traités.....	55
Figure V.7	Courbes type de contrainte – déformation de l'essai de traction du HIPS vierge, et de ces composites HIPS/GE non-traités et HIPS/GE traités.....	56
Figure V.8	Influence du taux des fibres GE sur le module de Young.....	58
Figure V.9	Résultats du taux d'absorption d'eau en fonction du temps du HIPS, et de ces composites HIPS/GE non-traités et HIPS/GE traités.....	60

Liste des tableaux

Tableau I.1	Avantages et inconvénients des matériaux bio-composites.....	9
Tableau I.2	Composition chimique (% massique) approximative des fibres du Genêt d'Espagne....	14
Tableau I.3	Caractéristiques de la plante de Genêt d'Espagne.....	14
Tableau II.1	Propriétés du HIPS.....	26
Tableau IV.1	Produits chimiques utilisés.....	38
Tableau V.1	Les différents masses prélevées (g).....	51
Tableau V.2	Propriétés mécaniques du HIPS vierge, HIPS/GE.T et HIPS/GE.NT.....	57
Tableau V.3	Images des surfaces des composites HIPS/GE.T et HIPS/GE.NT.....	59

Sommaire

Remerciements	i
Dédicace	ii
Liste des abréviations.....	iv
Liste des figures.....	v
Liste des tableaux.....	vi
Sommaire	vii
Introduction.....	1
Références.....	4

Chapitre I: Généralités sur les matériaux composites, les bio-composites et les fibres végétales

I.1 Matériaux composites	5
I.2 Constitution d'un matériau composite	5
I.2.1 Matrice.....	5
I.2.1.1 Les matrices thermodurcissables	5
I.2.1.2 Les matrices thermoplastiques.....	6
I.2.1.3 Les matrices thermostables	6
I.2.2 Les renforts	6
I.3 Caractéristiques d'un matériau composite.....	7
I.4 Les bio-composites	8
I.4.1 Quelques données sur les bio-composites.....	8
I.4.2 Avantages et inconvénients des bio-composites.....	9
I.5 Les fibres végétales.....	9
I.5.1 Composition chimique des fibres végétales	10
I.5.1.1 Cellulose.....	10
I.5.1.2 Lignine	11
I.5.1.3 Hémicellulose	11
I.5.2 Classification des fibres végétales.....	12
I.5.3 Avantages et inconvénients des fibres végétales.....	12
I.6 Le Genêt d'Espagne.....	13
I.6.1 Composition et structure du Genêt d'Espagne	14
I.6.2 L'utilisation du Genêt d'Espagne	14
I.7 Adhésion des interfaces (matrice/fibre) d'un composite.....	15
I.7.1 Interface	15
I.7.2 Adhésion.....	15
I.8 Les paramètres influençant les matériaux composites.....	16
I.8.1 Influence du taux de renfort.....	16
I.8.2 Influence de l'orientation et de la dispersion du renfort	16
I.8.3 L'effet de l'humidité.....	16

I.8.4 Adhésion fibre-matrice	17
Références.....	18

Chapitre II: Généralités sur les déchets plastiques, les D.E.E.E., et polystyrène choc (HIPS)

II.1 Définition des déchets plastiques	20
II.1.1 Classification des déchets plastiques.....	20
II.2 Définition des D.E.E.E.	20
II.2.1 Les catégories des D.E.E.E.	21
II.2.2 Composition des D.E.E.E.	22
II.2.3 Répartition des D.E.E.E. par type de polymères.....	22
II.3 Polymères styréniques	23
II.3.1 Monomères constitutifs	23
II.4 Le polystyrène choc.....	24
II.4.1 Structure du polystyrène choc (HIPS).....	24
II.4.2 Mise en œuvre du HIPS.....	25
II.4.2.1 Injection	25
II.4.2.2 Extrusion	25
II.4.2.3 Thermoformage	25
II.4.3 Les propriétés du polystyrène choc (HIPS).....	26
II.4.4 Applications du polystyrène choc (HIPS)	26
II.4.4.1 Emballage.....	26
II.4.4.2 Isolation thermique	26
II.4.4.3 Construction	27
II.4.4.4 Arts et loisirs	27
II.4.4.5 Emballages alimentaires	27
Références.....	28

Chapitre III: Etat de l'art (Revue bibliographique)

Références.....	36
-----------------	----

Chapitre IV: Matériaux utilisés et techniques expérimentales

IV.1 Objectif.....	38
IV.2 Produits et matériaux utilisés	38
IV.3 Organigrammes de la partie expérimental.....	39
IV.4 Mise en œuvre des matériaux.....	40
IV.4.1 Préparation des fibres de Genêt d'Espagne	40
IV.4.1.1 Récolte de l'arbuste de Genêt d'Espagne	40
IV.4.1.2 Lavage du GE.....	41
IV.4.1.3 Séchage et broyage du GE	40
IV.4.1.4 Tamisage des fibres de GE	41
IV.4.2 Prétraitement de la fibre de GE.....	41
IV.4.3 Modification de la fibre de GE	42

IV.4.3.1 Traitement alcalin.....	42
IV.4.4 Le rôle du prétraitements et du traitement chimique	43
IV.4.5 Préparation des composites	43
IV.4.6 Préparation des éprouvettes.....	43
IV.5 Techniques expérimentales.....	44
IV.5.1 Appareil de spectroscopie infrarouge à transformateur de fourier (IRTF) en mode reflectance totale atténuée (RTA).....	45
IV.5.2 Essais mécaniques de traction	45
IV.5.3 Mesure de la densité des fibres de GE non-traitées et traitées	47
IV.5.4 Caractérisation de surface par microscopie optique.....	47
IV.5.5 Essais d'absorption d'eau.....	48
Références.....	49

Chapitre V: Résultats et discussions

V.1 Caractérisation de la fibre de Genêt d'Espagne non-traitée et traitée.....	50
V.1.1 Analyse par spectroscopie infrarouge	50
V.1.2 Résultats de la mesure de la densité	51
V.1.3 Résultat du test de perméabilité	52
V.2 Caractérisation du HIPS vierge, et de ses composites HIPS/GE par l'analyse IRTF-RTA.....	53
V.2.1 Analyse par spectroscopie infrarouge.....	53
V.2.2 Résultats de l'essai mécanique de traction	55
V.2.3 Analyse morphologique par microscopie optique.....	59
V.2.4 Résultats du test taux d'absorption d'eau	60

Chapitre VI: Conclusions et perspectives

Conclusions.....	62
Perspectives.....	63
Résumé	

Introduction

La forte croissance de la production des équipements électriques et électroniques et leur faible durée de vie a entraîné une augmentation du volume des déchets d'équipements électriques et électroniques (D.E.E.E.). En raison de la présence de substances dangereuses contenues dans les D.E.E.E., leur fin de vie peut entraîner des problèmes environnementaux s'ils ne sont pas correctement traités. Afin de répondre à cette problématique, des initiatives ont été enregistrées avec pour objectif de réglementer la collecte, le traitement et de promouvoir le recyclage et la valorisation des matières composant les D.E.E.E. . La réglementation a fixé des objectifs différenciés à atteindre pour les catégories des D.E.E.E., notamment en termes de taux de recyclage matière : 65% et de valorisation : 75%. Par ailleurs, une augmentation régulière de ces objectifs initiaux de 5% est prévue. Parallèlement, les D.E.E.E. contiennent environ 20% en masse de polymères qui sont aujourd'hui très peu recyclés. Les fournisseurs d'équipements électriques et électroniques (E.E.E.) doivent donc se préoccuper de la fin de vie de leurs produits et s'intéresser à la création d'une filière du recyclage des plastiques qui les composent pour satisfaire les réglementations [1].

La mise en place d'une filière de recyclage des polymères issus des D.E.E.E. ne sera pas immédiate car cela demande au préalable la levée de certains verrous scientifiques. Le gisement des D.E.E.E. est composé d'environ une dizaine de polymères différents. Avec les méthodes de tri actuelles et le post-broyage, il est particulièrement difficile d'assurer une séparation idéale et donc d'avoir un polymère exempt d'impuretés pour son recyclage. Les contraintes liées au gisement (fluctuation, grades différents) et au procédé de remise en forme (extrusion et injection) doivent également être prises en compte. Il existe alors principalement deux principaux verrous technologiques à lever. Le premier consiste à limiter les effets des impuretés sur les propriétés mécaniques de la matière recyclée. Le second est d'homogénéiser les caractéristiques mécaniques de la matière recyclée malgré les fluctuations du gisement [1].

Parmi les polymères présents dans les D.E.E.E., certains font partie de la famille des polymères dits « techniques ». Il s'agit, de l'acrylonitrile-butadiène-styrène (ABS), du polystyrène choc (HIPS, High impact polystyrène en anglais) et du polycarbonate/acrylonitrile-butadiène-styrène (PC/ABS). Afin de minimiser et éliminer le problème d'accumulation de ces déchets dans l'environnement. Nous avons choisi dans ce mémoire d'étudier et de caractériser un nouveau matériau composite du polystyrène choc (HIPS) recyclé renforcé par la fibre de Genêt d'Espagne.

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 engendrés et à l'épuisement probable, des ressources fossiles. La substitution des charges minérales (le mica, le talc ou le CaCO_3) et les renforts synthétiques (fibres de verre, carbone, etc...) par des fibres végétales (comme le bois, le chanvre, le jute, le lin, l'Alfa, le kénaf...) dans la conception des matériaux composites apparaît aujourd'hui comme une alternative forte intéressante et se fait de plus en plus courante [2].

Cette nouvelle catégorie de matériaux se distingue par des propriétés, telles qu'une rigidité élevée, un bas prix, une faible densité, un caractère écologique du fait qu'ils sont issus de ressources renouvelables et biodégradables. Par ailleurs, elle demande peu d'énergie pour être produite, et offrent une bonne isolation thermique et phonique. L'industrie des matériaux composites a bénéficié d'une croissance régulière, soutenue en particulier par la diversité de ces applications ciblées dans les transports automobiles, aériens, maritime et ferroviaire, le bâtiment, le matériel médical, la construction civile, l'aérospatial ainsi que dans le sport et loisirs [3]. Les fibres végétales semblent être un renfort idéal, à tel point qu'elles ont été introduites dans tous types de polymères : thermodurcissables (les polyesters insaturés, les résines époxydes, et les résines phénoliques), ou thermoplastiques (PS, PE, PP et le PVC) [4].

La mise en valeur des ressources végétales produites par le sol Algérien apporte une alternative forte intéressante aux problèmes environnementaux et à l'épuisement probable, des ressources fossiles. Le Genêt d'Espagne ou 'tertak' est l'une de ces ressources naturelles. Ce dernier présente plusieurs applications qu'on pourrait classer comme suit : Les tiges sont utilisées en vannerie et produisent des fibres pour la fabrication des cordages et toiles grossières. Les fibres sont utilisées pour des applications techniques de renforcement des composites. En effet, dernièrement quelques études ont utilisé des fibres de Genêt d'Espagne comme renfort de polymères thermoplastiques [5].

Dans ce cadre, le principal objectif de ce mémoire est l'étude et la caractérisation d'un matériau composite à base de HIPS renforcé par les fibres de Genêt d'Espagne (GE). Nous nous sommes intéressés particulièrement à l'effet du taux de fibres et au moyen de pallier au majeure problème lié au développement des composites fibres

végétales/polymères, notamment le manque de la compatibilité entre deux composants. Dans cette optique, les fibres de GE ont été soumises à un traitement, par l'hydroxyde de sodium (NaOH), afin d'améliorer l'affinité et l'adhésion avec le polystyrène choc.

Les composites de polystyrène choc/fibres de Genêt d'Espagne (HIPS/GE) à différents taux de fibres traitées et non-traitée ont été préparés et soumis à plusieurs techniques de caractérisations.

Le présent mémoire est divisé en deux grandes parties : une partie bibliographique et une expérimentale.

✓ La partie bibliographique du mémoire est divisé en trois chapitres :

Le premier chapitre est consacré à l'analyse bibliographique sur les matériaux composites, bio-composites, et les généralités sur les fibres végétales, leurs compositions chimiques et leurs avantages et inconvénients.

Le second chapitre est consacré aux généralités sur les déchets D.E.E.E., les polymères styrènes et polystyrène choc (HIPS). Définition, synthèse et leurs avantages et inconvénients.

Le troisième chapitre est dédié particulièrement aux rappelles bibliographiques polymères styrènes (HIPS, ABS, PS, SAN...)/fibres végétales.

✓ La partie expérimentale quand elle se divise en deux chapitres :

Le quatrième chapitre décrit les différentes techniques expérimentales, matériaux utilisés et la préparation des composites étudiés.

Le cinquième chapitre présent l'interprétation, et la discussion des résultats obtenus.

Le sixième chapitre présente les principales conclusions tirées de ce travail et quelques perspectives.

Références

- [1] **S. Ausset**, "Procédé de recyclage de mélanges (PC/ABS) issus de déchets d'équipements électriques et électroniques (D.E.E.E.) ". Université Sciences et Technologies – Bordeaux I. Français. 1-3 (2013).
- [2] **M. R. Ismail, A. A. M. Yassene, H. M. H. Abd El Bary**, Effect of Silane Coupling Agents on Rice Straw Fiber/Polymer Composites, *Application Composite Materials*. 19:409–425 (2012).
- [3] **D. N. Saheb, J. P. Jog**, Natural fiber polymer composites: A review, *Advances in Polymer Technology*. 18: 351–363 (1999).
- [4] **D. Hammiche, A. Boukerrou, H. Djidjelli, A. Djerrada**, Effects of some PVC-grafted maleic anhydrides (PVC-g-MAs) on the morphology, and the mechanical and thermal properties of (alfa fiber) reinforced PVC composites, *Journal of vinyl & Additive Technology*. 19: 225–232 (2013).
- [5] **P. Herrera-Franco, L. Drzal**, Comparison of methods for the measurement of fiber/matrix adhesion in composites, *Composites*. 23: 2–27 (1992).

Chapitre I

Généralités sur les matériaux composites, les bio-composites, et les fibres végétales

I.1 Matériaux composites

Un matériau composite est un matériau hétérogène formé au moins de deux constituants qui occupent des phases différentes, l'assemblage final ayant des propriétés physico-mécaniques supérieures aux propriétés de chacun des matériaux constitutifs. Les deux constituants de base d'un matériau composite sont la matrice et le renfort (Figure I.1). On peut ajouter à ces deux composants principaux des additifs qui permettent de modifier soit l'aspect soit les caractéristiques du matériau [1].

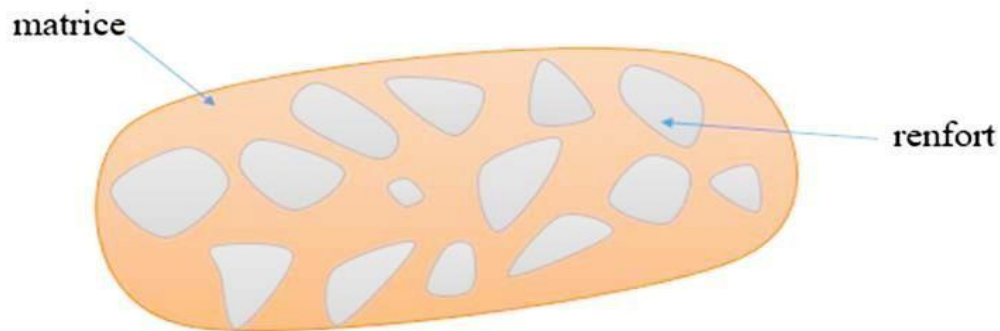


Figure I.1 Représentation d'un matériau composite [1]

I.2 Constitution d'un matériau composite

I.2.1 Matrice

La matrice permet de lier les fibres du renfort entre elles et de répartir les efforts (résistance à la compression ou à la flexion). Elle est facilement déformable et assure la protection chimique des fibres. Dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère. On peut décomposer les matières plastiques en trois grandes classes : les thermoplastiques ; les thermodurcissables et les thermostables. Cette distinction se base sur leurs structures moléculaires et leur comportement sous l'effet d'une forte température [2].

I.2.1.1 Matrices thermodurcissables

Les polymères thermodurcissables ou thermo durcis sont constitués d'un réseau tridimensionnel de macromolécules. Ils sont obtenus à partir de monomères polyfonctionnels par polycondensation ou polyaddition. Les monomères réagissent entre eux ou avec de petites molécules servant de liants. Les thermodurcissables durcissent de façon définitive lors de leur synthèse. La transformation est donc irréversible. Ce sont les

matrices les plus utilisées dans la production de matériaux composites. On trouve les résines polyester qui, associées à des fibres de verre ont une bonne tenue à la température et aux agents chimiques, les résines époxy qui possèdent d'excellentes propriétés mécaniques, thermiques et chimiques, et les résines phénoliques qui résistent bien au feu [3].

I.2.1.2 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 ; un renforcement par l'incorporation de charge leur confère une tenue thermique et mécanique améliorée et une bonne stabilité dimensionnelle. Les matrices thermoplastiques les plus courantes sont le poly (chlorure de vinyle) que l'on trouve dans les colles et adhésifs, le polyéthylène dont on se sert pour fabriquer les jouets, les bouteilles de shampoing ou les sacs de supermarchés, le polypropylène pour les boîtes alimentaires ou les revêtements de sols, le polystyrène qui intervient dans les meubles, emballage, électroménager, l'automobile, la construction, les radios, les téléviseurs, jouets, Articles de maison et couverts jetables [4].

I.2.1.3 Matrices thermostables

Ce sont des polymères présentant des caractéristiques mécaniques stables sous des pressions et des températures appliquées de façon continue. Cette propriété est mesurée en déterminant la température élevées (>200°C) qui peut supporter la résine pendant 2000 heures sans perdre la moitié de ses caractéristiques mécaniques [5]. Mais tout comme les résines élastomères, les thermostables ne sont pas très employés dans l'industrie des composites.

1.2.2 Les renforts

Les renforts permettent d'améliorer les propriétés physico-chimiques des matériaux (par exemple, la résistance aux acides et bases pour le stockage de produits chimiques), mais aussi les propriétés mécaniques (résistance à la compression, à l'impact, à l'abrasion...), électriques (résistance électrique, conductivité, ...). Elle permet aussi de faciliter la mise en œuvre et de réduire le coût de fabrication d'un matériau. Les différentes familles de charges peuvent être décomposées et classées suivant leur type :

• **Les charges particulières** : se divisent en deux sous-familles :

- Les charges renforçant qui ont une action bénéfique sur les propriétés de la matrice.

- Les charges inertes qui n'ont pas d'effet sur les propriétés mais qui permettent de diminuer le prix de revient du mélange.

• **Les charges fibreuses** : assurent les propriétés mécaniques du matériau composite un grand nombre de fibres sont disponibles sur le marché en fonction des coûts de revient recherchés pour la structure réalisée. 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).

La classification des types de renforts couramment rencontrés est indiquée dans l'organigramme ci - dessous (Figure I. 2).

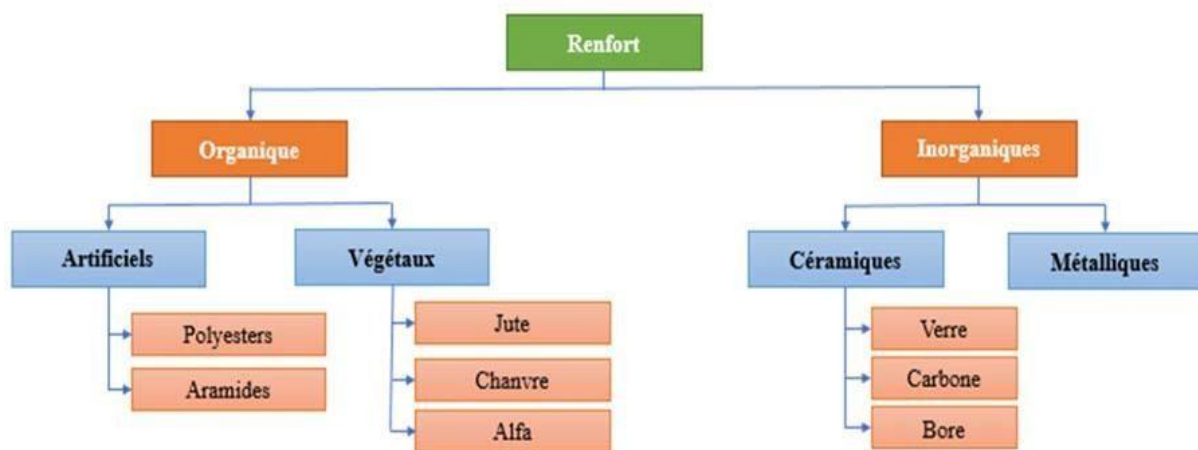


Figure I.2 Classification des renforts pour les composites [6]

I.3 Caractéristiques d'un matériau composite

Les propriétés des matériaux composites dépendent de beaucoup de facteurs elles sont différentes selon les divers types des matériaux composites. Ces propriétés résultent :

• Des propriétés de la nature et de la qualité des matériaux constitutifs.

• Des constituants de la géométrie et de la distribution du renfort.

• De leur interaction de l'interface matrice-renfort, etc... [7].

Le principal intérêt de l'utilisation des matériaux composites provient de leurs

excellentes caractéristiques. Elles disposent d'atouts importants par rapport aux matériaux traditionnels. Ils apportent de nombreux avantages fonctionnels [7] :

- Légèreté.
- Grande résistance à la fatigue (durée de vie augmentée).
- Liberté de formes.
- Maintenance réduite.
- Faible vieillissement sous l'action de l'humidité, de la chaleur, de la corrosion.
- Insensibles aux produits chimiques sauf les décapants de peinture qui attaquent les résines.
- Tenue aux impacts et aux chocs moyens.
- Très forte anisotropie.
- Une bonne isolation électrique.

I.4 Les bio-composites

Récemment, on trouve une nouvelle classe de matériaux que l'on nomme "bio-composites". Il existe d'autres appellations proches comme "éco-composites" et "agro-composites" qui s'inscrivent également pleinement dans les concepts émergents de chimie verte et de chimie durable. Il n'existe pas de définition encore officielle des bio-composites, mais il est maintenant admis que ces matériaux doivent être fabriqués impérativement à partir de ressources naturelles plus ou moins transformées mécaniquement et/ou chimiquement. Les bio-composites sont ainsi composés dans le principe de renforts généralement en fibres naturelles et d'une matrice également issue préférentiellement de la biomasse. Toutefois, le terme bio-polymère caractérise lui la biodégradabilité dans le milieu naturel, les bio-polymères pouvant très bien être d'origine fossile [8].

I.4.1 Quelques données sur les bio-composites

- **Renforts végétaux**

Les fibres végétales sont des matériaux filamenteux issus de la biomasse. Elles peuvent être extraites du fruit, de la tige ou de la feuille d'une plante cultivée, des arbustes et des herbes. La fibre végétale présente une variabilité très importante en fonction de leur

origine. En effet, les dimensions des filaments végétales dépendent de l'état de maturité et aussi des conditions environnementales de croissance de la plante. La variabilité du diamètre peut être très importante le long de la même fibre végétale. Les fibres végétales sont également caractérisées par la diversité de l'épaisseur de leur paroi cellulaire résultant de la porosité fibreuse. La forme morphologique de la fibre végétale peut également être un facteur important dans la compréhension du transfert de contrainte aux interfaces fibre- matrice [9].

I.4.2 Avantages et inconvénients des bio-composites

Le tableau suivant représente les avantages et les inconvénients des bio-composites :

Tableau I.1 Avantages et inconvénients des matériaux bio-composites [9]

Avantages	Inconvénient
<ul style="list-style-type: none">• Respect l'environnement.• Poids léger.• Fibre non couteuse.• Inoxydable.• Ne pas libérer d'émissions toxiques• . Possibilité de prendre plusieurs formes.	<ul style="list-style-type: none">• La sensibilité à la chaleur.• Sensibilité aux produits chimique

I.5 Les fibres végétales

Les fibres végétales sont des structures biologiques principalement composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine. Dans une proportion beaucoup plus faible elles contiennent aussi des extractibles, des protéines et certains composés inorganiques. Chaque fibre se présente sous la forme d'un composite multicouches dans lequel la lignine joue le rôle d'une matrice enrobant un élément structurant très rigide qui est la cellulose [10].

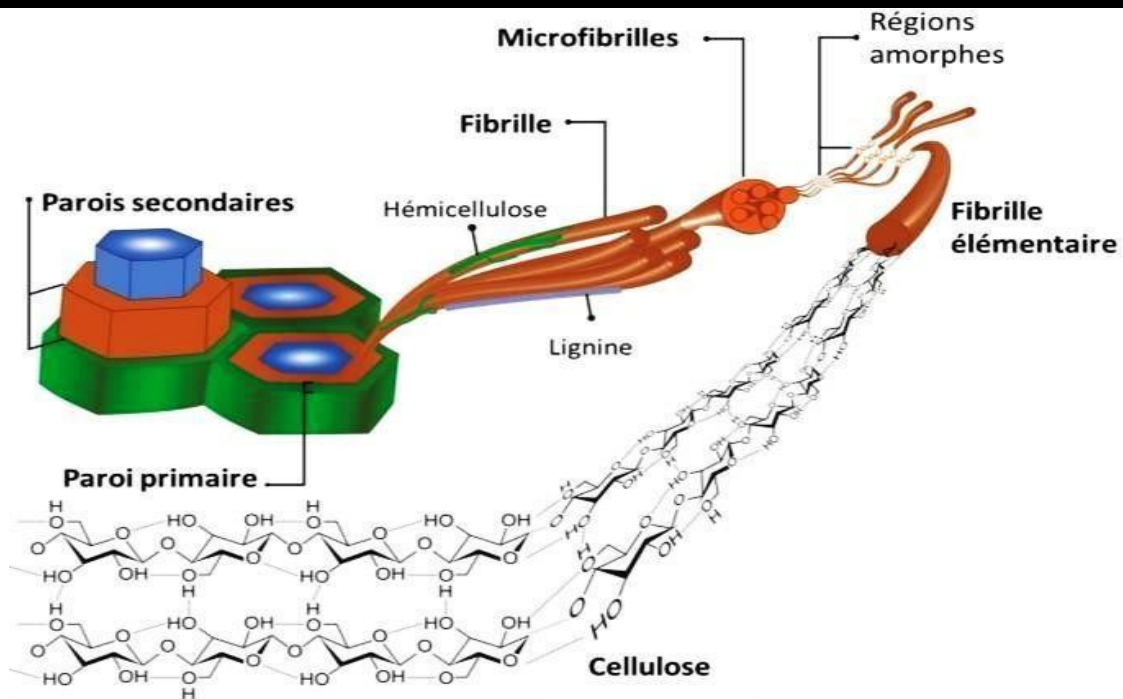


Figure I.3 Constituants d'une fibre végétale [10]

I.5.1 Composition chimique des fibres végétales

La composition chimique des fibres végétales varie selon la nature des fibres et comporte principalement la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Les propriétés de chaque constituant contribuent à la propriété globale de la fibre. L'hémicellulose est responsable de la biodégradation, l'absorption d'humidité, et la dégradation thermique de la fibre. La lignine, thermiquement plus stable, est le responsable de la dégradation par les ultraviolets [11].

I.5.1.1 Cellulose

Les chaînes de cellulose sont organisées sous forme de microfibrilles qui constituent l'armature de la paroi et présentent une très grande résistance aux tensions. Selon Willtatter et Zechmeister (1913) la formule brute exacte de cette macromolécule est $(C_6H_{12}O_6)_n$. Elle est composée des unités de D-anhydrocopyranos reliées entre elle par des liaisons β -1,4. L'unité répétitive est le Cellobiose (deux glucoses réunis). Ces unités élémentaires s'associent par paquet pour former le microfibrilles [12].

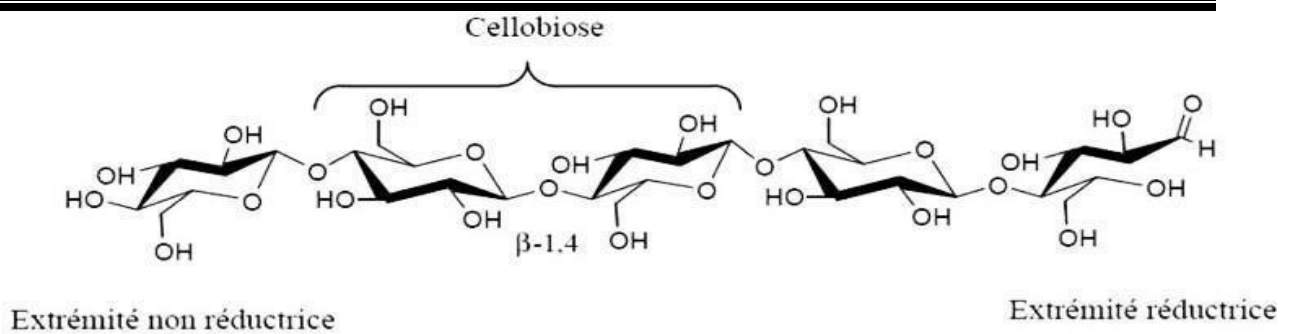


Figure I.4 Schéma d'une molécule de cellulose avec ses liaisons hydrogène [12]

I.5.1.2 Lignine

La lignine est la seconde substance organique renouvelable la plus présente sur la terre après la cellulose sa proportion varie entre 15 et 30%. La lignine est responsable de la rigidité et de la dureté des bois et des plantes et 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 [13].

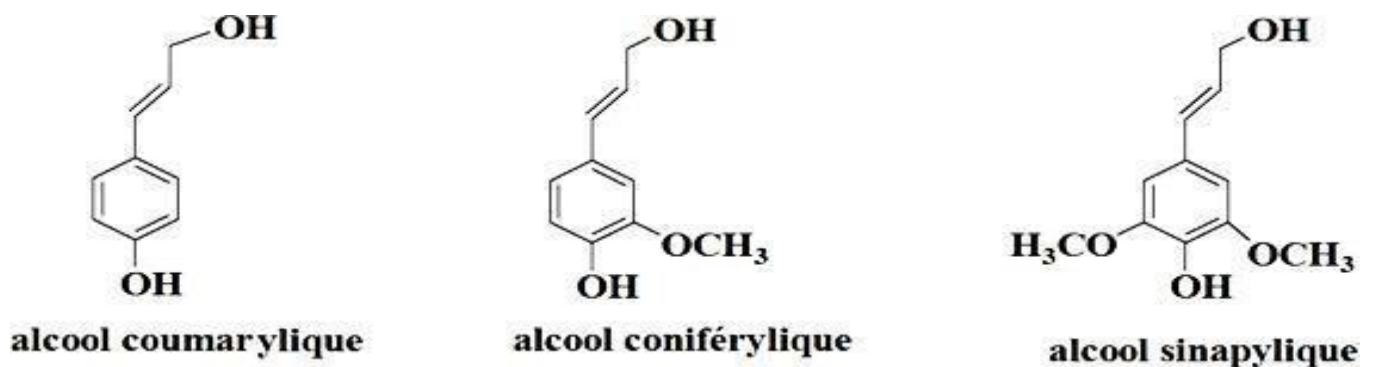


Figure I.5 Représentation des trois unités composant la lignine [13]

I.5.1.3 Hémicellulose

L'hémicellulose est très hydrophile, soluble en milieu alcalin, et facilement hydrolysable dans les acides. Contrairement à la cellulose, les constituants de l'hémicellulose diffèrent d'une plante à l'autre [14]. Ils se présentent en chaînes courtes hautement ramifiées. Le degré de polymérisation dans ce polymère est de 20 à 300 fois plus faible que dans la cellulose.

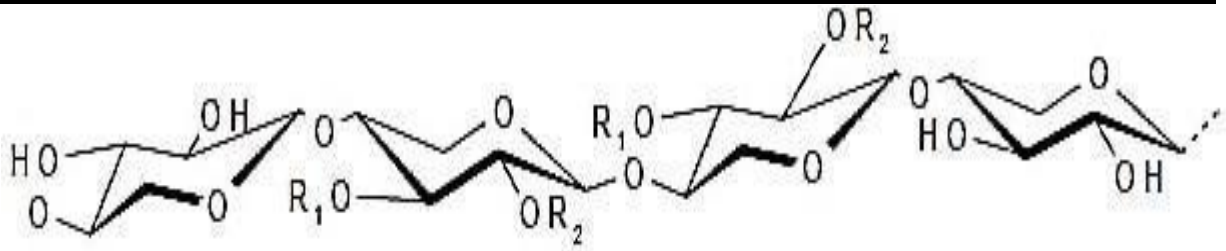


Figure I.6 Structures des chaînes des hémicelluloses [14]

I.5.2 Classification des fibres végétales

Il existe plusieurs critères de différenciation des fibres [15]:

- Suivant l'organe de la plante dont elles sont issues, les fibres végétales peuvent être classées en fibres de tiges (Kéna, jute, lin, ramie) et de feuilles (Sisal, abaca, paille de graminée).

- Suivant leur teneur en holocellulose (cellulose et hémicellulose) et en lignine, on peut distinguer les fibres ligneuses (dures et rigides provenant de matériaux ligneux tels que le bois d'œuvre, les résidus de l'industrie du bois et les fibres non ligneuses (douces, souples, issues de végétaux non ligneux souvent annuels relativement moins riches en lignine tels que le kéna, le chanvre, le sisal, le jute et le lin).

- Suivant leur longueur, les fibres végétales peuvent être groupées en deux catégories : fibres longues, dites libériennes, provenant des tiges et d'écorce de tiges de plantes annuelles. Elles sont douces tandis que les fibres longues issues de feuilles ou de troncs d'arbre sont plus dures et plus rigides à cause de leur richesse en lignine les fibres courtes ou étoupes qui sont associées aux fibres longues.

I.5.3 Avantages et inconvénients des fibres végétales

L'introduction de fibres végétales dans les matrices polymères peut apporter des avantages notoires par rapport aux fibres traditionnellement utilisées dans les composites (comme les fibres de verre) [15]:

- ✓ Faible densité ;
- ✓ Faible coût ou coût modéré ;
- ✓ Fibres renouvelables ;
- ✓ Faible consommation d'énergie pour leur production ;

- ✓ Fibres biodégradables ;
- ✓ Propriétés spécifiques élevées ;

Les fibres végétales constituent une alternative intéressante aux fibres de verre et de carbone comme renfort de composites. En revanche, certains inconvénients peuvent être un frein au niveau des développements industriels ;

- ✓ Taux de reprise en eau important : risques de moisissures en l'absence de traitement biocide ;
- ✓ Mauvaise tenue au vieillissement ;
- ✓ Faible résistance thermique (200°C max) ;
- ✓ Pour des applications industrielles, une bonne gestion de stocks est demandée pour garantir une qualité constante ;

I.6 Le Genêt d'Espagne

Le Genêt d'Espagne 'Spanish broom', du latin : *Spartium Junceum*, est connu en Algérie sous le nom de 'Tertak'. Il est originaire d'Europe, d'Afrique du Nord et d'Asie occidentale. On le trouve en Espagne ainsi qu'en France et dans les régions méditerranéennes. C'est un arbrisseau, de la famille des légumineuses papilionacées, qui peut atteindre trois mètres de haut et dont les feuilles n'apparaissent qu'en avril au moment de la floraison. Ses rameaux ont une forme cylindrique creuse, avec très peu de feuilles. Le Genêt d'Espagne frappe le regard par ses nombreux rameaux allongés comme de grandes joncs, cylindrasses, compressibles, d'un vert bleuâtre (glauques). Supportent des feuilles peu nombreuses disposition éparées de 2 à 3 cm de long [16].



Figure I.7 Photos représentant le Genêt d'Espagne dans un champs [16]

I.6.1 Composition et structure du Genêt d'Espagne

Le tableau suivant représente la composition chimique de genêt d'Espagne [17].

Tableau I.2 Composition chimique (% massique) approximative des fibres du Genêt d'Espagne [17]

Genêt d'Espagne	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Pectine (%)
	44,5	16,3	18,5	13.3

La plante a une structure particulière dans laquelle le tableau suivant l'indique :

Tableau I.3 Caractéristiques de la plante de Genêt d'Espagne [17]

Nom commun	Spartier, Spartier jonc, Spartier à tiges de jonc, Genêt à branches de Jonc, Faux Genêt d'Espagne, nommé à tort Genêt d'Espagne, dans le sud connu sous le nom de Ginesta ou Argelièr (se prononce ière). Mort jaune, nommé par les anglophones Spanish broom, Gorse, Weaver's broom, en Algérie connu sous le nom de 'Tertak', 'Kessaba'
Nom Latin	<i>Spartium junceum</i> L. synonym <i>Genista juncea</i> Lamarck
Famille	Fabaceae (Papilionaceae)
Couleur	éclatant et brillant jaune d'or
Hauteur	2 à 3 m en tous sens
Sol	profond, peu fertile, de préférence bien drainé il a une bonne tolérance aux sols chargés en sel
Origine	En zone sèche et aride sur le pourtour méditerranéen dont France méridionale, Corse Canaries, Afrique du Nord dont Algérie (en zone argileuse dans le Tell) au Maroc et Asie occidentale.

I.6.2 L'utilisation du Genêt d'Espagne

Le Genêt d'Espagne présente plusieurs applications qu'on pourrait classer comme suit : Les tiges sont utilisées en vannerie et produisent des fibres pour la fabrication des cordages et toiles grossières. Les fibres sont utilisées pour des applications techniques de renforcement des composites. En effet, dernièrement quelques études ont utilisé des fibres de Genêt

d'Espagne comme renfort de polymères thermoplastiques [17]. Dans le Midi de France, ils emploient les rameaux du Genêt d'Espagne en guise de liens et d'osier, des chaussures ; écorcés ils en font des cabas à presser les olives. Les fibres qu'ils contiennent servaient, dans l'antiquité et servent encore Aujourd'hui dans diverses régions côtières, à fabriquer des filets des cordages à remplacer le crin dans les matelas et coussins à tisser, après avoir été filées une toile grossière mais presque inusable.

I.7 Adhésion des interfaces (matrice/fibre) d'un composite

I.7.1 Interface

Est une zone concentrique à la fibre, d'épaisseur fine (en général quelque 10 ou 100 nm) et de nature chimique définie (formée par un ou plusieurs constituants élémentaires du composites lors de son élaboration). Elle peut être également une fine couche introduite volontairement dans le but de protéger la fibre ou de contrôler la liaison interrassiale, ou bien encore de contribuer à améliorer la compatibilité chimique fibre/matrice (Figure I.5) [18].

I.7.2 Adhésion

Par définition, l'adhésion est le phénomène qui crée l'adhérence. L'adhérence est l'état d'une chose qui colle, qui tient à une autre. Pratiquement, l'adhésion peut s'expliquer par la physico-chimie tandis que l'adhérence se mesure par des tests [18].

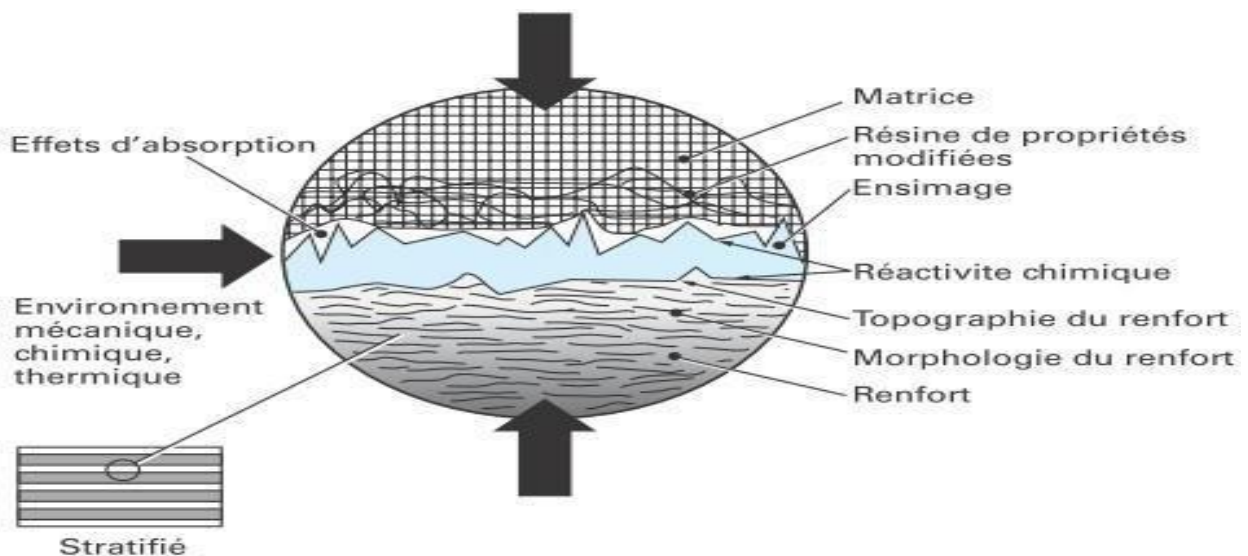


Figure I.8 Interface renfort/matrice dans un composite [18]

I.8 Les paramètres influençant les matériaux composites

I.8.1 Influence du taux de renfort

L'augmentation du pourcentage de renforts améliore quasi systématiquement la rigidité d'un composite. Cependant, une trop grande quantité de renforts implique une adhésion plus difficile qui conduit à une baisse de performances dans certains cas.

D'après la littérature, il est assez peu fréquent de trouver des composites fabriqués qui contiennent un pourcentage de fibres supérieur à 50-60%, sans rencontrer de nombreuses difficultés lors du moulage.

Adeosun et al ont observé, qu'à partir d'un taux de 50% en fibres, le matériau devient rugueux et la surface présente des ruptures. L'augmentation de la proportion de fibres lignocellulosiques a aussi pour conséquence directe, la multiplication des problèmes liés à l'usage d'un matériau biologique hygroscopique et putrescible [19].

I.8.2 Influence de l'orientation et de la dispersion du renfort

Il est évident que la dispersion du renfort qui conduit à un mélange plus ou moins intime des composants est un paramètre qui influence les propriétés physico mécaniques du composite. En effet les particules ou renforts ont tendance à se regrouper et à s'agglomérer ce qui crée des défauts. L'orientation des fibres génère une anisotropie, qui détermine des axes forts, pour le matériau, selon lesquels les fibres seront sollicitées longitudinalement (direction la plus résistante de la fibre). Ont étudié à l'aide de deux extrudeuses le rôle de la dispersion des renforts (farines, fibres). Les deux types de mélanges ont été réalisés afin de déterminer l'importance du ratio géométrique et de l'homogénéisation du mélange. Les résultats montrent que l'amélioration du processus de mélange permet une augmentation du module d'élasticité et de l'élongation à la rupture supérieure à 10% [20].

I.8.3 L'effet de l'humidité

Les propriétés mécaniques des composites renforcés par des fibres naturelles peuvent être réduites en grande partie dans des conditions humides. C'est une préoccupation profonde car il y a des potentielles d'applications extérieures, où l'absorption d'humidité peut avoir une influence significative sur ces matériaux. Les liaisons entre les fibres naturelles (qui contiennent l'hydroxyle et d'autres groupes polaires) et les matrices relativement hydrophobes

de polymère seraient affaiblies avec la prise d'eau élevée. L'interface affaiblie va causer la réduction des propriétés mécaniques des composites. Par conséquent, l'effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques est essentiel pour les applications des composites renforcés par des fibres naturelles. À cet égard, la résistance à l'eau de ces matériaux a pu être améliorée par la modification des fibres [20].

I.8.4 Adhésion fibre-matrice

Les phénomènes d'adhésion aux interfaces fibre-matrice jouent un rôle essentiel sur les propriétés des matériaux composites. De telles interfaces sont le siège de phénomènes physico-chimiques complexes dus aux interactions moléculaires entre deux matériaux de nature et de propriétés différentes, pouvant conduire à la formation de véritables interphases aux propriétés intrinsèques. Ces interfaces et interface doivent être en mesure de supporter toutes les contraintes mécaniques, résiduelles ou externes, et de les transmettre de la matrice à la fibre pour que les matériaux composites présentent les propriétés mécaniques à l'usage requises [21].

Références

- [1] **G. Madani, G. Mustapha**, Étude de l'effet de l'orientation des fibres sur la rupture des bétons polymères (BP), Thèse de master, Université Mohamed Boudiaf- M'sila (2019).
- [2] **A. Ibtissam**, Etude expérimentale et numérique d'effet d'orientation des fibres sur le comportement mécanique d'un bio-composite, Université Mohamed Boudiaf- M'sila (2017).
- [3] **F. Michaud**, Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : aptitude au postformage (2003).
- [4] **T. Djoudi**, Elaboration et caractérisation de composites bio-sourcés à base de fibres de palmier dattier, Université Mohamed Khider-Biskra (2019).
- [5] **Y. Lamia**, Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss). Mémoire de Magister, Université Ferhat Abbas-Setif (2011).
- [6] **F. Michaud**, Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques souschargement thermomécanique : aptitude au postformage (2003).
- [7] **G. Laurent**, Généralités sur les matériaux composites. Ecole d'ingénieur (2008).
- [8] **L. Ninouh**, Caractérisation d'un bio-composite polypropylène/fibres de palmier dattier en flexion trois points, Université Mohamed Khider-Biskra (2019).
- [9] **L. E. Babacar**, Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose, thèse de doctorat, institut national polytechnique de Grenoble France (2008).
- [10] **C. Magniont**, « Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources ». Thèse de doctorat, Université de Toulouse France (2010).
- [11] **S. Berlioze**, Etude de l'estérification de la cellulose par une synthèse sans solvant. Application aux matériaux nano composites, thèse de doctorat, Université Joseph Fourier, Sciences des Polymères (2008).
- [12] **F.Z. Arrakhiz, M. El Achaby, M.O. Bensalah**, Mechanical and thermal properties of natural fibers reinforced polymer composites: Doum/low density polyethylene, Materials and Design (2013).
- [13] **T. Aït Hamouda, S. Bendou et F. Abdoun**, Congrès International de l'Arganier Agadir Maroc (2013).

[14] **P. Boustingorry**, Elaboration d'un matériau composite à matrice gypse et renfort bois fragmenté - Amélioration de la résistance au visage de produits préfabriqués en gypse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne (2002).

[15] **A. Y. Nenonene**, Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bio-adhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage, thèse de doctorat, Université de Toulouse, Institut National Polytechnique de Toulouse, Sciences des Agro ressources (2009).

[16] **C. Baley**, « Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites ». Techniques de l'Ingénieur, Paris. 130 : 1-12 (2005).

[17] **P. Herrera-Franco, L. Drzal**, Comparison of methods for the measurement of fibre/matrix adhesion in composites, *Composites*. 23:2–27 (1992).

[18] **C.Klason, J.Kubat, H.Strömvall**, The efficiency of cellulosic fillers in common thermoplastics Part 1 Filling without processings aids or coupling agents. *Inter. J. Polymeric Mater.* 10: 159-187 (1984).

[19] **M. Ragoubi**, Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne, thèse, Université Henri Poincaré Nancy. 1 (2010).

[20] **C.P.L. Chow, X.S. Xing, R.K.Y. Li**, Moisture absorption studies of sisal fibre reinforced polypropylene composites, *Composites Science and Technology*. 67: 306-313 (2007).

[21] **M. Nardin**, Interfaces fibre-matrice dans les matériaux composites, *Revue decomposites et des matériaux avancés*, Lavoisier. 16 : 49-62 (2006).

Chapitre II

Généralités sur les déchets plastiques, les D.E.E.E., et le polystyrène choc (HIPS)

II.1 Définition des déchets plastiques

Les déchets plastiques proviennent des résidus de processus de production, de transformation et de consommation des matériaux plastiques [1].

II.1.1 Classification des déchets plastiques

Il existe donc plusieurs types de déchets plastiques tels que [1] :

➤ **Les déchets plastiques industriels**

Ces déchets sont constitués de tous les déchets issus des procédés de production de résines (trouvés principalement sur les sites pétrochimiques) et de transformation des résines en produits finis. Les déchets de production proviennent des arrêts des réacteurs de polymérisation, de la désinfection des réacteurs et des lots déclassés [1]. Ils ont la particularité d'un faible degré de pollution, voire inexistant. On retrouve, en très grande majorité, les polymères de grande diffusion (PE, PP, PS et PVC). Quant aux déchets de transformation, ils proviennent de toutes les opérations de plasturgie, qui permettent la production de produits finis (extrusion, injection, soufflage, polissage, etc.).

➤ **Les déchets plastiques de post-consommation**

C'est l'ensemble des déchets issus de la consommation industrielle ou des particuliers.

On distingue :

➤ **Les déchets ménagers** : comme les récipients alimentaires, bouteilles de boissons gazeuses, sacs d'emballage [2].

➤ **Les déchets agricoles** : tels que les films, sacs d'alimentation, fûts et bidons de produits phytosanitaires, etc. [2].

➤ **Les déchets électriques et électroniques** : comme les appareils électroménagers, ordinateurs, câbles en tout genre, les réfrigérateurs, etc. [2].

➤ **Les déchets du bâtiment et des travaux publics** : tels que les revêtements de sols, fils, câbles, mousses d'isolation, tuyaux, etc. [3].

➤ **Les déchets commerciaux ou de distributions** : comme les emballages industriels et commerciaux, les fûts, bidons, sacs, etc. [3].

II.2 Définition des D.E.E.E.

Un D.E.E.E. est un déchet d'équipement électrique et électronique, c'est-à-dire un équipement ou une partie d'E.E.E. arrivé en fin de vie ou ayant perdu son usage initial. Les

appareils fonctionnant grâce à un courant électrique ou à un champ électromagnétique, ou encore les appareils de mesure de ces courants et champs, conçus pour être utilisés à une tension de dépassant pas 1000 volts en courant alternatif et 1500 volts en courant continu. Ces déchets issus de produits nécessaires à notre vie professionnelle ou personnelle sont en augmentation constante depuis plusieurs décennies [4].

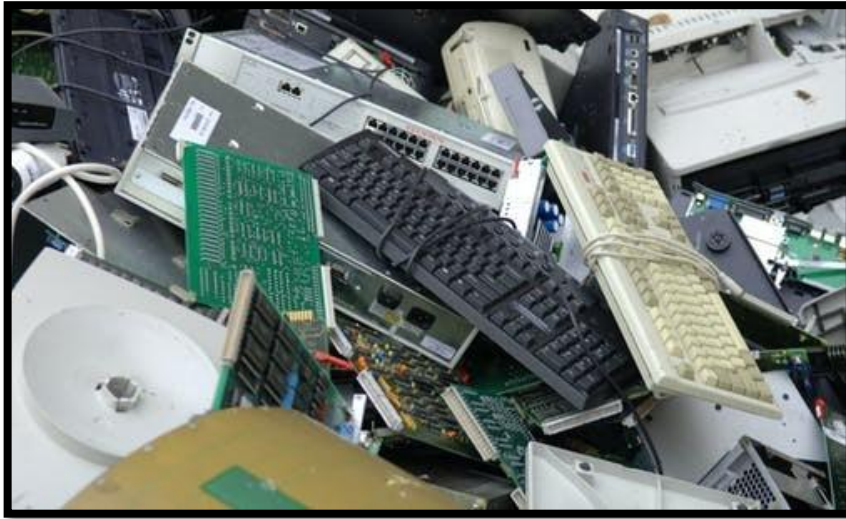


Figure II.1 Photo représentant des déchets d'équipement électrique et électronique (D.E.E.E.) [4]

II.2.1 Les catégories des D.E.E.E.

Les D.E.E.E. sont classés en 10 catégories [5] :

- Catégorie 1 : Petits appareils ménagers.
- Catégorie 2 : Équipements informatiques et de télécommunications.
- Catégorie 3 : Matériel grand public.
- Catégorie 4 : Gros appareils ménagers.
- Catégorie 5 : Matériel d'éclairage.
- Catégorie 6 : Outils électriques et électroniques (à l'exception des gros outils industriels fixes).
- Catégorie 7 : Jouets, équipements de loisir, et de sport.
- Catégorie 8 : Dispositifs médicaux (à l'exception de tous les produits implantés ou infectés).
- Catégorie 9 : Instruments de surveillance et de contrôle.
- Catégorie 10 : Distributeurs automatiques.

II.2.2 Composition des D.E.E.E.

Afin de maîtriser et d'ajuster aux mieux nos méthodes d'analyse, il est primordial de connaître les différents types de matériaux rencontrés dans les D.E.E.E. . Les D.E.E.E. sont très hétérogènes et complexes en termes de type, taille et forme des composants et matériaux [6]. Des campagnes de caractérisation sont menées par les éco-organismes pour connaître la composition des déchets traités. La Figure II.2 montre que les métaux constituent la plus grande partie (50 % en masse) des matériaux présents dans les D.E.E.E., suivis des polymères et du verre [7].

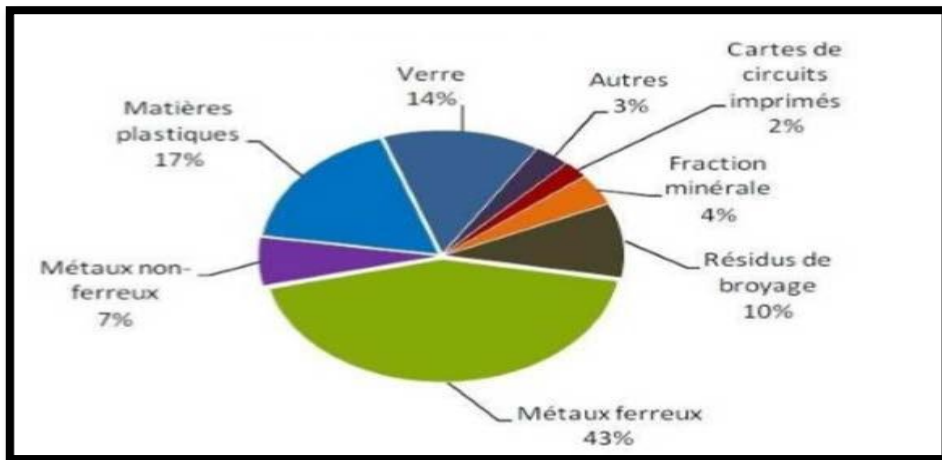


Figure II.2 Composition (en masse) des D.E.E.E. traités (446 083 tonnes traitées) [7]

II.2.3 Répartition des D.E.E.E. par type de polymères

Les types de polymères issus des D.E.E.E. sont représentés dans la Figure II.3.

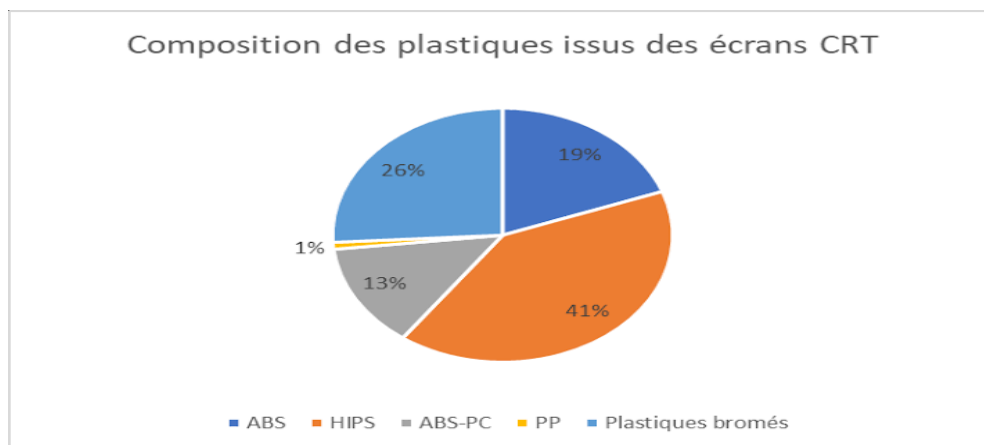


Figure II.3 Répartition des D.E.E.E. par types de polymères [8]

Les polymères ou mélanges de polymères composent ces D.E.E.E, dont l'ABS, le HIPS, le PP, le PS, le SAN, le PU, le PA, les mélanges PC/ABS et HIPS/PPO. Les deux polymères majoritaires sont le HIPS et ABS, utilisés pour leur propriété de résistance aux chocs [8].

II.3 Polymères styréniques

Les polymères styréniques sont des polymères dérivés du monomère de styrène, qui est un hydrocarbure aromatique. Les polymères styréniques comprennent une large gamme de matériaux, allant des plastiques transparents et rigides tels que le polystyrène, aux élastomères thermoplastiques tels que le styrène-butadiène-styrène (SBS) et le styrène-éthylène-butylène-styrène (SEBS), en passant par les résines acrylonitrile-butadiène-styrène (ABS) [9].

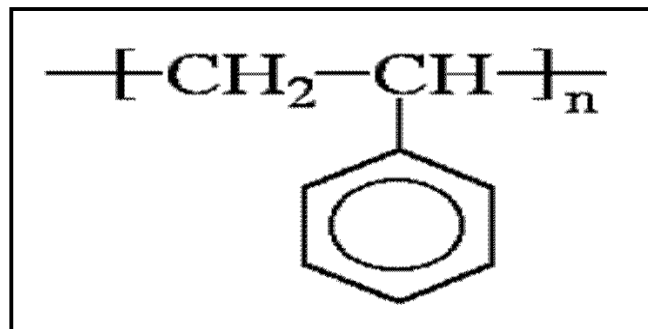


Figure II.4 Structure du polystyrène (PS) [9]

II.3.1 Monomères constitutifs :

➤ **Le styrène :**

Le styrène, $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH} = \text{CH}_2$, est le monomère principal des polymères styréniques. Il est obtenu en mélangeant de l'éthylène et du benzène qui se combinent en éthylbenzène, lequel est déshydrogéné ou soumis à un cracking pour obtenir le styrène. La polymérisation radicalaire du styrène seul donne un homopolymère, le polystyrène standard cristal, produit amorphe, astatique, transparent et cassant.

La polymérisation à catalyse métallocène conduit à un polystyrène syndiotactique, produit opaque à structure cristalline, ayant de hautes performances techniques mais beaucoup plus cher que le PS standard. Du fait de la compatibilité du styrène avec de nombreux monomères et polymères, on peut le modifier par copolymérisation pour apporter des propriétés particulières, comme la résistance aux chocs, une meilleure tenue thermique...etc. [10].

II.4 Le polystyrène choc (HIPS)

Le polystyrène dit HIPS, pour *High Impact Polystyrène*, est un polystyrène spécifique en raison de son opacité et surtout, de sa résistance aux chocs. On l'appelle d'ailleurs également le polystyrène-choc (HIPS).

Le styrène est l'élément de base de la fabrication du polystyrène. Et sa compatibilité avec d'autres monomères et polymères permet d'imaginer de nombreux composés styréniques aux propriétés variées. Le HIPS Hips est l'un d'eux. Il intègre 15 à 25 % de polybutadiène et s'obtient d'ailleurs par greffage de polybutadiène pendant la production de polystyrène [10].

II.4.1 Structure du polystyrène choc (HIPS)

Le copolymère polybutadiène/styrène, appelé aussi PS choc (HIPS) est opaque et de structure syndiotactique (Figure II.5).

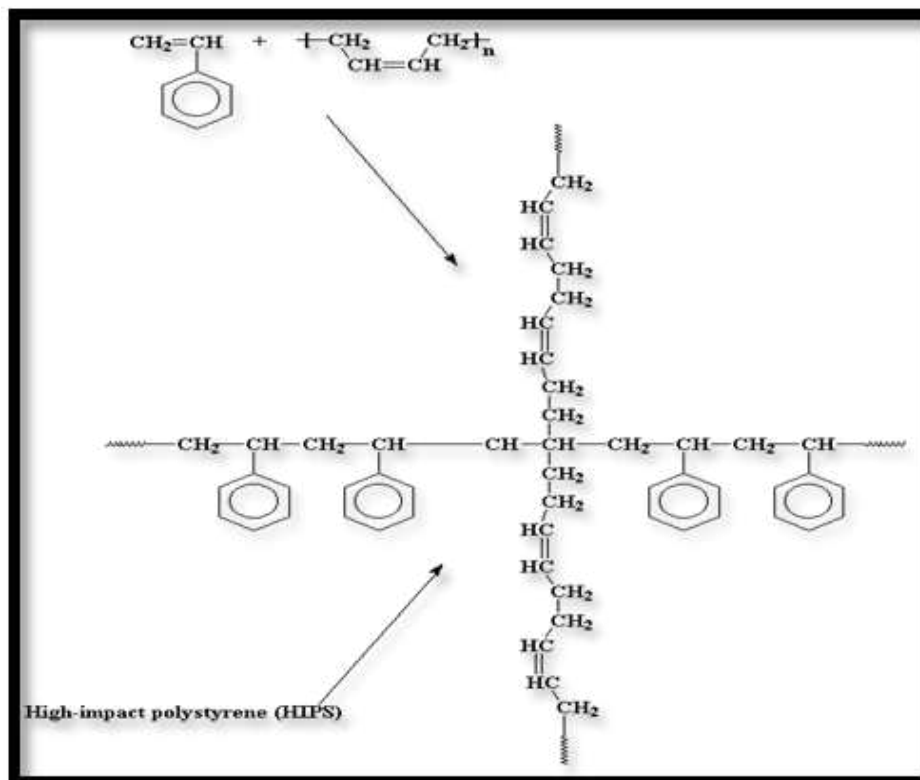


Figure II.5 Représentation semi-développée du polystyrène choc (HIPS) [11]

II.4.2 Mise en œuvre du HIPS

La mise en œuvre du polystyrène choc peut être réalisée par différentes méthodes de transformation des plastiques, notamment l'injection, l'extrusion et le thermoformage.

II.4.2.1 Injection

Le polystyrène choc peut être moulé par injection dans des moules prévus à cet effet. Cette méthode est couramment utilisée pour la production de pièces en grande quantité, telles que des boîtiers d'ordinateurs, des couvercles et des récipients [12].

II.4.2.2 Extrusion

Le polystyrène choc peut être extrudé sous forme de feuille ou de profilé. Cette méthode est couramment utilisée pour la fabrication de produits tels que des barquettes alimentaires et des emballages thermoformés [13].

II.4.2.3 Thermoformage

Le polystyrène choc peut être formé à chaud pour obtenir des produits finis tels que des assiettes, des gobelets et des plateaux. Cette méthode est couramment utilisée dans l'industrie alimentaire pour la fabrication d'emballages jetables [14].

II.4.3 Les propriétés du polystyrène choc (HIPS)

Le tableau II.1 ci-dessous présente les propriétés les plus usuelles du polystyrène choc.

Tableau II.1 Propriétés du HIPS [15]

Physique	Valeurs
Densité	1.04
Mécanique	
Résistance a la traction (MPa)	24
Module d'élasticité en traction (MPa)	1861
Allongement en traction %	52
Résistance a la flexion (MPa)	48
Module d'élasticité en flexion (MPa)	2137
Impact izod (ft-lbs/in)	2.8
Thermique	
Coefficient de dilatation thermique linéaire (in/in/°F x 10 ⁻⁵)	4.5
Température de déflexion de chaleur (°F)	196
Conductivité thermique (W/m.K)	0.17

II.4.4 Applications du polystyrène choc (HIPS)

II.4.4.1 Emballage

Le polystyrène choc est souvent utilisé pour emballer des produits fragiles tels que des appareils électroniques, des meubles, des équipements médicaux, etc. en raison de sa capacité à absorber les chocs et les vibrations [16].

II.4.4.2 Isolation thermique

Les panneaux de polystyrène choc sont utilisés comme matériau isolant pour les murs, les plafonds et les toits, car ils réduisent la perte de chaleur et d'énergie. Ils sont également utilisés dans les systèmes de chauffage par le sol pour améliorer l'efficacité énergétique [17].

II.4.4.3 Construction

Le polystyrène choc est souvent utilisé comme matériau de remplissage pour les murs creux et les blocs de béton afin d'améliorer l'isolation thermique. Il est également utilisé comme matériau de base pour les coffrages de béton [17].

II.4.4.4 Arts et loisirs

Le polystyrène choc est utilisé pour fabriquer des maquettes, des sculptures, des décorations de fêtes, des costumes et des accessoires de théâtre [18].

II.4.4.5 Emballages alimentaires

Les barquettes en polystyrène choc sont souvent utilisées pour emballer des aliments tels que des plats à emporter, des viandes et des produits laitiers en raison de leur capacité à maintenir la fraîcheur et à empêcher les fuites [19].

Références

- [1] **M. Goosey**, "The materials of Waste Electrical and Electronic Equipment (W.E.E.E.) Handbook. 123–144 (2012).
- [2] **Y. Vazquez**, " Recycling of mixed plastic waste from electrical and electronic equipment". Added value by compatibilization. *Waste Management*. 53: 196–203 (2016).
- [3] **S. Tostar**, " The influence of compatibilizer addition and gamma irradiation on mechanical and rheological properties of a recycled W.E.E.E. plastics blend recycling. 1(1): 101–110 (2016).
- [4] <http://www.e-dechet.com/deee/qu-est-ce-qu-un-dechets-d-equipements-electriques-et-electroniques-deee-ou-d3e.htm>.
- [5] **B. Reygner**, « Eco3E, ». [Enligne], Available : <http://eco3e.eu/reglementations /deee2>. (2018).
- [6] **J. Cui, E. Forsberg**, " Mechanical recycling of waste electric and electronic equipment: a review". *Journal of Hazardous Materials*. 99(3) : 243-263 (2003).
- [7] **S. Apia**, « Déchets électroniques dans le pacifique : stratégie régionale et plan d'action ». "pogress in polymer science ". Secrétariat du programme régional océanien de l'environnement. 23 : 707–757 (2018).
- [8] **A. Boubaker**, "Thèses structuration des mélanges ABS/PC en vue du recyclage des D.E.E.E."
- [9] **F. Mammeri**, Etude de la migration d'un antioxydant du polystyrène dans quelques milieux liquides simulateurs d'aliments. mémoire de magister, Université de Saad Dahleb Blida (2012).
- [10] © **Société Chimique de France**. Les types de polystyrène
- [11] **E. Ernault**, Thermo-oxydation de résines époxy/amine, thèse de doctorat, ENSAM Paris (2016).
- [12] **Y. Zhang, X. Yan, Y. Liu, Wang X**, Numerical simulation and experimental study on the molding process of polystyrene foam with injection method. *Journal of Cellular Plastics*. 55 (5): 522-541 (2019).

- [13] **Y. K. Hoon, C. G. Le**, Effects of processing conditions on the properties of PS/EPDM blends. *Journal of Polymer Research*. 26(3): 60 (2019).
- [14] **Z. Ahmad, M. A. Abdullah, N. S. Mohamed**, Effects of processing conditions on the mechanical properties of PS/EPDM blends. *Journal of Polymer Engineering*. 39(2) (2019).
- [15] **I. Debbah, R. Krache, N. Aranburu, A. Etxeberria, E. Pérez et R. Benavente**, Influence of ABS type and compatibilizer on the thermal and mechanical properties of PC/ABS blends. *International Polymer Processing*. 35(1):83-94 (2020).
- [16] **T. Jiang, J. Huang, L. Zhang et J. Chen**, The effect of PS choc on the impact strength of ABS/PA6 blends. *Polymer Engineering & Science*. 59(12): 2588- 2594 (2019).
- [17] **Y. Xue, Q. Xie, L. Luo et M. Chen**, Preparation and properties of PS choc/ABS composite materials. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*. 31(2):1767-1775 (2020).
- [18] **L. Xu, J. Wang, M. Guo et J. Huang**, The effect of PS choc on the properties of PBT/ABS blends. *Journal of Polymer Research*. 27(1): 10 (2020).
- [19] **C. Li, Q. Li, Z. Li et X. Jiang**, Study on the effect of PS choc on the properties of polycarbonate. *Journal of Polymer Engineering*. 39(5): 453-459 (2019).

Chapitre III

Etat de l'art

(Revue bibliographique)

Dans ce chapitre, un bref aperçu des différentes études qui se sont intéressé à l'élaboration et caractérisation d'un bio composite à matrice polymère et renfort nature (fibre naturelle) en utilisant le HIPS, plus particulièrement, dans le but d'améliorer ses performance et ses propriétés mécaniques, rhéologiques etc...., sont résumés ci-dessous, ainsi que quelques travaux qui ont utilisé l'ABS, le SEBS, le PC, le SAN, le SBR, le SBS et le HIPS comme matrice.

E.H. Agung et al. (2010) [1], ils ont étudié les propriétés mécaniques d'un composite polymère qui est influencée par de nombreux facteurs tels que la fibre et la matrice polymère. Pour l'amélioration ils ont étudiés le HIPS et la fibre d'abaca de différents taux de charge (30, 40 et 50 %). Pour la modification de la résistance au choc ils ont rajouté 3 % d'anhydride maléique. Les résultats obtenu dans cette étude sont-ils ont l'adhérence interracial entre la matrice HIPS et les fibres d'abaca. Des composites de polystyrène choc renforcé de fibres d'abaca (HIPS) ont été produits avec différentes charges de fibres (30, 40 et 50 % en poids). D'autre part, la résistance à la traction et le module de traction optimales ont été atteints lorsque la charge de fibre d'abaca était proche de 40,76 % en poids, d'anhydride maléique de 3 % en poids et de modificateur de choc de 6 % en poids.

E. C. Silva et al. (2023) [2], Ont étudié les propriétés structurales, thermiques, morphologiques et mécaniques d'éco composites à base de polystyrène à fort impact (HIPS) renforcé de fibres d'açaï (*Euterpe oleracea*). Ils sont été fabriqués à partir de fibres d'açaï à 5 % en poids traitées avec 5 % de NaOH (FT5) et 7 % de NaOH (FT7). Selon les analyses il sont trouvé que l'allongement est plus élevé de 2,9 % à 8.4%, la résistance à la traction du 24 à 98 MPa dû à la présence d'un ancrage mécanique, qui améliore ses propriétés mécaniques. MEB, le traitement alcalin nous a permis d'éliminer les composés de bas poids moléculaire. L'éco-composite FT5 a un allongement plus élevé, 8.4 %, et une résistance a la traction du 105 MPa, probablement dû à la présence d'un ancrage mécanique, qui améliore ses propriétés mécaniques. L'éco-composite FT7 avait une stabilité thermique légèrement supérieure, avec une perte de masse totale de 87,78 %.

M. Jabri et al. (2023) [3], On concentrés sur le gland comme bio-renforcement, le PS a été renforcé par le péricarpe du gland (AP) et la cupule du gland (AC), séparément. Les résultats obtenus montrent une intégration du renfort dans la matrice, les spectres FTIR montrent l'apparition de la bande OH, les différent spectres montrent une diminution d'intensité et une légère diminution de la cristallinité, qui reste très acceptable. Morphologiquement, les images SEM montraient des stratifiés pour AP tandis que

l'incorporation d'AC provoquait des pores dans la matrice.

M. Monzón et al. (2020) [4], ont étudié le comportement de l'acrylonitrile butadiène styrène (ABS), polystyrène choc (HIPS) et polyéthylène haute densité (PEHD) renforcés de fibres courtes de bananes des îles Canaries pour son application dans les procédés de moulage. Plusieurs analyses thermiques (analyse gravimétrique thermique (TGA), calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et indice de fluidité(MFI)) et essais mécaniques (traction, flexion, impact et Analyse Mécanique Dynamique (DMA)) ont été réalisées dans des composites avec différents pourcentages de fibres de bananier. Les résultats thermiques montrent que l'utilisation de la fibre de banane est viable comme renfort dans les composites pour les procédés de moulage par injection et les tests mécaniques indiquent une augmentation de la raideur et une amélioration de la flexion maximale stress en augmentant la teneur en fibres dans les composites, de sorte que la fibre de banane s'avère être un matériau naturel alternative pour le renforcement des composants en plastiques injectés.

A. Zizumbo et al. (2011) [5], ils ont étudié les effets d'un traitement alcalin et d'un agent comptabilisant sur les propriétés de traction de composites de polystyrène choc renforcé de fibres de palmier à sucre (HIPS). Deux concentrations d'une solution alcaline (4% et 6%) et deux pourcentages d'un agent comptabilisant (2% et 3%) ont été utilisés dans cette étude. Le traitement alcalin a été réalisé en immergeant les fibres dans des solutions alcalines à 4% et 6% pendant 1 heure. 40 % en poids de fibre de palmier à sucre (SPF) a été mélangé avec du HIPS et l'agent comptabilisant à l'aide d'un mélangeur à fusion Bra Bender à 165 °C. Tous les composites de fibres traitées ont montré une amélioration de la résistance à la traction par rapport aux composites non traités. L'augmentation de la résistance maximale était de 35 %, ce qui a été obtenu par un traitement alcalin à 4 % ; cependant, il n'y a pas eu d'amélioration du module de traction.

D. A. N. Oumer et al. (2014) [6], sont intéressés aux propriétés de traction des composites de polystyrène (HIPS) renforcés par des fibres de palmier (SPF) obtenus par des moyens d'approche statistique et comparées avec des résultats expérimentaux et des modèles micromécaniques disponibles dans la littérature. Les composites ont été préparés à différents taux de charges de fibres (10%, 20%, 30%, 40% et 50% en poids). Les résultats expérimentaux ont montré que la résistance à la traction du composite diminue avec l'addition de fibres de palmier, tandis que le module d'élasticité augmente.

D. Maldas et al. (1989) [7], ont étudié l'effet de renforcement de polystyrène PS par les fibres de bois avec des taux de chargement différent. Les résultats de leurs études indiquent

que les agents de couplage : isocyanate (poly [méthylène (polyphényl isocyanate)]) (PMPPIC) et silanes : Vinyltri (2-Méthoxyéthoxy) silane (A-172) et Gamma-Méthacryloxypropyltriméthoxy silane (A-1100) jouent un rôle important dans l'amélioration des propriétés mécaniques des composites thermoplastiques contenant des fibres de cellulose. Lorsqu'ils ont comparé l'efficacité de différents agents de couplage et les traitements, ont constaté que le revêtement suivie d'un traitement isocyanate est le plus efficace.

K. C. M. Nair et al. (2000) [8], ont étudié l'effet de la longueur des fibres, le taux de chargement, la vitesse et la contrainte de cisaillement et la température sur le comportement rhéologique des matériaux composites à base de polystyrène PS renforcé par des fibres de sisal. A 190°C l'addition des fibres augmente la viscosité des composites Cela dû à l'interaction accrue entre les fibres et les molécules de polystyrène. Toutefois, à 180°C la viscosité suit l'ordre PS < U106 < U206 < U306 et cela peut être expliqué que la viscosité a augmentée rapidement avec l'augmentation du renforcement des fibres en raison des collisions entre les particules.

J. P. Siregar et al. (2010) [9], ont mené une étude sur l'effet du traitement alcalin des fibres de feuilles d'ananas sur les propriétés mécaniques des composites à base de polystyrène (PS). Les concentrations de NaOH à 2% et 4% utilisés pour traiter les fibres ont augmentées la valeur de toutes les propriétés mécaniques des composites telles que la résistance à la traction, le module de la traction, la résistance à la flexion, module de flexion, et la dureté. Le traitement avec une solution de *NaOH* à 4% a montré la valeur la plus élevée des propriétés mécaniques par rapport à d'autre concentration. On peut conclure que l'adhérence entre fibre/matrice peut être améliorée par traitement des fibres avec une solution alcaline avant la production d'un composite.

S. M. Sapuan et al. (2012) [10], Le but de cette étude était de déterminer les propriétés de traction des composites de polystyrène renforcés par des fibres courtes de palmier. L'augmentation de la charge des fibres dans la matrice de PS améliore le module de traction. Cependant, la résistance à la traction a diminué avec l'augmentation de la charge des fibres à cause de la mauvaise compatibilité entre l'interface de surface des fibres et la matrice. Elle peut être améliorée par l'introduction d'un traitement de surface sur les fibres.

S. Nekkaa et al. (2009) [11], ont étudié l'absorption d'eau dans les composites PP/GE traitées par le silane Z-6020 et par l'acide stéarique. Les résultats ont montré que le taux d'absorption d'eau dépend du temps et du taux de fibres de Genêt d'Espagne dans le matériau composite. Ainsi, les composites PP/GE à un taux de fibres élevées ont le taux d'absorption

d'eau le plus élevé. Le taux d'absorption d'eau des matériaux composites PP/GE dépend aussi de la température. L'augmentation de la température, accélère la mobilité des segments ce qui facilite la diffusion de l'eau dans le matériau. D'autre part, les résultats ont montré que le traitement des fibres contribue à une décroissance du taux d'absorption d'eau des composites. Ceci est dû à une diminution des groupements hydroxyyles qui réagissent avec l'agent de couplage. Le taux d'absorption d'eau dans les composites PP/GE suit la loi de Fick (Cas I), où la valeur de n pour presque tous les échantillons est égale à 0,5.

N. Haddaoui et al. (2017) [12], s'est intéressée à l'élaboration et la caractérisation des composites à base de polyéthylène basse densité renforcé par différents taux de farine de Genêt d'Espagne obtenue à partir des tiges de l'arbuste. La charge a été traitée avec une solution d'hydroxyde de sodium (1,25 N) à différents temps et à différentes températures. Les composites obtenus ont été soumis à plusieurs techniques de caractérisations à savoir le test structural (Infrarouge à Transformée de Fourier IRTF), les essais mécaniques (choc, traction et dureté), l'essai rhéologique (l'indice de fluidité), l'essai thermique (Calorimétrie Différentielle à Balayage DSC), test de densité et les essais d'environnement (absorption d'eau et la biodégradation).

S. Ikhlef et al. (2017) [13], Les effets de la teneur en farine de *Spartium junceum* (SJ), du temps de traitement et de la température sur les propriétés mécaniques et rhéologiques du composite polyéthylène basse densité/farine de *Spartium junceum* (LDPE/SJ) ont été étudiés. La farine SJ a été traitée avec du NaOH (5% en poids) pendant 24, 48 et 72 h à 25°C et 40°C. Les résultats FTIR ont montré qu'il y a une élimination partielle de la lignine et des hémicelluloses après traitement ce qui a amélioré l'adhérence interraciale matrice/farine SJ. De plus, le traitement alcalin a amélioré notablement la résistance à la traction et le module de Young et a légèrement augmenté l'allongement à la rupture des composites LDPE/SJ par rapport à ceux avec de la farine non traitée.

G. Chidichimo et al. (2016) [14], Ont préparé de nouvelles mousses composites de polyuréthane (PU) avec des pourcentages élevés de fibres végétales naturelles *Spartium Junceum* en conjonction avec des polyéthylène glycols biodégradables (PEG). La densité et les propriétés mécaniques des mousses PU ont été étudiées. Une caractérisation plus poussée de la morphologie de ces matériaux a été réalisée par microscopie électronique à balayage. Ici, ils ont montré que ces propriétés peuvent être facilement ajustées en modifiant la longueur moléculaire des PEG.

S. Mishra et al. (2005) [15], ont étudié l'effet de l'utilisation des fibres de la banane, du chanvre, et de sisal comme charges pour le renforcement des composites de polystyrène avec des taux de 55:45, 50:50, 45:55, 40:60 en poids (fibre- matrice). Les fibres naturelles ont été traitées avec de l'anhydride maléique. Le traitement des fibres par l'anhydride maléique améliore les propriétés mécaniques, telles que son module d'Young, le module de flexion, contrainte à la traction, contrainte à la flexion, résistance aux chocs et la dureté Shore-D par rapport aux composites de fibres non traitées. Elle est due au phénomène de l'estérification de fibres.

M. Poletto et al. (2011) [16], ont étudié l'effet de la farine de bois et la teneur de chargement ainsi que l'effet d'addition d'agent de couplage poly (styrène-co- anhydride maléique) SMA sur les propriétés mécaniques et la morphologie des composites thermoplastiques à base de polystyrène recyclé. Les résultats obtenus avec 2% en poids d'un agent de couplage SMA confirme une meilleure adhérence entre la farine de bois et le polystyrène recyclé. De même l'étude morphologique a révélé l'effet positif de l'agent de couplage sur l'adhésion interraciale. Alors que l'addition de plus de 2% en poids en teneur d'agent de couplage a provoqué une réduction des propriétés mécaniques étudiées.

D. Bachtiar et al. (2012) [17], ont étudié les propriétés mécaniques des composites de polystyrène (PS) renforcés par des fibres de palmier. L'adhésion entre matrice/fibre été provoquée par une modification de la surface des fibres par un traitement alcalin en utilisant une solution de NaOH à 6%. Ils ont constaté qu'il y a une amélioration de la résistance à la flexion, module de flexion et la résistance au choc des matériaux composites avec des fibres traitées par rapport aux composites avec des fibres non traitées. Tandis que l'utilisation d'un agent comptabilisant polystyrène-block- poly (éthylène-ran-butylène) -block-poly (styrène-greffé-anhydride maleic) a montré une amélioration de la résistance au choc seulement.

K. C. C. Benini et al. (2010) [18], ont étudié le HIPS renforcé avec des composites de fibres de bagasse de canne à sucre mercerisées et blanchies sont enquêté. Après une période de vieillissement accéléré de 900 h, sous rayonnement UV-B et cycles réguliers d'humidité, les modifications des propriétés mécaniques sont étudiées par des essais de traction. De cette étude, il a été observé que les composites renforcés avec dès les fibres sont moins sensibles à une exposition accélérée aux intempéries que les composites renforcés de fibres mercerisées, ce qui s'explique par la plus grande quantité de lignine présente dans les fibres mercerisées.

L'objectif de ce mémoire est d'élaborer et de caractériser un nouveau matériau bio-composite à base de polystyrène choc (HIPS) issus des déchets d'équipements électriques et électroniques (D.E.E.E.) renforcé par des fibres végétales de Genêt d'Espagne pour réduire le problème de l'accumulation de ces déchets dans l'environnement.

Références

- [1] **E.H. Agung, S.M. Sapuan, M.M. Hamdan, H.M.D.K. Zaman et U. Mustofa**, Optimization of the mechanical properties of abaca fibre-reinforced high impact polystyrene (HIPS) composites using box-behnken design of experiments. 19: 8 (2010).
- [2] **E. C. Silva, A. F. da Silva, Y. S. da Rodrigues, D. S. Correia Júnior, L. M. de Oliveira et M. M. Biondo**, Éco composites à base de fibres de polystyrène choc (HIPS) et d'Amazon Açai (Euterpe oleracea) : Influence du traitement NaOH sur ses propriétés structurales, thermiques et mécaniques. 59 (1) : 147-158 (2023).
- [3] **M. Jabri, Y. Dehman, I.Loulidi**, Valorisation des déchets lignocellulosiques pour une adsorption efficace d'un colorant azoïque cationique et recyclage des boues comme renfort d'un composite thermoplastique (2023).
- [4] **M. Monzón, R. Paz, P. Bordón**, Thermal and mechanical characterization of banana fiber reinforced composites for its application in injection molding. 3(16): 3581 (2020).
- [5] **A. Zizumbo, A. Licea-Claverie, E. Lugo-Medina, E. García-Hernández, D. Madrigal et R. Zitzumbo**, Polystyrene composites prepared with polystyrene grafted-fibers of sugarcane bagasse as reinforcing material, Journal of the Mexican Chemical Society. 55: 33–41 (2011).
- [6] **A. N. Oumer, D. Bachtiar**, Modeling and experimental validation of tensile properties of sugar palm fiber reinforced high impact polystyrene composites, fibers and polymers. 15: 334-339 (2014).
- [7] **D. Maldas, B. Kokta, C. Daneault**, Influence of coupling agents and treatments on the mechanical properties of cellulose fiber- polystyrene composites, Journal of Applied Polymer Science. 37: 751–775 (1989).
- [8] **K. C. M. Nair, R. P. Kumar, S. Thomas, S. C. Schit et K. Ramamurthy**, Rheological behavior of short sisal fiber-reinforced polystyrene composites, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 31: 1231–1240 (2000).
- [9] **J. P. Siregar, S. M. Sapuan, M. Z. A. Rahman et H. M. D. K. Zaman**, The effect of alkali treatment on the mechanical properties of short pineapple leaf fiber (PALF) reinforced high impact polystyrene (HIPS) composites, Journal of Food, Agriculture and Environment.8: 1103–1108 (2010).

- [10] **S. M. Sapuan, D. Bachtiar**, Mechanical properties of sugar palm fibre reinforced high impact polystyrene composites, *Procedia Chemistry*. 4: 101–106 (2012).
- [11] **S. Nekkaa, K. Hosoi, T. Kawai et S. Kuroda**, Thermomechanical properties of the silanized-kenaf/polystyrene composites, *Express Polymer Letters*. 3: 657–664 (2009)
- [12] **N Haddaoui**, Effects of silane crosslinking on thermal and morphological properties of spartium junceumflour/high density polyethylene composites (2017).
- [13] **S. Ikhlef, S. Nekkaa, G. Melia et N. Haddaoui**, Les effets de la teneur en farine de *Spartium junceum* (SJ), du temps de traitement et de la température sur les propriétés mécaniques et rhéologiques du composite polyéthylène bas densité/farine de *Spartium junceum* (LDPE/SJ) (2017).
- [14] **G.Chidichimo , A. Aloise, A.D. Rango et F. Furgiuele**, Composites de polyuréthane (PU) avec des pourcentages élevés de fibres végétales naturelles *Spartium Junceum* en conjonction avec des polyéthylène glycols biodégradables (PEG). 37:3042–3049 (2016).
- [15] **S. Mishra, J. B. Naik**, Effect of treatment of maleic anhydride on mechanical properties of natural fiber: Polystyrene composites, *polymer-plastics Technology and Engineering*. 44: 663–675 (2005).
- [16] **M. Poletto, M. Zeni, A. J. Zattera**, Effects of wood flour addition and coupling agent content on mechanical properties of recycled polystyrene/wood flour composites, *Journal of thermoplastic composite materials*. 25: 821–833 (2011).
- [17] **D. Bachtiar, S. M. Sapuan, A. Khalina, E. S. Zainudin et K. Z. M. Dahlan**, Flexural and impact properties of chemically treated sugar palm fiber reinforced high impact polystyrene composites, *Fibers and Polymers*. 13: 894–898 (2012).
- [18] **K. C. C. Benini, H.J.C. Voorwald, M.O.H.Cioffi**, Mechanical properties of HIPS/sugarcane bagasse fiber composites after accelerated weathering (2010).

Chapitre IV

**Matériaux utilisés et
techniques expérimentales**

IV.1 Objectif

Le but de notre travail est l'élaboration et la caractérisation des composites de polystyrène choc(HIPS)/ fibres de Genêt d'Espagne (HIPS/GE) à différent taux de fibres (10,20 et 30 %). Nous nous sommes intéressés, particulièrement, aux problèmes d'adhésion à l'interface fibre naturelle/matrice polymérique. Le manque de compatibilité entre les fibres végétales et certains polymères, tient à la nature hydrophile des fibres végétales et au caractère plus hydrophobe de la matrice. Cette incompatibilité provoque une mauvaise dispersion des fibres et la formation d'un matériau hétérogène dont les propriétés mécaniques globales ne sont pas satisfaisantes. Afin d'améliorer l'adhésion à l'interface fibre/matrice, les fibres ont été modifiées par l'hydroxyde de sodium (NaOH) à une concentration de (0.5N). Nous avons étudié l'évolution des propriétés structurales, mécaniques, physiques et environnementales des composites (HIPS/GE) en fonction du taux de fibres et du traitement.

IV.2 Produits et matériaux utilisés

Le tableau IV.1 ci-dessous représente les produits utilisés pour accomplir le travail expérimental.

Tableau IV.1 Produits chimiques utilisés

Acide acétique	Toluène	Ethanol	Soude	HIPS
<ul style="list-style-type: none"> • Formule chimique : $C_2H_4O_2$ • Masse molaire : $M = 60,04 \text{ g/mol}$ • Densité (à 20°C) : $1,0480 \text{ à } 1,051 \text{ g/ml}$ • Point de cristallisation : $16,3 \text{ }^\circ\text{C}$ 	<ul style="list-style-type: none"> • Formule chimique : $C_6H_5CH_3$ • Masse molaire : $M = 92,14 \text{ g/mol}$ • Densité (à 20°C) : $0,866 \text{ g/ml}$ 	<ul style="list-style-type: none"> • Formule chimique : C_2H_6O • Masse molaire : $M = 46,07 \text{ g/mol}$ • Densité (à 20°C) : $0,805 \text{ à } 0,811 \text{ g/ml}$ 	<ul style="list-style-type: none"> • Formule chimique: $NaOH$ • Masse molaire : $M = 40 \text{ g/mol}$ • Densité (à 20°C) : $1,18 \text{ à } 1,21 \text{ g/ml}$ 	<ul style="list-style-type: none"> • Masse volumique : $\rho = 1,03 - 1,04 \text{ g.cm}^{-3}$

IV.3 Organigrammes de la partie expérimentale

Partie A : Préparation, traitement et caractérisation des fibres de Genêt d'Espagne (GE) non-traitée et traitée

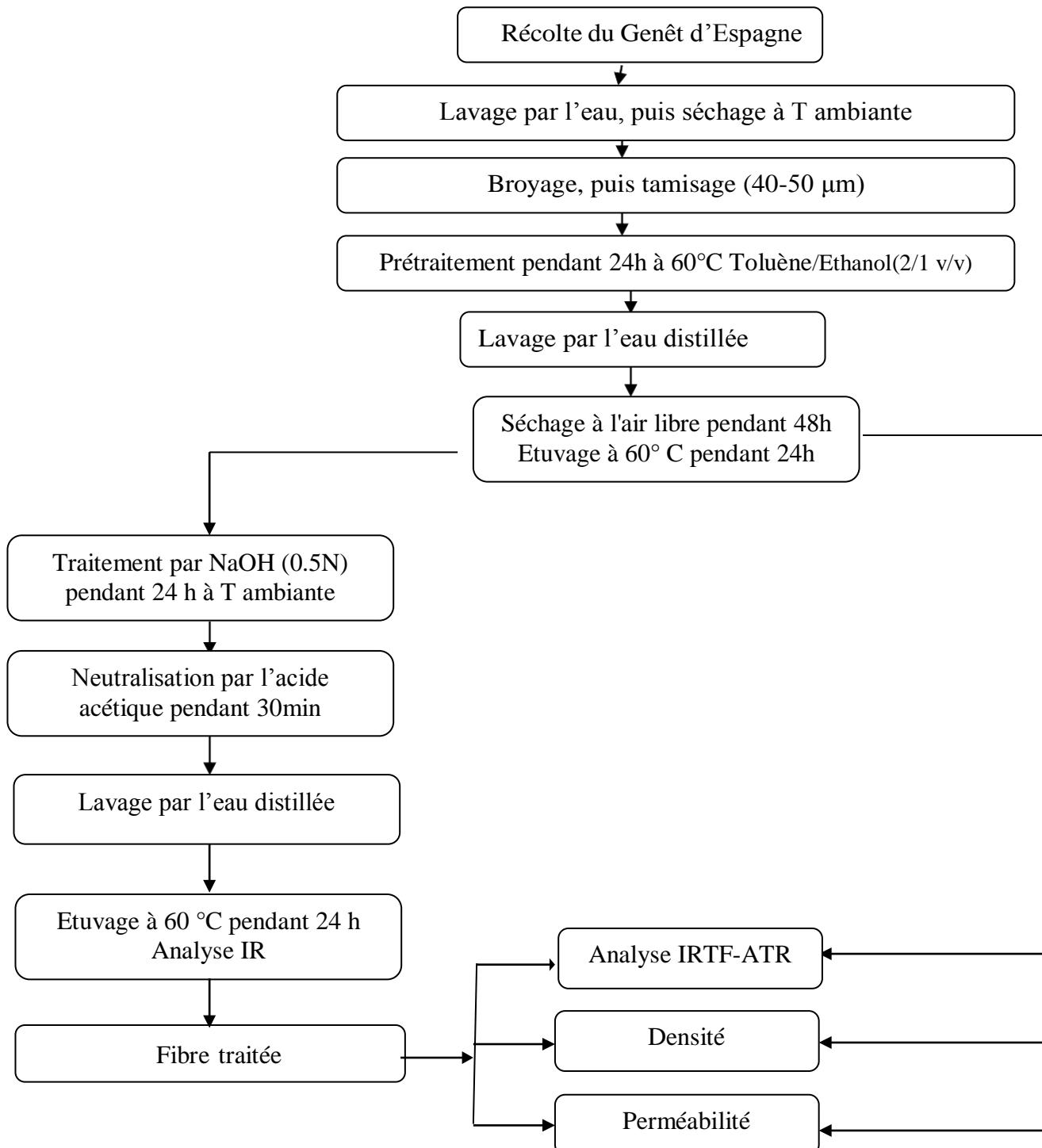


Figure IV.1 Organigramme de la préparation, traitement et caractérisation des fibres de Genêt d'Espagne (GE) non-traitée et traitée

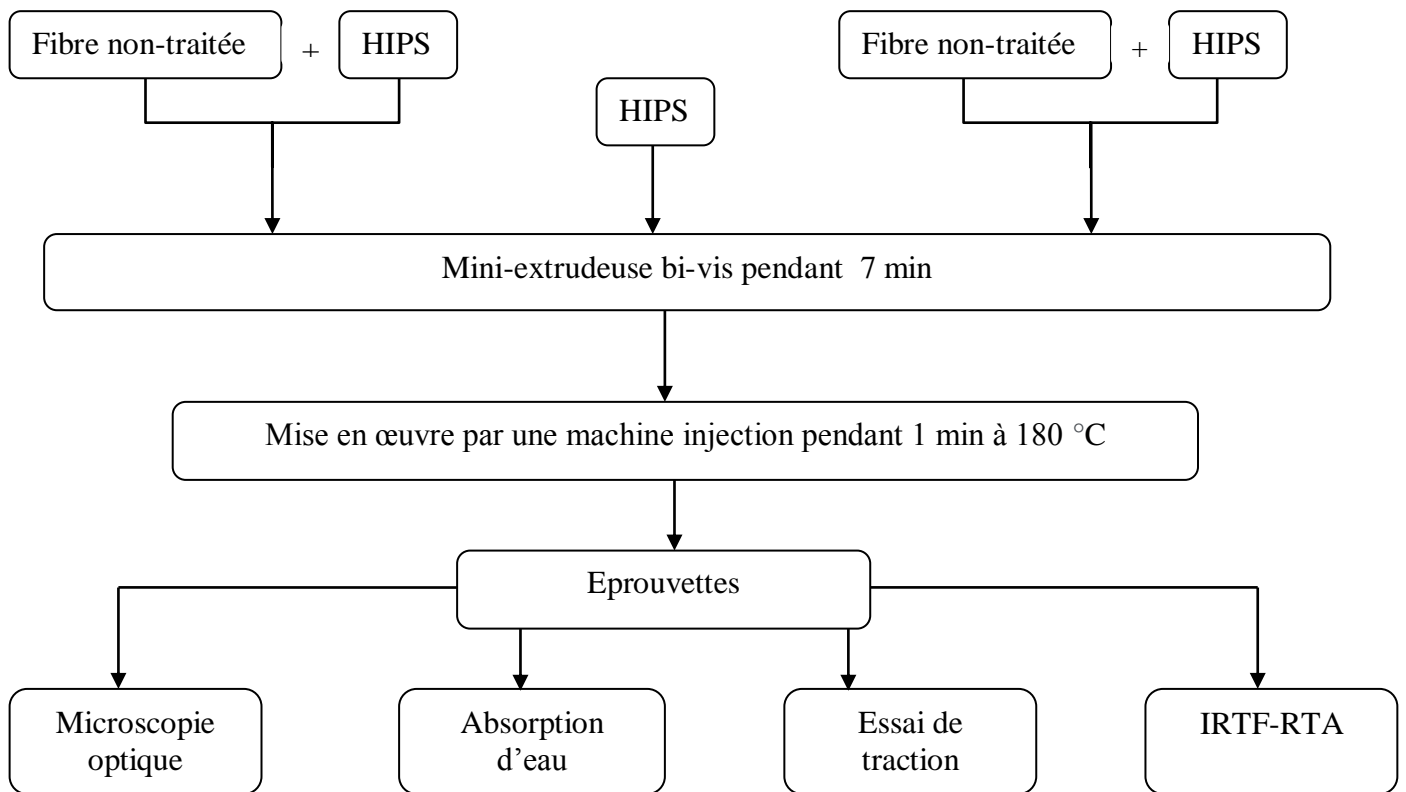
Partie B: Préparation et caractérisations de HIPS vierge, et ses composites (HIPS/GE)

Figure IV.2 Organigramme de la préparation et la caractérisation du HIPS vierge, et ses composites (HIPS/GE)

IV.4 Mise en œuvre des matériaux

IV.4.1 Préparation des fibres de Genêt d'Espagne

IV.4.1.1 Récolte de l'arbuste de Genêt d'Espagne

La récolte pour la production de fibres s'effectue entre le début et la fin de fleuraison afin d'obtenir la meilleure qualité de fibre. La récolte a été faite au niveau de la région de Sétif, commune Ain Roua.

IV.4.1.2 Lavage du GE

Après la récolte, les tiges du Genêt d'Espagne ont été lavées par l'eau.

IV.4.1.3 Séchage et broyage du GE

Les tiges lavées ont été laissées à l'air libre durant sept jours pour réduire le taux d'humidité. Ensuite, elles ont été coupées en petit morceau, étuvées à une température de

60°C pendant 24 heures, enfin elles ont subi un broyage mécanique à l'aide d'un broyeur de type Brabender.

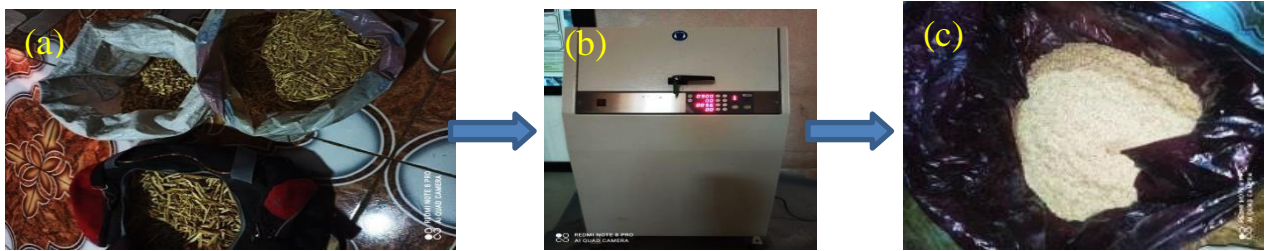


Figure IV.3 Photos montrant : (a) La fibre de Genêt d'Espagne, (b) Le broyeur, (c) La farine de Genêt d'Espagne

IV.4.1.4 Tamisage des fibres de GE

Pour avoir les mêmes dimensions (40-50 μm), les tiges broyées ont été tamisées en utilisant un tamis selon la norme ISO 3310. La marque de la tamiseuse est Restesch, modèle AS 200. La granulométrie finale de la fibre obtenue est comprise entre 40 et 50 μm .



Figure IV.4 Photos montrant : (a) La farine de Genêt d'Espagne, (b) La tamiseuse, (c) La poudre de Genêt d'Espagne

IV.4.2 Prétraitement de la fibre de GE

Avant le traitement, la farine a subi un prétraitement par lavage dans une solution de Toluène/Ethanol (2/1 v/v), (300/150 ml) avec agitation pendant 24 heures à la température ambiante [1]. La farine récupérée a été lavée avec l'eau distillée, puis séchée dans une étuve à 60 °C pendant 48 heures.

IV.4.3 Modification de la fibre de GE

IV.4.3.1 Traitement alcalin

La fibre obtenue a été immergée dans une solution de NaOH à une concentration de (0.5N) pendant 24 heures à la température ambiante. Après le traitement, un lavage de la fibre par l'eau distillée a été effectué plusieurs fois. Les traces de NaOH sont neutralisées par une solution aqueuse à 2% d'acide acétique pendant 30 min à la température ambiante, ensuite la fibre est rincée plusieurs fois par de l'eau distillée. Enfin la fibre a été séchée dans une étuve à 70°C pendant 12 heures.

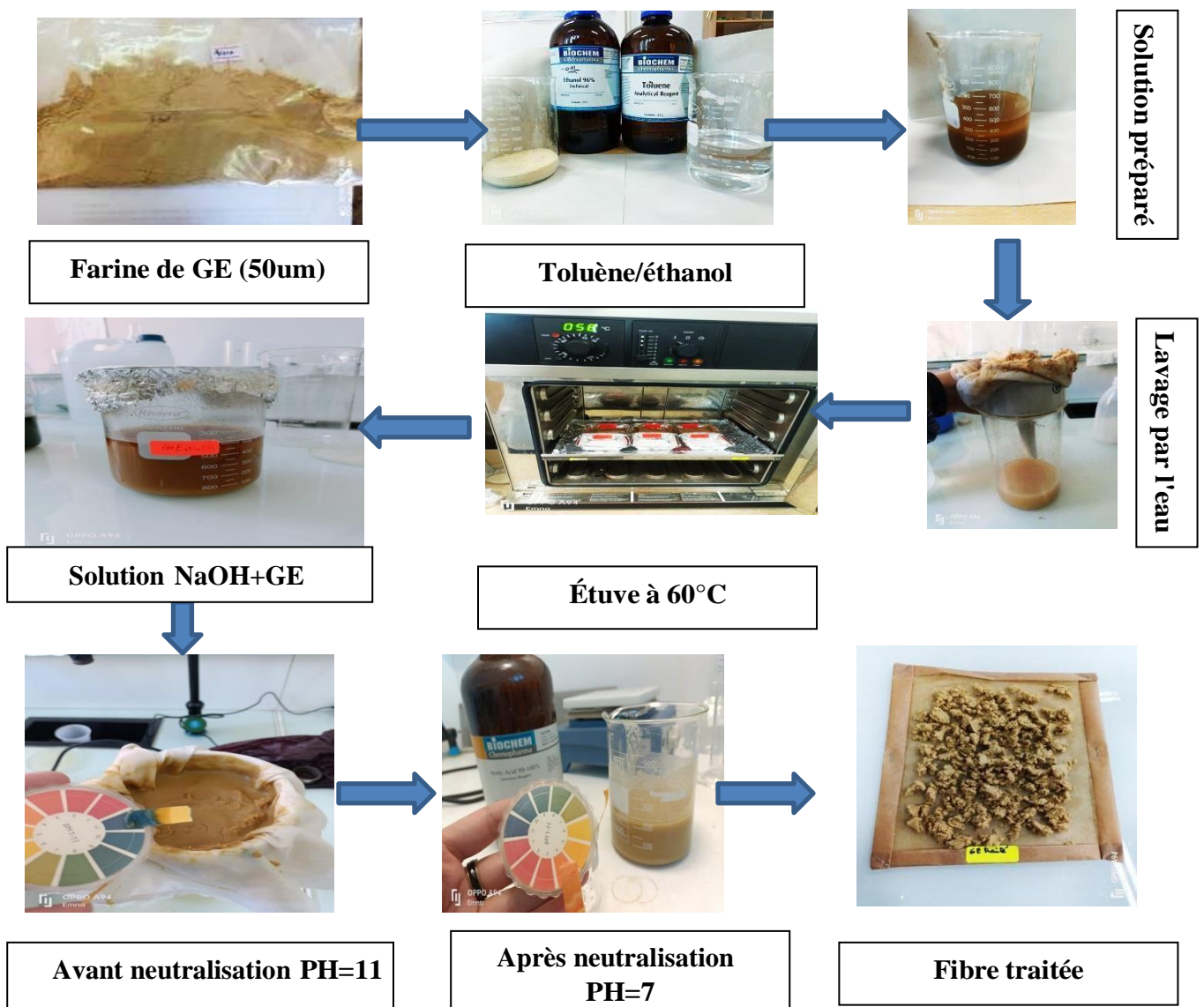


Figure IV.5 Approche méthodologique du traitement alcalin des fibres de GE

IV.4.4 Le rôle du prétraitements et du traitement chimique

Une des difficultés de la fabrication des composites est de créer une bonne adhésion entre les fibres et la matrice. La nature hydrophile des fibres végétales est à l'origine du manque de compatibilité avec la matrice hydrophobe. Cette incompatibilité provoque une mauvaise dispersion des fibres dans la matrice et la formation d'un matériau hétérogène. Le rôle des traitements chimiques est de modifier la surface des fibres, amélioration du mouillage des fibres par la matrice et de la liaison interraciales.

IV.4.5 Préparation des composites

Au cours de notre étude, les matériaux composites ont été fabriqués à partir de polystyrène choc (HIPS) renforcé par la farine de genêt d'Espagne (traité et non traité). Les mélanges à différentes proportions massiques (10 à 30 %) ont été soigneusement préparés par pesée et placés dans une étuve à 60°C pendant une heure.

IV.4.6 Préparation des éprouvettes

Dans ce travail les formulations sont préparées avec une mini-extrudeuse qui se trouve au niveau du laboratoire des matériaux organiques à l'université de Bejaia, pour les conditions de travail la température est fixée à 180 °C avec une vitesse de rotation 50 tr /min et un temps de séjour de 7 min. Ensuite ce dernier est mis en forme à l'aide d'une machine injection dans les mêmes conditions pour un produit final on éprouvette d'une Norme ISO 527-1 pour les tests mécaniques.

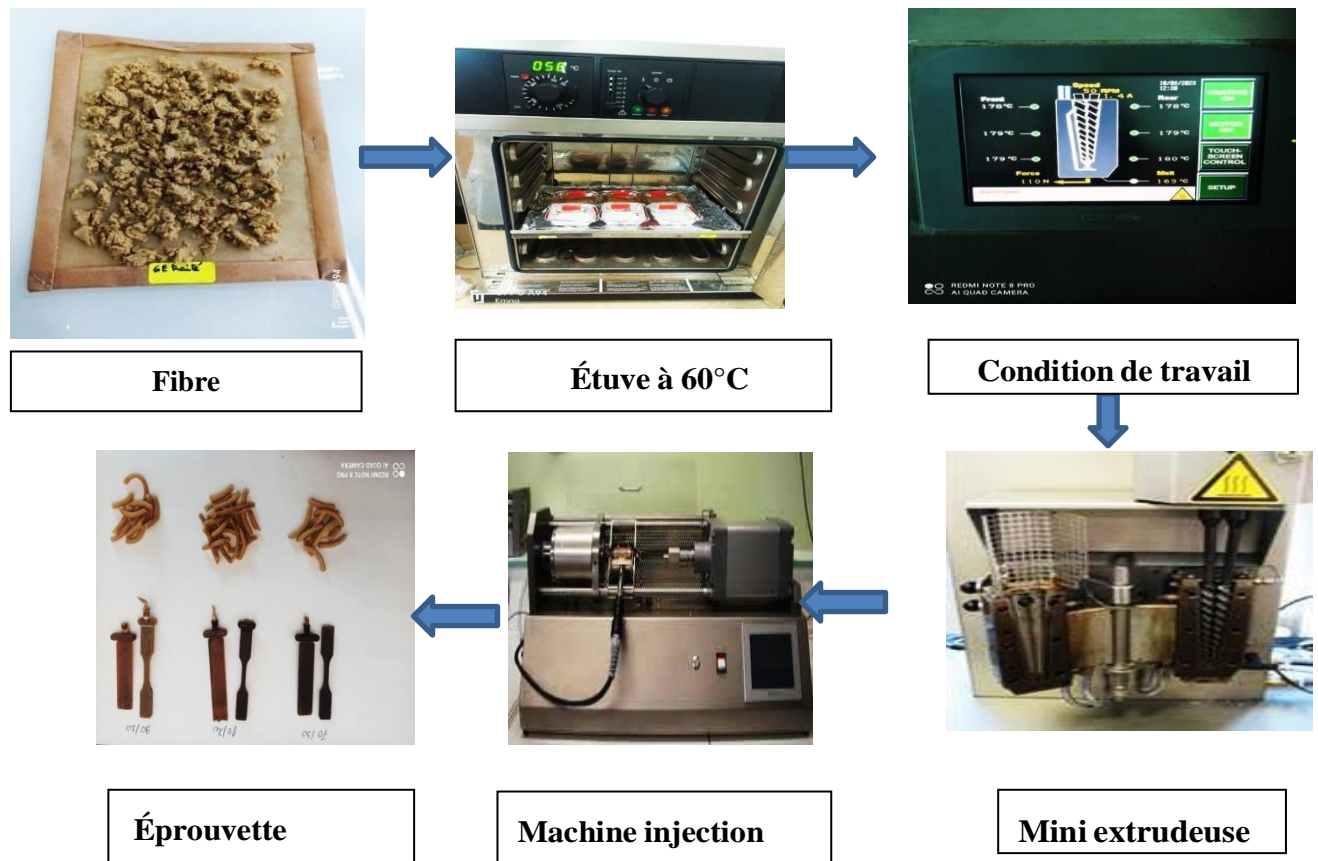


Figure IV.6 Approche méthodologique de la préparation des composites (HIPS/GE)

IV.5 Techniques expérimentales

Les différentes techniques expérimentales utilisées dans ce travail sont :

- Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF-ATR).
- L'essai mécanique (traction).
- Mesure de la densité.
- Microscopie optique.
- Perméabilité.
- Taux d'absorption d'eau.

IV.5.1 Appareil de spectroscopie infrarouge à transformée de fourier (IRTF) en mode réflectance totale atténuée (RTA)

Dans la spectroscopie (IRTF-RTA), un échantillon est pressé contre un cristal à indice de réfraction élevé, tel que le diamant, le germanium ou le zinc sélénium. La lumière infrarouge est couplée dans le cristal à un angle d'incidence supérieur à l'angle critique, ce qui permet à une partie de la lumière d'être réfléchi à l'intérieur du cristal selon le phénomène de réflexion totale interne. La profondeur de pénétration de la lumière dans l'échantillon est généralement de quelques micromètres à quelques dizaines de micromètres, en fonction des propriétés du cristal et de l'indice de réfraction des matériaux [1]. L'avantage de la spectroscopie (IRTF-RTA) est qu'elle permet l'analyse directe d'échantillons sans préparation spécifique, telle que la création de pastilles ou de films minces. Elle offre une méthode rapide et pratique pour obtenir des informations sur les liaisons chimiques, les fonctionnalités moléculaires et les groupes fonctionnels présents dans l'échantillon.



Figure IV.7 Appareil de la spectroscopie infrarouge à transformée de fourier (IRTF) en mode réflectance totale atténuée (RTA)

IV.5.2 Essais mécaniques de traction

Le principe de l'essai consiste à étirer une éprouvette le long de son axe principal à une vitesse constante (3 mm/min) à la température ambiante jusqu'à sa rupture ou jusqu'à ce que la contrainte (charge) ou la déformation (allongement). La charge supportée par l'éprouvette et son allongement sont mesurés pendant l'essai [2].

Les éprouvettes sont découpées au niveau du laboratoire des matériaux polymériques multiphasiques (LMPMP) (UFA), et les essais de traction ont été effectués

selon la norme ISO 527-2 sur une machine de la marque Zwick-Roell-1KN au niveau du laboratoire de Sétif.

Les propriétés en traction (module d'élasticité E , contrainte à la rupture σ_r , déformation à la rupture ε_r) sont évaluées à partir des courbes contrainte-déformation.

Le module d'élasticité s'exprime comme suit [2]:

E : Module d'élasticité ; σ : Contrainte (N/m^2); ε : Allongement.

$$E = \sigma / \varepsilon \text{ (N/mm}^2\text{)} \dots\dots\dots \text{(IV.1)}$$

La contrainte à la rupture est donnée par l'expression suivante :

$$\sigma = F / S \text{ (N / mm}^2\text{)} \dots\dots\dots \text{(IV.2)}$$

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

S : Section initiale (m^2).

L'allongement à la rupture est indiqué en pourcentage sous la forme suivante:

$$\varepsilon_r = \Delta l / l_0 \text{ (\%)} \dots\dots\dots \text{(IV.3)}$$

$\Delta l = l - l_0$: Déformation à la rupture;

l_0 : Longueur initiale de l'éprouvette;

l : Longueur finale de l'éprouvette.



Figure IV.8 Photo de la machine utilisée pour la réalisation de l'essai de traction

IV.5.3 Mesure de la densité des fibres de GE non-traitées et traitées

La détermination de la densité a été effectuée par la méthode pycnomètre selon la norme EN ISO 1675, exprimée par la relation (IV.1) :

$$d_{ech} = \frac{m_1}{m_2 + m_1 - m_3} \times d_{liq} \dots \dots \dots (IV. 4)$$

d_{ech} : la densité de l'échantillon;

m_1 : la masse du pycnomètre vide;

m_2 : la masse de pycnomètre plein de liquide (L'eau distillée);

m_3 : la masse du pycnomètre plein de liquide avec l'échantillon immergé ;

d_{liq} : la densité du liquide utilisé (L'eau) ;

IV.5.4 Caractérisation de surface par microscopie optique

L'observation par microscopie optique de la fibre de Genêt d'Espagne non traitée et traitée/HIPS, nous permet de visualiser la surface de cette herbe. Elle permet également de distinguer l'effet du traitement. Les observations sont effectuées à l'aide d'un microscope optique Karl Zciss Axiovert 40 Mat à agrandissements 40 fois [3].



Figure IV.9 Photo du microscope optique utilisée

IV.5.5 Essais d'absorption d'eau

Toutes les éprouvettes ont été séchées durant 24h dans une étuve 70°C et laissées refroidir jusqu'à la température ambiante dans un dessiccateur avant de les peser à 0,1 mg près. Cette opération a été répétée jusqu'à ce que la masse des éprouvettes soit constante (masse m_1) à $\pm 0,1$ mg. Ensuite les éprouvettes ont été placées dans un bécher contenant de l'eau distillée maintenue à température ambiante [4].

Après une immersion pendant un temps bien précis, les éprouvettes ont été retirées hors de l'eau et essuyées de toute eau superficielle qui les recouvre, à l'aide d'un linge propre et sec. Chaque éprouvette a été pesée de nouveau dans la minute qui suit leur retrait de l'eau (masse m_2). Pour déterminer la saturation en eau, les éprouvettes ont été immergées et pesées de nouveau au bout d'un temps définis, la norme utilisée est EN ISO 62 : 1999 [4].

Calcul du pourcentage en masse d'eau absorbée :

Pour chaque éprouvette, on a calculé la variation relative de masse M (%) en pourcentage en masse, par rapport à la masse initiale, à l'aide de la formule appropriée

$$M(\%) = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100 \dots \dots \dots (IV.5)$$

M : la variation relative de masse (%)

m_1 : la masse des éprouvettes après absorption d'eau (g)

m_2 : la masse des éprouvettes d'eau absorbée (g)

Références

- [1] **M. Rokbi, H. Osmani, A. Imad et N. Benseddiq**, « Effect of chemical treatment on flexure properties of natural fiber-reinforced polyester composite ». *Procedia Engineering*.10: 2092–2097 (2011).
- [2] **ISO**, « Détermination de la résistance à la traction ». EN ISO 527-2:2000 F, Belgique. 3-4 (2000).
- [3] **J. L. Gardette**, « Caractérisation des polymères par spectrométrie optique ». *Techniques de l'Ingénieur Paris*. 271 : 1-17 (1996).
- [4] **D. Sedan**, « Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de Chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite ». Thèse de doctorat d'Etat, Faculté des Sciences et Techniques, Université de Limoges France. 128 (2007).

Chapitre V

Résultats et discussions

V.1 Caractérisation de la fibre de Genêt d'Espagne non-traitée et traitée

V.1.1 Analyse par spectroscopie infrarouge

Afin d'étudier les changements de la structure de la fibre de Genêt d'Espagne résultant des traitements effectués, on a réalisé une analyse par spectroscopie infrarouge à réluctance totale atténuée (IRTF-RTA). Les spectres des fibres traitées et non traitées sont représentés sur la figure (V.1).

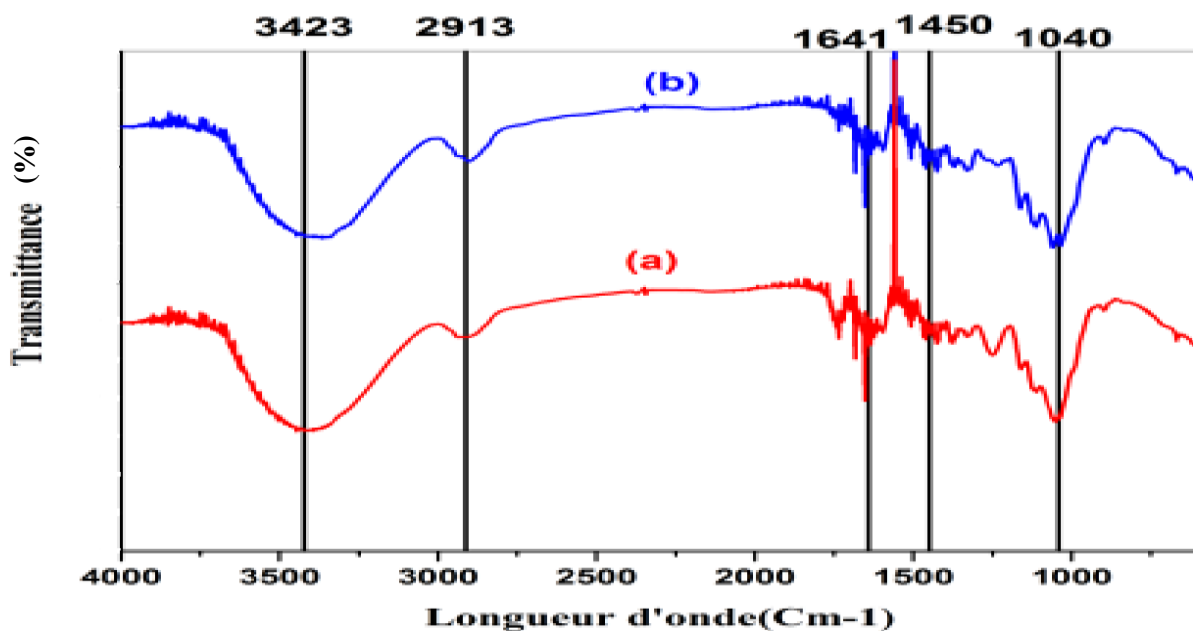


Figure V.1 Spectres IRTF-RTA des fibres de GE : (a) non-traitées, (b) traitées par NaOH

- Une bande à 3423cm^{-1} correspond à la vibration d'élongation groupements hydroxyle OH dans le spectre.

- Un pic à 2913 cm^{-1} attribués respectivement, aux vibrations d'élongation asymétrique du groupement CH_2 .

- Une bande à 1732 cm^{-1} associé à la vibration d'élongation des groupements carbonyles ($\text{C}=\text{O}$) dans le spectre de la fibre non-traitée.

- Un pic d'absorption d'une intensité forte à 1641 cm^{-1} correspond à la vibration d'élongation du groupe $\text{C}=\text{C}$ (alcène).

- Un pic d'absorption d'une intensité variable à 1450 cm^{-1} correspond à la vibration d'élongation du groupe $\text{C}=\text{C}$ (aromatique).

- Une bande à 1241 cm⁻¹ assigné à la vibration d'élongation des groupements éthers (C-O-C) dans le spectre fibre non-traitée.

- Une bande d'absorption d'une intensité variable à 1040 cm⁻¹ correspond à la vibration d'élongation du groupe C-O (alcool primaire).

On conclue donc que la structure de la fibre a bien changé (modifié) après le traitement.

V.1.2 Résultats de la mesure de la densité

La détermination de la densité a été effectuée par la méthode pycnomètre :

La première étape est de pesée le pycnomètre vide, ensuite pesée le pycnomètre plein de liquide (l'eau distillée), le pycnomètre plein de liquide et d'échantillon non traité, après pesée le pycnomètre plein de liquide et d'échantillon traité.

Tableau V.1 Les différents masses prélevées (g)

m1	m2	m3 GE.NT	m3 GE.T
16.359	25.923	26.071	42.362

➤ Densité de la fibre non-traitée

$$dech = \frac{16.359}{25.923 + 16.359 - 26.071} \times 1 = 1.009$$

➤ Densité de la fibre traitée

$$dech = \frac{16.359}{25.923 + 16.359 - 42.362} \times 1 = 1.320$$

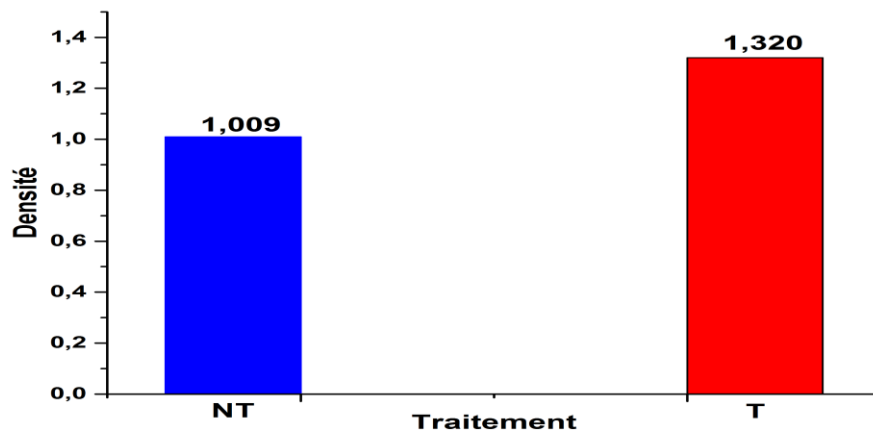


Figure V.2 Variation de la densité des fibres GE traitée (GE.T) et non-traitée (GE.NT)

L'effet du traitement de la fibre de GE sur sa densité est représenté sur la Figure V.9. D'après cette figure on peut dire que les traitements par NaOH augmentent la densité. Ceci est dû à l'effet du traitement alcalin qui permet d'éliminer les constituants pariétaux tels que les lignines, les pectines et les substances cireuses qui recouvrent la surface externe de la paroi cellulaire de la fibre.

Ceci permet un rapprochement des micros fibrilles de cellulose conduisant à une meilleure compacité et à une augmentation de la densité. Par contre, dans le cas du traitement par le silane seul, il n'y a pas d'effet sur la densité.

V.1.3 Résultat du test de perméabilité

La figure suivante montre l'étalement de la fibre de genêt d'Espagne traité et non traité sur l'eau distillée.



Figure V.3 Image de l'étalement des fibres GE sur l'eau distillée

D'après les observations les remarques sont comme suite :

- La fibre de Genêt d'Espagne traitée est bien regroupée au centre est forme un mauvais étalement sur la surface de l'eau distillé. C'est à dire le traitement alcalin importe à la fibre une bonne résistance à la perméabilité à l'eau (pas de dispersion dans cette dernier).
- La fibre de Genêt d'Espagne non traité est moins regroupée par rapport à la fibre traitée. On remarque un bon étalement sur la surface de l'eau distillé. C'est à dire la perméabilité à l'eau est à augmenter (une grande dispersion dans cette dernier).

V.2 Caractérisation du HIPS vierge et ses composites HIPS/GE par analyse IRTF-RTA

V.2.1 Analyse par spectroscopie infrarouge

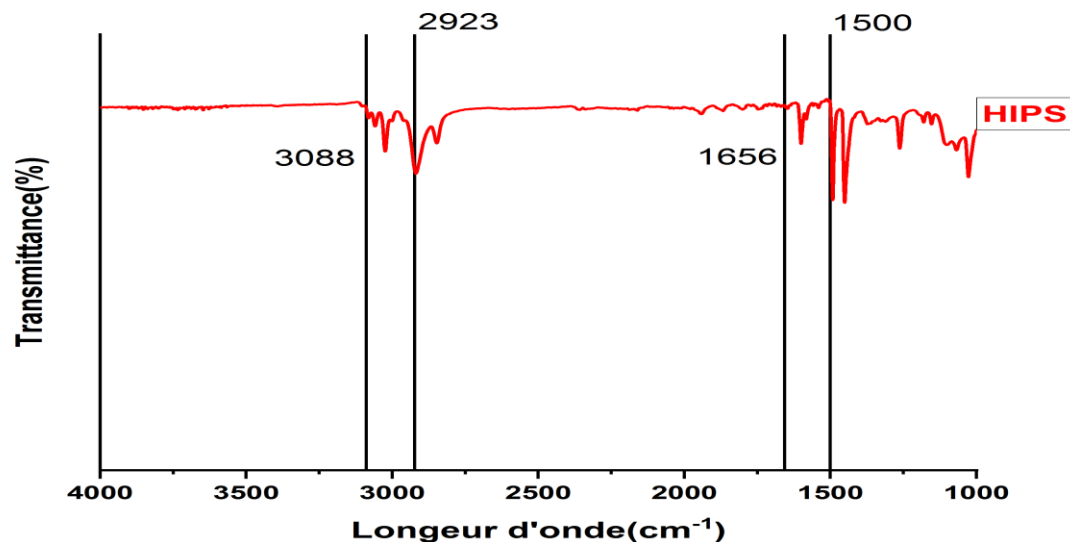


Figure V.4 Spectre IRTF-RTA du HIPS vierge

- Un pic d'absorption de variable intensité vers 3088cm⁻¹ correspond à la vibration d'élongation groupements C-H (aromatique).
- Un pic d'absorption d'intensité forte à 2923 cm⁻¹ attribuées respectivement, aux vibrations d'élongation asymétrique du groupement CH₂.

- Un pic d'absorption d'une intensité moyenne à 1656 cm^{-1} correspond à la vibration d'élongation du groupe C=C (alcène).
- Un pic d'absorption d'une intensité intense à 1500 cm^{-1} correspond à la vibration d'élongation du groupe C-NO₂ (nitro aromatique).

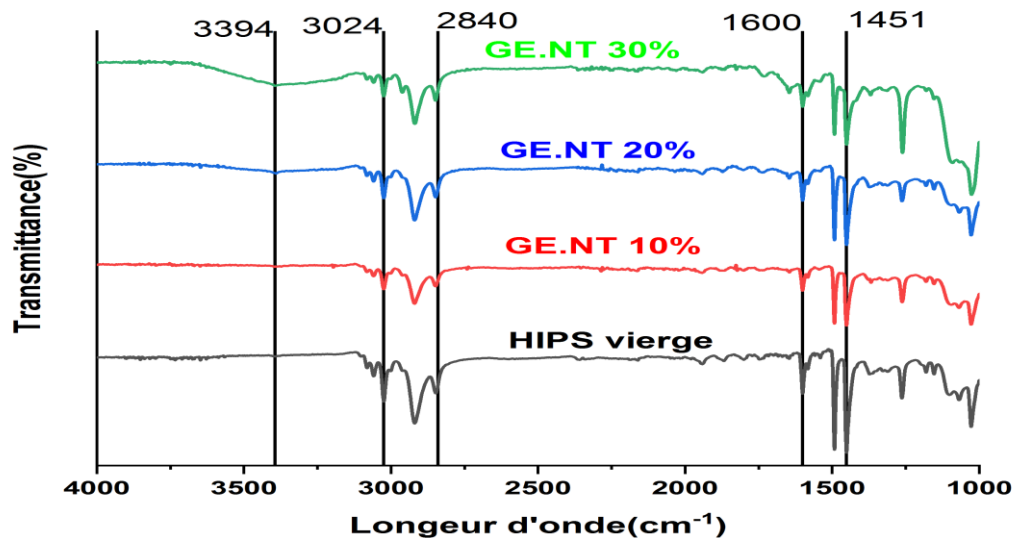


Figure V.5 Spectres IRTF-RTA des composites HIPS/GE non-traités

- Une bande à 3394 cm^{-1} correspond à la vibration des groupements hydroxyle OH dans le spectre 30%.
- La présence d'une bande à 3024 cm^{-1} attribuée respectivement, aux vibrations d'élongation du groupement C-H (vinyle) dans les tous spectres.
- La présence d'une bande à 2848 cm^{-1} attribuée respectivement aux vibrations d'élongation asymétrique et symétrique du groupement C-H (CH₃ alcanes) dans les tous spectres.
- Un pic de variable intensité à 1600 cm^{-1} attribué à la vibration d'élongation de groupe C=C (aromatique) dans les tous spectres.
- Un pic de variable intensité à 1451 cm^{-1} attribué à la vibration d'élongation du groupe C=C (aromatique) dans les tous spectres.

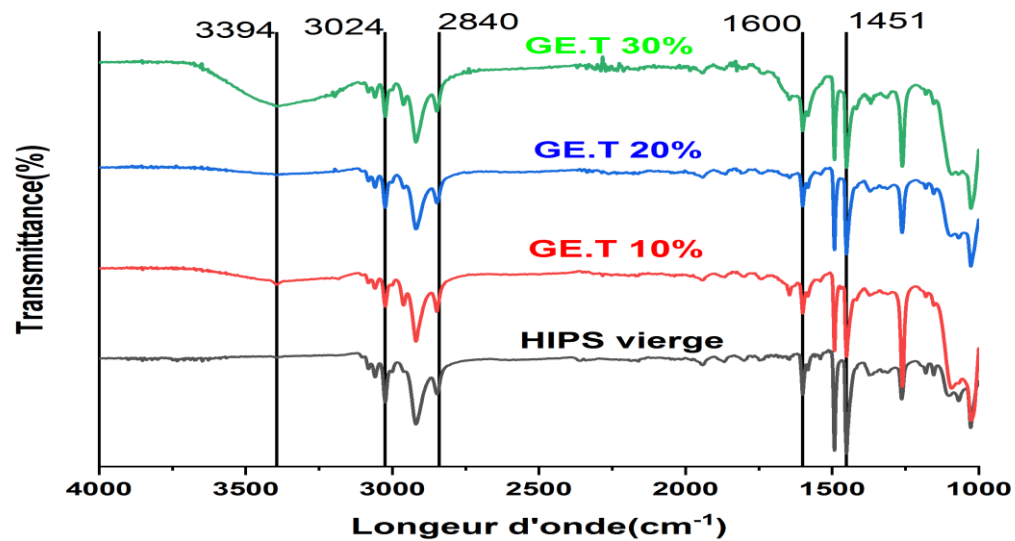


Figure V.6 Spectres IRTF-RTA des composites HIPS/GE traités

- Une bande à 3394 cm^{-1} correspond à la vibration des groupements hydroxyle OH dans les tous spectres.
- La présence d'une bande à 3024 cm^{-1} attribuée respectivement, aux vibrations d'élongation du groupement C-H (vinyle) dans les tous spectres.
- La présence d'une bande à 2848 cm^{-1} attribuée respectivement aux vibrations d'élongation asymétrique et symétrique du groupement C-H (CH_3 alcanes) dans les tous spectres
- Un pic de variable intensité à 1600 cm^{-1} attribué à la vibration d'élongation de groupe C=C (aromatique) dans les tous spectres.
- Un pic de variable intensité à 1451 cm^{-1} attribué à la vibration d'élongation du groupe C=C (aromatique) dans les tous spectres.

V.2.2 Résultats de l'essai mécanique de traction

Les résultats obtenus de l'essai de traction sur les éprouvettes (HIPS vierge) ; (HIPS/ genet d'Espagne traitée) et (HIPS/genet d'Espagne non traitée) sont présentés par les courbes de contrainte-déformation.

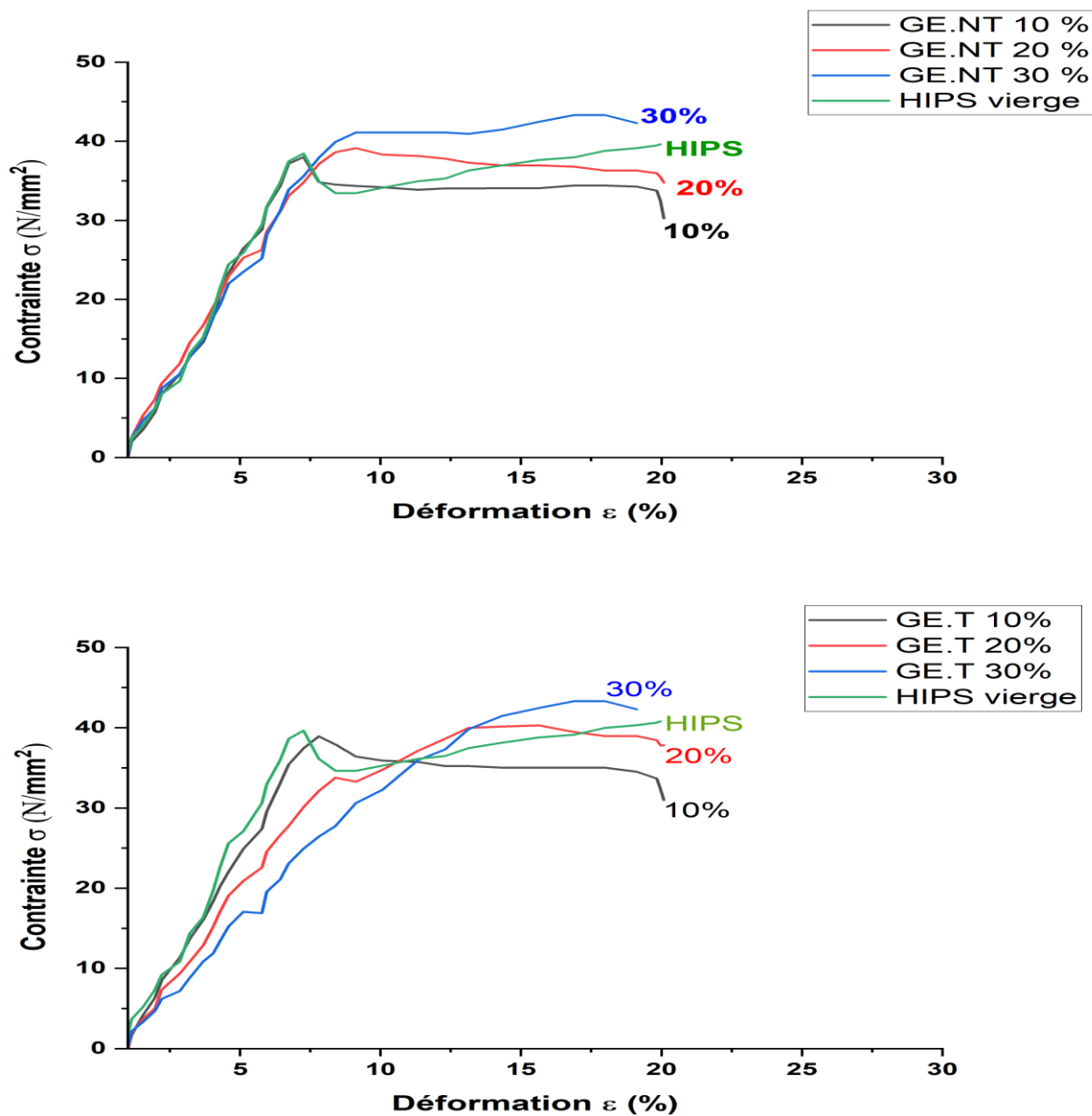


Figure V.7 Courbes type de contrainte – déformation de l’essai de traction du HIPS vierge, et de ces composites HIPS/GE non-traitées et HIPS/GE traitées

Les résultats des propriétés mécaniques obtenues par essai de traction sur des éprouvettes en HIPS vierge ; HIPS/Genet d'Espagne traitée et HIPS/Genet d'Espagne non-traitée sont présentés dans le tableau V.2

Tableau V.2 Propriétés mécaniques du HIPS vierge, HIPS/GE.T et HIPS/GE.NT

Matériaux	Module d'élasticité E (N/mm ²)	Contrainte (N/mm ²)	Déformation ϵ (%)
HIPS vierge	60,98	37,00	19,00
HIPS/GE.T 90/10	166,05	36,00	18,38
HIPS/GE.T 80/20	374,01	32,00	09,85
HIPS/GE.T 70/30	565,78	15,00	07,51
HIPS/GE.NT 90/10	117,62	35,00	24,69
HIPS/GE.NT 80/20	319,00	37,00	10,16
HIPS/GE.NT 70/30	447,11	40,10	08,64

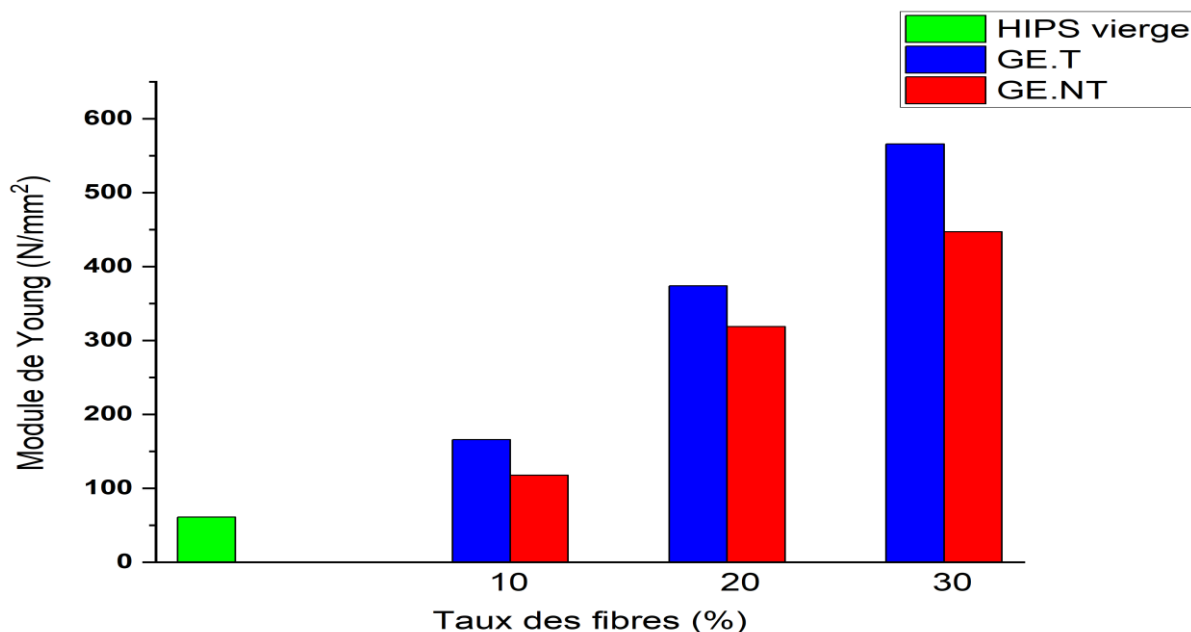


Figure V.8 Influence du taux des fibres GE sur le module de Young

✚ D'après les résultats obtenus de tableaux (v.1) et la figure (v.8, v.9). Nous remarquons que l'introduction de la farine du genêt d'Espagne traitée et non traitée dans la matrice polystyrène choc augmente la rigidité du matériau. Autrement dit le module d'élasticité E augmente de $60.98 \text{ (N/mm}^2\text{)}$ pour le HIPS vierge pour atteindre les valeurs de 117.62 , 319 et $447.11 \text{ (N/mm}^2\text{)}$ pour les composites contenant $10 - 20$ et 30% de GE non traitée et 166.05 , 347.01 et $565.78 \text{ (N/mm}^2\text{)}$ pour les composites contenant $10 - 20$ et 30% de GE traitée.

✚ Cette augmentation signifie que la fibre a emporté à notre matrice un renforcement structurel pour supporter des charges mécaniques élevée et aussi on observe que le traitement alcalin à importer beaucoup plus de cette augmentation.

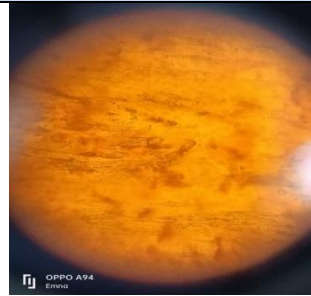
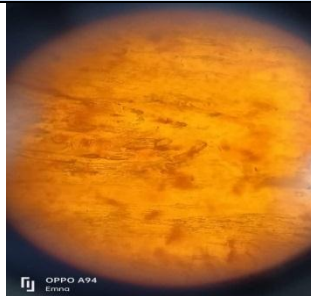

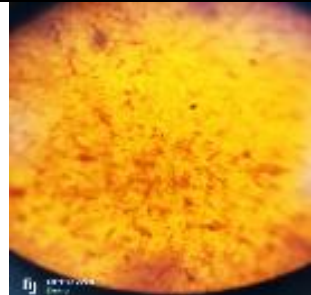
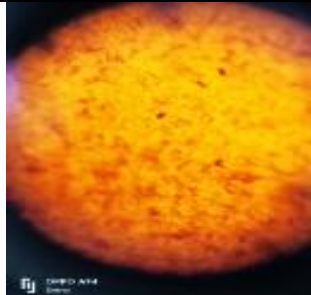

✚ Pour l'évolution de la résistance à la rupture des composites non traités et traités On remarque une diminution de la contrainte à la rupture des composites chargés avec les fibres du GE non traités comparé au HIPS chargé et non chargé. Cette baisse est évaluée pour les formulations F.NT 10, F.NT 20, F.NT 30 et F.T 10, F.T 20, respectivement sauf la formulation F.T 30.

✚ Enfin, pour l'évolution de la Déformation des composites non traités et traités On remarque une diminution pour toutes les formulations par rapport aux HIPS vierge Cette diminution augmente au fur et à mesure que le taux de la farine augmente. Ces résultats sont prévisibles et sont en accord avec beaucoup de travaux.

V.2.3 Analyse morphologique par microscopie optique

L'Analyse morphologique avec une microscopie optique des composites HIPS/GE avant est après traitement chimique de la fibre avec un grossissement ($\times 40$) est représentée dans le Tableau suivant.

Tableau V.3 Images des surfaces des composites HIPS/GE.T et HIPS/GE.NT

	10%	20%	30%
Composites HIPS/GE avant le traitement			
Composites HIPS/GE après le traitement			

✚ Fibre non traité

Les composites sans traitement de la fibre présente une surface rugueuse avec des amas de matière (pectine, hémicellulose, cellulose, lignine ...), une mauvaise adhésion entre la fibre dans la matrice, et la dispersion est moins abouti.

✚ Fibre traité

Après traitement avec le NaOH. Il a été remarqué sur les photographies une modification de la surface avec une apparence plus lisse après l'extraction de l'hémicellulose et aussi une partie de la cellulose.

L'analyse de surface avec un microscope optique est une première approche simple d'utilisation pour avoir une idée sur l'état de surface des fibres, cette analyse doit être complétée et les constatations confirmées avec une analyse de surface avec microscope à balayage électronique (MEB).

V.2.4 Résultats du test du taux d'absorption d'eau

Les résultats obtenus de test taux d'absorption d'eau sur les éprouvettes (HIPS vierge), (HIPS/Genet d'Espagne traitée), et (HIPS/Genet d'Espagne non-traitée) sont présentés par la courbe de taux d'absorption-temps.

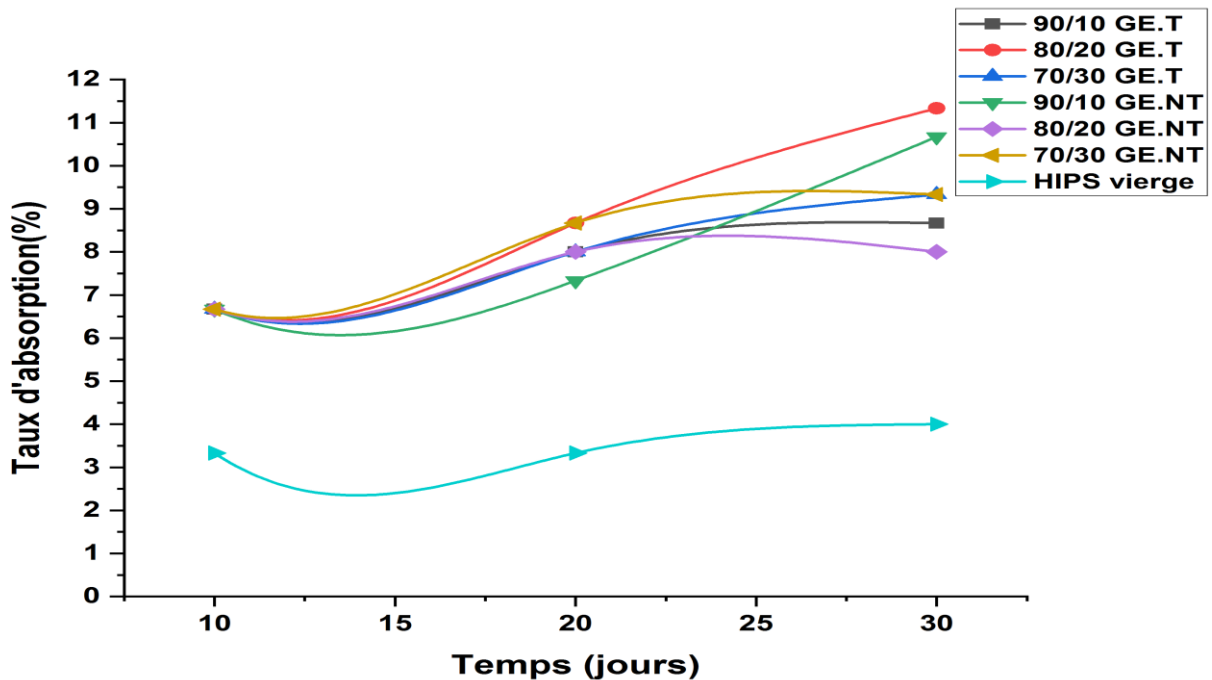


Figure V.9 Résultats du taux d'absorption d'eau en fonction du temps du HIPS, et de ces composites HIPS/GE non-traités et HIPS/GE traités

La Figure V.9 montre l'évolution du taux d'absorption d'eau des matériaux élaborés jusqu'à la saturation en fonction du temps. Les courbes d'absorption présentent une augmentation linéaire de la masse puis une saturation. La condition de saturation a été observée après 30 jours.

Ces résultats montrent clairement que le taux d'absorption d'eau des composites augmente avec l'augmentation du taux de fibres par rapport au HIPS vierge ce dernier présente un taux minimal d'absorption d'eau de 4%. L'augmentation du taux d'absorption des bio-composites est très majoritairement liée au caractère hydrophile de fibre de Genet d'Espagne, cette affinité avec l'eau est due à la création de liaison hydrogène de type Van der Waals entre le renfort et l'eau.

On observe aussi une diminution dans le taux d'absorption dans les composites de 10% et 30% avec la fibre traitée que dans les autres composites avec la fibre non traitée

ce comportement est due au traitement d'alcalin, ceci est due à une diminution des groupements hydroxyle qui réagissent suivant la réaction suivant :



La stabilité du taux d'absorption signifier une saturation de notre renfort.

Chapitre VI

Conclusions et perspectives

Les déchets des D.E.E.E. deviennent une menace majeure pour l'environnement, du fait de leurs croissances récentes liées à l'évolution rapide de ces équipements. L'objectif de ce mémoire est d'élaborer et caractériser un nouveau matériau bio-composite à base de déchets polystyrène choc (HIPS) issus d'équipements électriques et électroniques (D.E.E.E.) renforcé par des fibres végétales de Genêt d'Espagne afin de réduire le problème de l'accumulation de ces déchets dans l'environnement.

Les caractérisations des composites élaborés (HIPS/GE) : Les propriétés mécaniques, morphologiques, structurales, et physiques des composites HIPS/GE ont été évaluées en fonction du taux de fibres et du traitement.

La composition chimique des fibres de Genêt d'Espagne montre que la cellulose et l'hémicellulose sont les constituants principaux dans le Genêt d'Espagne par un ordre de 45.5 et 33.5% respectivement.

Les résultats obtenus par spectroscopie infrarouge ont montré que la structure de la fibre de Genêt d'Espagne a changé après le processus de traitement.

Les résultats de la densité de la fibre de Genêt d'Espagne ont montré que le traitement alcalin a influencé la valeur. Ceci permet un rapprochement des micro-fibrilles de cellulose conduisant à une meilleure compacité et une augmentation de la densité. Ceci a été confirmé par des observations par microscope optique de la fibre de Genêt d'Espagne avant et après les processus des traitements.

L'étude des propriétés mécaniques de nos composites a montré que la résistance à la traction, la contrainte et la déformation à la rupture diminuent avec l'augmentation du taux de fibre (GE), alors que le module d'élasticité croît progressivement. Par ailleurs, une certaine amélioration des propriétés mécaniques des composites après la modification des fibres a été observée. Ceci confirme une amélioration de l'adhésion entre la matrice polymérique (HIPS) et les fibres GE traitées. La perméabilité des fibres GE a diminué après le traitement chimique qui a aussi contribué à la bonne dispersion des fibres GE dans le HIPS.

Le taux d'absorption d'eau dépend du temps et du taux de fibres de Genêt d'Espagne dans le matériau composite (HIPS/GE). Le traitement des fibres a contribué à une diminution du taux d'absorption d'eau. Les résultats obtenus ont montré aussi une diminution dans le taux d'absorption dans les composites de 10% et 30% avec la fibre traitée qu'avec les autres composites composés des fibres non-traitées qui est due au traitement alcalin.

En termes de perspectives, il serait donc indispensable de compléter ces travaux par les études suivantes :

- ✓ Effectuer une caractérisation rhéologique des composites HIPS/GE par l'analyse dynamique mécanique (DMA).
- ✓ Il serait aussi intéressant d'effectuer des analyses thermiques (DSC, ATG)
- ✓ Enfin et pour améliorer les propriétés de nos composites, nous proposons comme suite à ce travail, l'addition d'une charge minérale nanométrique (macro-nano composites) pour améliorer les propriétés de nos composites.

Résumé

L'utilisation des fibres végétales dans l'élaboration des composites présentes de nombreux ajouts tels que les impacts environnementaux faibles et les bonnes propriétés mécaniques spécifiques. L'objectif de ce mémoire est d'élaborer et caractérisé un nouveau matériau bio-composite à base de polystyrène choc (HIPS) issus des déchets d'équipements électriques et électroniques (D.E.E.E.) renforcé par fibre végétale Genêt d'Espagne. Capable de régler le problème de l'accumulation de ces déchets dans l'environnement. Le problème de l'incompatibilité d'interface fibre végétale/matrice polymérique a été remédié par un traitement alcalin (NaOH). Nous avons étudié l'effets du taux des fibres et de leurs traitements sur les propriétés structurales, mécaniques et morphologiques des composites HIPS/GE.

Les résultats obtenus indiquent une amélioration des propriétés mécaniques et morphologiques des composites en fonction de l'ajout de renfort fibreux. Le traitement alcalin a permis de réduire l'hydrophilie des fibres. Le composite élaboré de fibre de 30 % donne de meilleurs propriétés mécaniques.

Mots Clés : Composites, Genêt d'Espagne, polystyrène choc, D.E.E.E.

Abstract

The use of vegetable fibers in the preparation of the composite has many advantages such as low environmental impact and good specific mechanical properties. The objective of this thesis is to develop and characterize a new bio-composite material based on high-impact polystyrene (HIPS) from waste electrical and electronic equipment (W.E.E.E.) reinforced with Spanish broom plant fiber. Able to solve the problem of the accumulation of these wastes in the environment. The problem of incompatibility vegetable fiber/polymer matrix has been remedied by an alkaline treatment (NaOH). We studied the effects of fiber content and their treatments on the structural, mechanical and morphological properties of HIPS/GE composites.

The results obtained indicate an improvement in the mechanical and morphological properties of the composites depending on the addition of fibrous reinforcement. The alkaline treatment made it possible to reduce the hydrophilicity of the fibers. The elaborate 30% fiber composite gives better mechanical properties.

Keywords: Composites, Spartium junceum, high impact polystyrene, W.E.E.E.