



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique
et Populaire
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur
et de la Recherche Scientifique

جامعة محمد البشير الإبراهيمي
بج. ب. ب. ب.
Université Mohamed
El Bachir El Ibrahim
de Bordj Bou Arréridj



Faculté des sciences et de la technologie

Département Génie de l'environnement

Mémoire

PRESENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLOME DE MASTER

Filière : Génie des Procédés de l'environnement

Option : Génie des Procédés de l'environnement

THÈME :

*Traitement d'une charge végétale et valorisation
dans les bio-composites*

Préparé par : Touati Bessma
Khelfellah Cheyma

Soutenu le : /06/2021

Bahah Saleh	Examineur	M.C.B	Université Bordj Bou arreridj
Dilmi Abdelkader	Président	M.C.B	Université Bordj Bou arreridj
Hellati Abdelhak	Rapporteur	M.C.A	Université Bordj Bou arreridj

Année Universitaire 2020-2021

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à tous ceux qui m'ont un jour aimée et qui ont cru en moi

A mon cher père « El Mekki » qui m'a toujours encouragée et qui a tout fait pour me voir réussir

A ma chère mère « Samira » qui mérite d'être la meilleure mère du monde

A tous mes frères « Slimane, Mohamed, Abd El Raouf, Iselam » & mes sœurs « Abir, Moufida »

*Je n'oublie pas non plus de dédier ce travail à la personne qui m'a le plus soutenu dans toutes
mes circonstances : sofiane*

Bessma

Dédicaces

Je dédie ce modeste :

A mes chers parents qui ont fait de moi ce que je suis maintenant.

Pour leurs amours et leurs sacrifices.

A mon frère : Zakaria et mes sœurs : Mounira, Radhoua.

A tout la famille : Khelfellah et la famille : Kabes.

A mon fiancé Housseem et à toute sa famille sans exceptionnelle

A mes amis l'intimes

A tout mes collègues de promotion 2020/2021 génie des procédés de l'environnement

chacun son nom

Cheyma

Remerciements

Avant d'entreprendre tout développement de cette expérience, nous remercions sincèrement tout d'abord le plus puissant « Bon Dieu » de nous avoir guidés vers le chemin de la connaissance et de nous avoir accordé courage, patience et santé.

Qui nous ont été utile tout au long de notre voyage, et aux être chers dans le monde : Nos « parents » pour tous les efforts et sacrifices qu'ils ont consentis afin de nous voir réussir. Nous les remercions pour l'éducation qu'ils nous ont donnée.

Nous remercions également notre encadreur Mr A.HELLATI pour sa présence à chaque instant, pour la confiance qu'il placé en nous, son soutien moral et ses encouragements, et ses précieux conseils qui nous ont guidés dans l'élaboration de ce travail, et lui exprimons notre profonde gratitude et notre profond respect.

Nous adressons également nos remerciements à tous les membres jury :

Nous remercions également tous les enseignants qui ont participé à notre formation et l'aide qu'ils nous ont fournie pendant la période d'étude.

Enfin, à quiconque nous a aidés et encouragés d'une manière ou d'une autre sans peut-être se rendre compte de l'importance de son aide dans la réalisation de ce travail trouve ici l'expression de notre sincère reconnaissance

Résumé

Le développement de matériaux composites à base des charges végétales présente de nombreux avantages dus à leur biodégradabilité, leur faible densité et leur faible coût. Cependant, la présence des groupements hydroxyles à la surface des charges végétales lui donne un caractère hydrophile qui les rend non compatibles avec la matrice polymérique à caractère fortement hydrophobe. La modification de la surface de la charge est généralement nécessaire pour créer des liaisons entre la charge et la matrice.

L'objectif de ce travail est l'étude des propriétés structurales, mécaniques, thermiques des composites Polyéthylène Basse Densité/farine de Genêt d'Espagne (*Spartium Junceum*) non traitée et traitée par un traitement alcalin.

Dans la présente étude, nous avons valorisé la plante végétale de Genêt d'Espagne, sous forme de farines en vue de renforcer la matrice thermoplastique (le Polyéthylène base densité PEBD). L'élaboration de composites PEBD/GE après traitement a permis de montrer que le taux et le type de traitement de farine de GE influencent les propriétés du matériau.

Mots clés : Charge végétale, Composite, Genet d'Espagne, Polyéthylène, Polyéthylène Basse Densité, Traitement de surface.

ملخص

إن تطوير المواد المركبة على أساس الحشوات النباتية لها العديد من المزايا نظرا لقابليتها للتحلل البيولوجي ، و كثافتها المنخفضة وتكلفتها المنخفضة . ومع ذلك ، فإن وجود مجموعات الهيدروكسيل على سطح حشوات النبات يمنحها طابعا محببا للماء مما يجعلها غير متوافقة مع المصفوفة البوليمرية ذات الطابع الكارثي للماء. عادة ما يكون تعديل مساحة سطح الحشو ضروريا لإنشاء روابط بين مادة الحشو و المصفوفة.

الهدف من هذا العمل هو دراسة الخصائص الإنشائية و الميكانيكية والحرارية لمركبات البولي إيثيلين منخفضة الكثافة/المكنسة الاسبانية غير المعالجة و المعالجة بالمعالجة القلوية.

في هذه الدراسة قمنا بتثمين نبات المكنسة الاسبانية ، على شكل دقيق بهدف تقوية مصفوفة اللدائن الحرارية(البولي إيثيلين منخفضة الكثافة). اظهر تطوير مركبات البولي إيثيلين منخفضة الكثافة/المكنسة الاسبانية بعد المعالجة أن معدل ونوع معالجة الدقيق يؤثران على خصائص المواد.

كلمات مفتاحية البودرة النباتية ، مواد مركبة ، الطرطاق (المكنسة الاسبانية) ، بولي إيثيلان ، بولي إيثيلان منخفض الكثافة ، المعالجة السطحية.

Abstract:

The development of composite materials based on natural fillers has many advantages due to their biodegradability, low density and low cost. However, the presence of hydroxyl groups on the surface of plant fillers gives them a hydrophilic character which makes them incompatible with the polymeric matrix with a strong hydrophobic character. Modification of the filler surface is usually necessary to create links between the filler and the matrix.

The objective of this work is to study the structural, mechanical and thermal properties of Low Density Polyethylene/Genet d'Espagne (Spartium Junceum) fiber composites, untreated and treated with alkali. In the present study, we have valorized the plant Genet d'Espagne, in the form of flours in order to reinforce the thermoplastic matrix (LDPE). The treatment of LDPE/GE composites showed that the rate and type of treatment of GE flour influenced the properties of the material.

Keywords Vegetables fillers, Composites, Spartium Junceum, Polyethylene, Low Density Polyethylene, Surface treatment

Sommaire	Pages
Liste des abréviations.....	i
Liste des tableaux.....	ii
Liste des figures.....	iii
Liste des schémas.....	v
Introduction générale.....	01

Etude Bibliographique

Chapitre I : La charge végétale et bio-composite

I.1.Introduction.....	05
I.2.Fibres végétales.....	05
I.2.1.Origine des fibres.....	06
I.2.2.Structure des charges végétales.....	06
I.2.3. Composition chimique de la fibre végétale.....	07
I.2.3.1. La cellulose.....	07
I.2.3.2. Les hémicellulose.....	07
I.2.3.3. La lignine.....	07
I.2.3.4. Les pectines.....	08
I.2.3.5. Les extractibles.....	08
I.2.4. Caractéristiques physiques et mécaniques des fibres végétales.....	08
I.3. Genêt d'Espagne.....	09
I.3.1.Composition et structure de Genêt d'Espagne.....	10
I.3.2. L'utilisation du Genêt d'Espagne.....	11
I.4. Les avantages et les inconvénients.....	11

I.5. Les bio-composites	12
I.5.1. Quelques données sur les bio-composites.....	12
I.5.1.1. Les renforts.....	12

Chapitre II : Mélange Polyéthylène Basse Densité

II.1. Introduction.....	14
II.2. Présentation du polyéthylène.....	14
II.2.1. Définition du polyéthylène.....	14
II.2.2. Les différents types du polyéthylène.....	15
II.2.3. La polymérisation du polyéthylène.....	15
II.2.4. Mécanisme de la polymérisation de l'éthylène.....	16
II.3. Polyéthylène Basse Densité (PEBD).....	16
II.4. Polymérisation du Polyéthylène Basse Densité (PEBD).....	17
II.5. Recyclage du polyéthylène à basse densité (PEBD).....	17
II.6. Les Propriétés du Polyéthylène Basse Densité (PEBD).....	18
II.6.1. Propriétés physico-chimiques.....	18
II.6.2. Propriété rhéologique.....	18
II.6.3. Propriétés électriques.....	18
II.6.4. Propriété thermique.....	19
II.6.5. Propriété mécanique.....	19
II.6.6. Propriétés de barrière.....	19
II.7. Les applications et l'utilisation du Polyéthylène Basse Densité (PEBD).....	20
II.8. Les avantages et les inconvénients du PEBD.....	20
II.8.1. Les principaux avantages du Polyéthylène Basse Densité.....	20

II.8.2. Les principaux inconvénients du Polyéthylène Basse Densité.....	21
II.9. Le mélange (Composite – Charge).....	21

Etude expérimentale

Chapitre III : Matériaux utilisé et techniques de caractérisation

III.1. L'objectif.....	23
III.2. Matériaux utilisés.....	23
III.2.1. Le polyéthylène basse densité.....	23
III.2.2. La charge végétale.....	23
III.2.3. Les produits chimiques utilisés.....	23
III.2.3.1. L'hydroxyde de sodium.....	23
III.2.3.2. Le toluène.....	24
III.2.3.3. L'éthanol.....	24
III.2.3.4. Anhydride maléique (AM).....	24
III.3. Organigramme.....	25
III.3.1. Traitement du Genêt d'Espagne (GE).....	25
III.3.2. Préparation des composites.....	26
III.4. La mise en œuvre des matériaux.....	27
III.4.1. Préparation de farine de Genêt d'Espagne.....	27
III.4.1.1. La récolte de l'arbuste de Genêt d'Espagne.....	27
III.4.1.2. Lavage.....	27
III.4.1.3. Séchage et broyage.....	27
III.4.1.4. Tamisage.....	27
III.4.2. Prétraitement de la farine.....	28
III.4.3. Traitement de la farine.....	28

III.4.3.1. Traitement alcalin par NaOH.....	28
III.4.3.2. Traitement par le mélange de toluène et éthanol.....	28
III.4.4. Préparation des composites.....	28
III.4.5. Préparation des échantillons.....	28
III.4.5.1. Malaxage.....	28
III.4.5.2. Broyage.....	29
III.4.5.3. Compression.....	29
III.5. Techniques expérimentales.....	29
III.5.1. Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF).....	29
III.5.2. Caractérisation thermique.....	30
III.5.2.1 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC).....	30
III.5.3. Caractérisations mécaniques.....	30
III.5.3.1. Test de traction.....	30
III.5.3.2. Test de choc.....	31

Chapitre IV : Résultats et discussions

IV.1. Introduction.....	33
IV.2. Analyse spectroscopique par infrarouge à transformé de Fourier.....	33
IV.3. Propriétés thermiques (DSC).....	34
IV.3.1. Effet du taux de farine.....	34
IV.3.2. Effet du temps de traitement.....	35
IV.4. Propriétés mécaniques.....	38
IV.4.1. Test de traction.....	38
IV.4.1.1. Effet du taux de farine.....	38
IV.4.1.2. Effet du temps de traitement.....	41
IV.4.2. Test de choc.....	43

IV.4.2.1. Effet du taux de farine.....	43
IV.4.2.2. Effet du temps de traitement.....	45
Conclusion générale.....	48
Références bibliographiques.....	50

Liste des abréviations

AM : Anhydride Maléique.

DSC : Calorimétrie différentielle à balayage.

IRTF : Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier.

GD : Grande Diffusion.

GE : Genêt d'Espagne.

HP : Haute Performance.

ICI : Imperial Chemical Industries.

LDPE: Low Density Polyethylene.

PC: Polycarbonate.

PE: Polyéthylène.

PEBD: Polyéthylène Basse Densité.

PEBDL : Polyéthylène Basse Densité Linéaire.

PE-g-MA : Polyéthylène greffé par l'Anhydride Maléique.

PEHD : Polyéthylène Haute Densité.

PET : Polyéthylène Téréphtalate.

PP : Polypropylène.

PS : Polystyrène.

PVC : Polychlorure de Vinyle.

UV :Ultraviolet.

Liste des tableaux	Pages
Tableau I.1. Composition chimique (en %) de différentes fibres végétales.....	08
Tableau I.2. Représente les caractéristiques physiques et mécaniques de quelques fibres végétales.....	09
Tableau II.1 Au dessous de montre les valeurs des propriétés électriques propriétés de Polyéthylène à basse densité.....	19
Tableau IV.1. Comparaison de la température de fusion passages et du taux de cristallinité des composites PEBD/GE à traitée par NaOH à 25°C à différents temps.....	37
Tableau IV.2. Valeurs de la résistance au choc (Izod) des éprouvettes non entaillées et entaillées du PEBD et des composites PEBD/GE à farine non traitée.....	44

Liste des figures	Pages
Figure I.1. Les différentes formes de fibres végétales.....	05
Figure I.2. Classification des fibres végétales.....	06
Figure I.3. Structure des fibres végétales.....	07
Figure I.4. Le Genêt d'Espagne.....	10
Figure II.1: la forme chimique du polyéthylène.....	15
Figure II.2: Mécanisme de la polymérisation de l'éthylène.....	16
Figure II.3: Structure de polyéthylène basse densité (LDPE).....	17
Figure II.4: Logo de recyclage de PEBD sur les emballages.....	18
Figure III.1. (a) Plan de travail expérimental, Partie A.....	25
Figure III-2. (b) Plan de travail expérimental, partie B.....	26
Figure III.3. Tamiseuse vibrante.....	27
Figure III.4. Plastographe.....	29
Figure IV.1. Spectres IRTF de farine de Genêt d'Espagne(GE) non traitée et traitée par le NaOH.....	33
Figure IV.2. Thermo-grammes DSC du PEBD et des composites PEBD/GE à farine non traitée.....	35
Figure IV.3. Thermo-grammes DSC des composites PEBD/GE (90/10) à farine traitée par NaOH.....	36
Figure IV.4. Thermo-grammes DSC des composites PEBD/GE (80/20) à farine traitée par NaOH.....	36
Figure IV.5. Thermo-grammes DSC des composites PEBD/ GE (70/30) à farine traitée par NaOH.....	37

Figure IV.6. Variation de la contrainte à la rupture des composites PEBD/Farine de GE en fonction du taux de farine non traitée.....	39
Figure IV.7. Variation du module d'élasticité des composites PEBD /Farine de GE en fonction du taux de farine non traitée.....	40
Figure IV.8. Variation de la déformation à la rupture des composites PEBD/Farine de GE en fonction du taux de farine non traitée.....	40
Figure IV.9. Variations de la contrainte à la rupture des composites PEBD/GE en fonction du taux de farine non traitée et traitée par NaOH à 25°C.....	42
Figure IV.10. Variations du module d'élasticité des composites PEBD/GE en fonction du taux de farine non traitée et traitée par NaOH à 25°C.....	42
Figure IV.11. Variations de la déformation à la rupture des composites PEBD/GE en fonction du taux de farine non traitée et traitée par NaOH à 25°C.....	43
Figure IV.12. Variations de la résistance au choc (Izod) des composites PEBD/GE en fonction du taux de farine non traitée (avec et sans entaille).....	44
Figure IV.13. Variations de la résistance au choc (Izod) des composites PEBD/GE en fonction du taux de farine non traitée et traitée par NaOH (sans entaille).....	46
Figure IV.14. Variations de la résistance au choc (Izod) des composites PEBD/GE en fonction du taux de farine non traitée et traitée par NaOH (avec entaille).....	46

Liste des schémas	Pages
Schéma II.1: Schéma représentatif du polyéthylène.....	15
Schéma IV.1. Réaction entre le NaOH et la charge de GE.....	41

Introduction générale

Introduction générale

Un mélange ou un alliage de polymères peut être défini comme l'association macroscopiquement homogène de plusieurs polymères de nature différente. Cependant, à lui seul le terme mélange n'est pas suffisant pour définir complètement les différentes situations rencontrées. En effet, deux polymères sont miscibles, partiellement miscibles ou, dans la majorité des cas, immiscibles. Les polymères conduisent rarement à des mélanges miscibles et leur miscibilité dépend à la fois de leur structure et de leur masse molaire. [1]

Les polymères sont de plus en plus présents dans la vie quotidienne. De tout temps l'homme a cherché à les exploiter pour se nourrir, pour produire de l'énergie, pour construire, améliorer et agrémenter son habitat, pour se protéger, pour se déplacer et transporter. Cependant, on les utilise rarement seuls, mais combinés à d'autres matériaux, permettant ainsi d'associer les propriétés de chacun. L'utilisation de matériaux composites, préférentiellement aux matériaux traditionnels se justifie par de meilleures propriétés spécifiques. [2]

Pour des considérations de protection de l'environnement et de la santé publique, la substitution des charges minérales (le mica, le talc ou le CaCO_3) et les renforts synthétiques (fibres de verre, carbone, ...) 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, en raison de leur rigidité élevée, leurs faibles coûts et densité, leur caractère écologique du fait qu'elles sont issues de ressources renouvelables et biodégradables. 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 (PET, PC, PE, PP et le PVC) [3].

L'une de ces fibres végétales est le Genêt d'Espagne. Cette plante est intéressante du point de vue économique, car son abondance permet d'envisager sa possible utilisation pour la production de matériaux composites à base de matrice polymérique et de charge végétale. Aussi, l'arbrisseau est facile à récolter, ne nécessite pas beaucoup d'eau et supporte la chaleur. Ces deux conditions sont généralement réunies dans plusieurs régions du pays. [2]

Le polyéthylène (PE) est l'un des plastiques les plus utilisés au monde, et concerne un nombre incalculable d'industries, de segments et d'applications. Le PE permet d'emballer les produits alimentaires de façon économique tout en prolongeant leur durée de vie, de transporter et de distribuer des produits chimiques en toute sécurité, d'acheminer l'eau potable auprès des

populations, de protéger les carrosseries des voitures neuves contre les rayures, et pléthore d'autres applications utiles de la vie quotidienne. [4]

Aujourd'hui les polyoléfines sont les polymères les plus largement produits dans l'industrie du plastique. Le polyéthylène, particulièrement à basse densité (PEBD) est classé parmi les polymères offrant une très large gamme de propriétés telles que son légèreté, ses bonnes propriétés mécaniques, une excellente isolation électrique et une bonne résistance aux produits chimiques [5].

Dans un contexte de valorisation et du développement des bio-composites, notre travail a été réalisé afin d'élaborer et de caractériser un nouveau matériau composite 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). [2]

Ce mémoire s'articule sur deux grandes parties : une étude bibliographique et un protocole expérimental.

L'étude bibliographique se répartie en deux chapitres :

Le premier chapitre présente une analyse bibliographique sur la charge végétale comportant des généralités sur la plante Genet d'Espagne, leurs compositions chimiques et leurs avantages et inconvénients avec quelques applications des composites à base des charges végétales. Et nous présentons quelques données sur les bio-composites.

Le deuxième chapitre est consacré au polyéthylène et ses différents types, notamment une présentation du polyéthylène basse densité (PEBD) et sa polymérisation, son recyclage, et ses propriétés et applications ainsi que son utilisation avec quelques avantages et inconvénients du PEBD.

La partie expérimentale est présentée dans le troisième chapitre, décrit les matériaux utilisés ainsi que les techniques expérimentales utilisées.

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

Pour compléter le présent travail. Notre mémoire se termine par une conclusion générale et des références bibliographiques.

Chapitre I

La charge végétale et bio-composite

I.1.Introduction

L'utilisation des fibres naturelles et en particulier les fibres végétales comme renfort de matériaux composites, présente deux principaux avantages. D'une part, ces fibres sont largement disponibles à faible coût et leur utilisation en construction constitue de nouveaux débouchés pour les matières agricoles. D'autre part, la valorisation des fibres végétales permet la réduction des impacts environnementaux par rapport aux composites conventionnels puisque ce sont des matières premières renouvelables, biodégradables, neutres vis-à-vis des émissions de dioxyde de carbone (CO₂) et demandant peu d'énergie pour être produites. Dans les pays peu industrialisés, les fibres végétales constituent donc une alternative à faible coût économique et surtout écologique aux fibres synthétiques conventionnelles (fibres métalliques, minérales ou polymériques). [6].

I.2.Fibres végétales

Les fibres végétales sont des structures biologiques fibrillaires composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine. En proportion relativement faible d'extractibles non azoté, de matière protéique brute, de lipide et de matières minérales. Les proportions de ces constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante. [7].

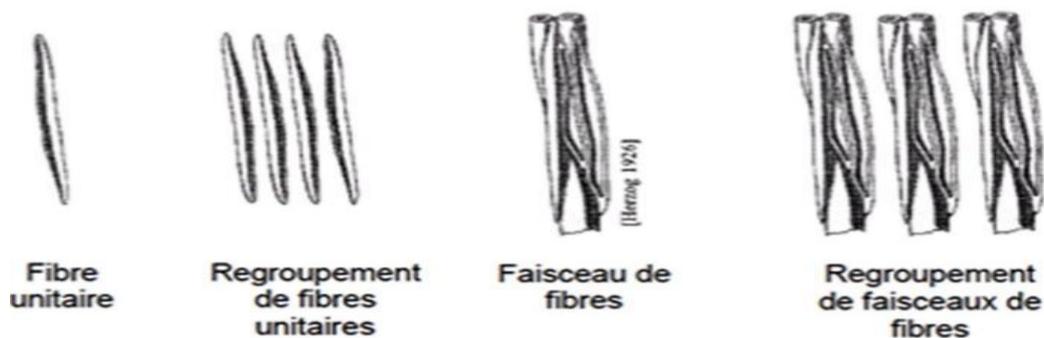


Figure I.1. Les différentes formes de fibres végétales. [8].

Les principales catégories sont: les fibres libériennes extraites du liber des plantes (lin , chanvre ,jute ,ramie),les fibres issues de graines et des fruits (coton ,noix de coco),les fibres issues de feuilles (sisal ,bananiers) et les fibres dures extraites des tiges des plantes (bambou, alfa, Genêt d'Espagne). [9].

I.2.1. Origine des fibres

Les fibres végétales sont classées selon leur origine, elles sont issues de différentes parties de la plante : des feuilles (fibres de sisal, de bananier, de palmier, d’alfa), des graines (fibres de coton, de kapok, etc.), de la tige (lin, chanvre, jute, kénaf, ramie, bambou, etc.), des fruits (fibres de coco, etc.). [8].

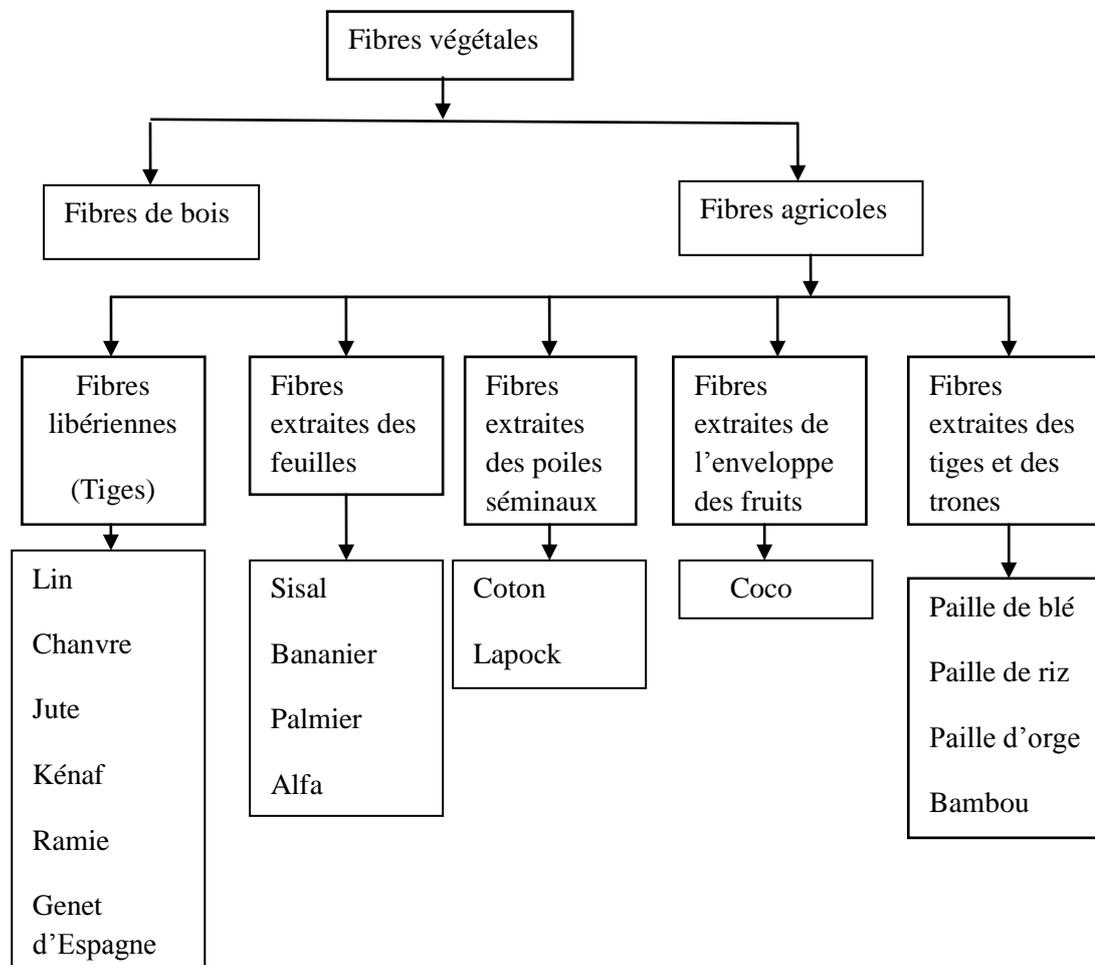


Figure I.2.Classification des fibres végétales. [8].

I.2.2. Structure des charges végétales

De l'échelle macroscopique au nanoscopique, on constate que les fibres végétales possèdent une structure composite. Une fibre est un faisceau de fibres plus petites appelées fibres unitaires. Les fibres unitaires sont composées essentiellement de cellulose sous forme de fibrilles jouant le rôle de renfort, et sont entourées d'une matrice de lignine et d'hémicellulose. Elles ont une structure composite cylindrique multicouche comportant une cavité centrale appelée lumen. Elles sont composées de deux parois cellulaires concentriques, référencées comme primaire (P) et

secondaire (S). La paroi secondaire est composée de trois couches de micro-fibrilles (SI, S2, S3). La paroi primaire à une concentration de cellulose faible (10%) ce qui lui donne une élasticité importante. La deuxième (S2), qui est la plus épaisse, conditionne les propriétés mécaniques de la fibre. Elle est formée d'une structure en hélice ayant une haute concentration de cellulose (70%). L'angle d'hélice θ , c'est à dire l'angle entre les fibrilles et l'axe de la fibre est appelé angle micro fibrillaire. Il influence le comportement mécanique global. [10].

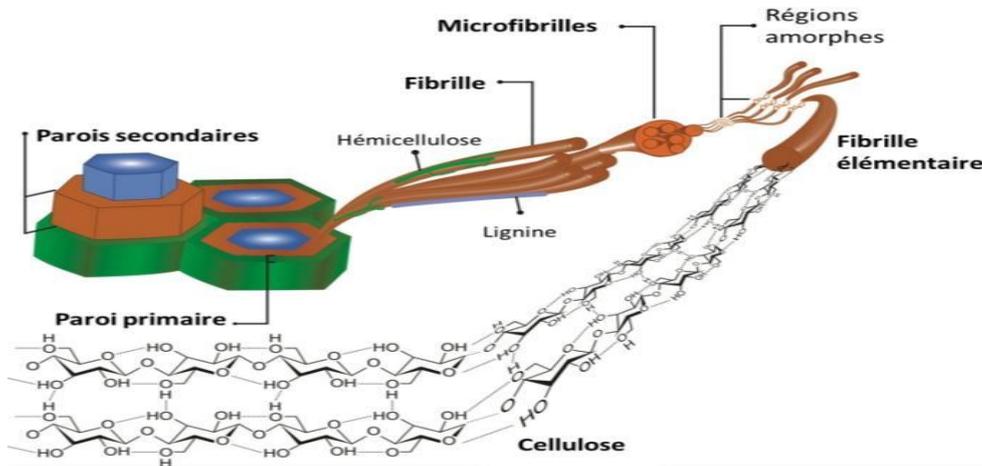


Figure I.3. Structure des fibres végétales. [11].

I.2.3. Composition chimique de la fibre végétale

Les différents constituants des fibres végétales sont :

I.2.3.1. La cellulose : la cellulose est le principal composant dans la quasi-totalité des fibres végétales et représente la matière la plus abondante sur la surface de la terre (plus de 50 % de la biomasse). C'est un polymère naturel du premier plan. Généralement, les fibres végétales sont constituées par une chaîne des fibres en cellulose.

I.2.3.2. Les hémicellulose : les hémicelluloses représentent le 3ème composant principal juste après la cellulose et la lignine, avec une proportion en poids à peu près 25% de la biomasse. L'hémicellulose présente dans toutes les parois de ces fibres. C'est le constituant responsable de l'élasticité des fibres.

I.2.3.3. La lignine : la lignine forme avec la cellulose et l'hémicellulose la grande majorité de la biomasse, elle est 2ème après la cellulose en termes d'abondance. Ses principales fonctions sont d'apporter de la rigidité, une imperméabilité à l'eau et une grande résistance à la décomposition (barrière de protection biologique). La lignine constitue la colle

qui lie les fibres végétales entre elles ainsi que leurs parois. C'est un polymère tridimensionnel.

I.2.3.4. Les pectines : les pectines jouent un rôle capital dans l'architecture de la paroi végétale. Ces substances pectiques sont présentes avec des proportions variées dans la plupart des végétaux (environ 1% dans le bois)

I.2.3.5. Les extractibles : ce sont des molécules de faible masse molaire qui remplissent la lumière des cellules. Ils représentent 2 à 5 % de la masse sèche. La plupart de ces extractibles sont solubles dans l'eau ou des solvants organiques. [12].

Tableau I.1.Composition chimique (en %) de différentes fibres végétales. [12].

Fibres	Cellulose	Hémicelluloses	Lignine	Pectine	Cire
Diss	44.10	15.15	16.80	11.85	12.10
Lin	71	18.6 - 20.6	2.2	2.3	1.7
Chanvre	70 - 74	17.9 - 22.4	3.7 - 5.7	0.9	0.8
Jute	61.1 - 71.5	13.6 - 20.4	12 - 13	0.2	0.5
Ramie	68.6 - 76.2	13.1 - 16.7	0.6 - 0.7	1.9	0.3
Sisal	66 - 78	10 - 14	10 - 14	10	2
Coco	32 - 43	0.15 - 0.25	40 - 45	3 - 4	-
Alfa	45	24	24	5	2

I.2.4. Caractéristiques physiques et mécaniques des fibres végétales

Généralement une fibre végétale est caractérisée physiquement par son diamètre, sa densité, son teneur en eau et son pourcentage d'absorption d'eau. Et elle est caractérisée mécaniquement par sa résistance à la traction, son élongation à la rupture et son module d'élasticité. [12].

Tableau I.2. Représente les caractéristiques physiques et mécaniques de quelques fibres végétales. [12].

Fibre	Densité (g/cm³)	Module de traction (GPa)	Résistance en traction (MPa)	Allongement (%)
Lin	1,5	28	345-1100	2.7-3.2
Jute	1.45	13-27	350-550	1,2-2,5
Chanvre	1,48	29-70	550-900	1,6-3,5
Ramie	1,5	20-70	550-900	1,6-4
kénaïf	1,47	6-8	1580	2,7
Abaca	1,35	20	900	3,5
Sisal	1,45	9-20	400-700	2-14
Coco	1,15	4-6	130-120	15-40
Coton	1,5	5-12	300-800	3-10

I.3. 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 [13,14]. Le Genêt d'Espagne frappe le regard par ses nombreux rameaux allongés comme de grandes joncs, cylindrasses, compressibles, d'un vert bleuâtre (glauques) [15]. Supportent des feuilles peu nombreuses disposition éparées de 2 à 3 cm de long, linéaires oblongues, sessiles, étroites, lancéolées, vert foncés à revers soyeux, très caduques, elles tombent au milieu d'été. [16,17].



Figure I.4. Le Genêt d'Espagne [18,19].

I.3.1. Composition et structure de Genêt d'Espagne

La composition chimique (% massique) approximative du Genêt d'Espagne est la suivante: la cellulose (44,5), la lignine (18,5), l'hémicellulose (16,3), et les pectines (13,3). [10].

La plante a une structure Genêt d'Espagne particulière dans laquelle :

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 Spartium junceum L. synonyme Genista juncea Lamarck.

Famille Fabaceae (Papilionaceae)

Catégorie arbrisseau ou petit arbuste à souche ligneuse, aux rameaux flexibles, jonciformes d'un vert glauque bleuâtre à vert plus foncé

Couleur éclatant et brillant jaune d'or

Hauteur 2 à 3 m en tout 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 in Canaries, Afrique du Nord dont Algérie (en zone argileuse dans le Tell) au Maroc et Asie occidentale. [20].

I.3.2. 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. [10]. Dans le Midi de France, ils emploient les rameaux du Genêt d'Espagne en grise de liens et de 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. [21].

I.4. Les avantages et les inconvénients

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 verres). [22] :

- ✓ Faible densité
- ✓ Faible cout ou cout modéré
- ✓ Fibres renouvelables par culture
- ✓ 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, demande une bonne gestion de stocks pour garantir une qualité constante. [23].

I.5. Les bio-composites

Enfin, depuis peu, on trouve une nouvelle classe de matériaux que l'on nomme "bio-composites". Il existe d'autres appellations proches comme "éco-composites" et "agro-composites" qui s'inscrivent également pleinement dans les concepts émergents de chimie verte et de chimie durable. 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, un bio-polymère pouvant très bien être d'origine fossile. Cette famille de composites, les "bio-composites" est le cœur de cette thèse. [24].

I.5.1. Quelques données sur les bio-composites

I.5.1.1. Les renforts

D'un point de vue renfort, les fibres naturelles sont une alternative écologique pour des applications courantes et pour les pièces techniques. Ces fibres naturelles intéressantes d'un point de vue bilan carbone et recyclage, peuvent apporter de part de leur nature, des propriétés supplémentaires au composite, notamment en terme de résistance aux vibrations et gain de poids. De nombreux travaux sont en cours pour réaliser des composites bio sourcés combinant les fibres naturelles, transformées en un support adéquat, et de résines compatibles. Mais à ce jour, les caractéristiques générales de ces matériaux restent très insuffisantes dans l'objectif de réaliser des pièces techniques, notamment, car les renforts utilisés ne sont pas suffisamment optimisés et/ou compatibles avec la résine [24].

Chapitre II

Mélange Polyéthylène Basse Densité

II.1. Introduction

Le 20^{iem} siècle est marqué par la naissance des matières plastiques synthétiques. En 1909, le chimiste Baekeland à découvert la résine formophénolique. L'exploitation de cette résine dès 1920 a marqué le début de l'ère des plastiques. En 1936, Michael Perrin a réussi à produire huit grammes de polyéthylène de basse densité en améliorant les conditions de synthèse. Sa recherche est devenue le premier brevet de fabrication de polyéthylène. [25].

Le polyéthylène est le plastique le plus populaire du monde, il est issu de la polymérisation de l'éthylène gazeux produit en laboratoire par déshydratation de l'alcool, ou industriellement par craquage thermique (des gaz naturels, ou des fractions d'huiles légères). [26].

Le polyéthylène est l'un des thermoplastiques les plus utilisés grâce à ses bonnes propriétés à l'état solide, son inertie chimique et son faible cout. Ils sont utilisés dans une grande variété d'applications, ainsi qu'ils sont devenus inséparables de notre environnement et de notre vie pratique. Ils se sont imposés dans tous les domaines de nos activités. [27].

II.2. Présentation du polyéthylène**II.2.1. Définition du polyéthylène**

Les polyéthylènes sont des polymères qui font partie de la famille des polyoléfines et en particulier des thermoplastiques, qui ont des propriétés qui leur confèrent une malléabilité à chaud et une thermo-plasticité réversible.

Le PE est le premier polymère produit au monde devant le PVC, on la retrouve dans la vie de tous les jours aussi bien dans les couches culottes que dans les sacs poubelle, les emballages ou les plastiques de protection destinés à l'agriculture. Il représente à lui seul plus de la moitié des emballages plastiques. Plusieurs démarrages de site de production de PE et PP sont également prévus [28]. En 2021 les capacités chinoises de PEHD vont ainsi augmenter de 2.7 millions de tonnes cette année, contre 1.25 million de tonnes supplémentaires pour les PEBD-L. La présence de ces nouveaux volumes ne se fera cependant pas vraiment sentir avec le second semestre de cette année. Les capacités de production de PP du pays vont quant à elles augmenter de 1.5 million de tonnes. [29].

Le polyéthylène est connu pour présenter une compatibilité et une adhérence très faible avec plusieurs substrats tels que des métaux et des polymères polaires. [5].

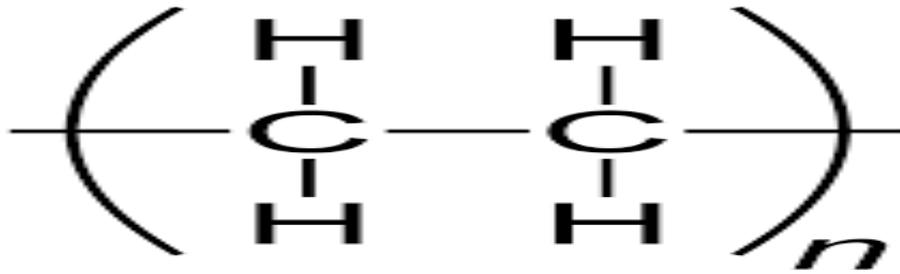


Figure II.1: la forme chimique du polyéthylène. [27].

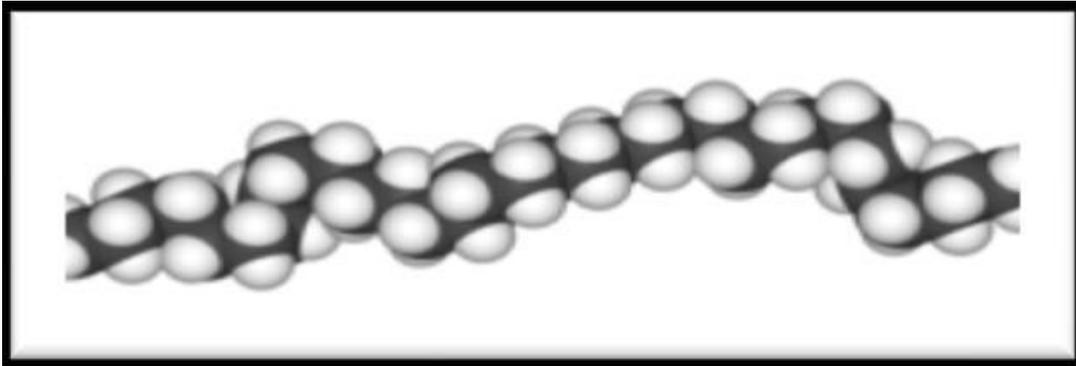


Schéma II.1: Schéma représentatif du polyéthylène. [27]

II.2.2. Les différents types de polyéthylène

Il existe différents polyéthylènes classés en fonction de leur densité. Celle-ci dépend du nombre et de la longueur des ramifications présentes dans le matériau :

- ✓ Le PEHD, polyéthylène haute densité.
- ✓ Le PEBD, polyéthylène basse densité.
- ✓ Le PEBDL, polyéthylène de basse densité linéaire. [27].

II.2.3. La polymérisation du polyéthylène

La polymérisation se fait suivant deux types de procédés conduisant à deux produits différents :

- ✓ Procèdes à haute pression, donnant le polyéthylène à basse densités : PEBD.
- ✓ Procèdes à basse pression, donnant le polyéthylène à haute densités : PEHD. [30].

II.2.4. Mécanisme de la polymérisation de l'éthylène

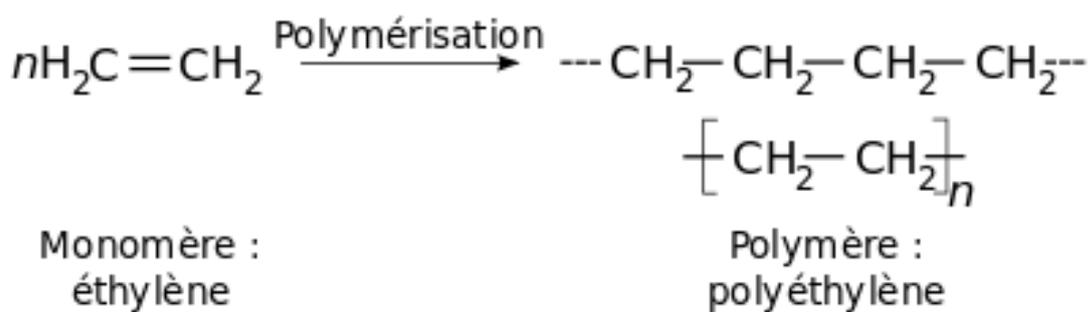


Figure II.2: Mécanisme de la polymérisation de l'éthylène.

II.3. Polyéthylène Basse Densité (PEBD)

Le polyéthylène à basse densité a été inventé en 1933 par E.W. Fawcett et R.O. Gibson, le polyéthylène basse densité (PEBD) est produit par polymérisation radicalaire de l'éthylène, sous haute pression (100 à 350 MPa) et à des températures de 150 à 350°C.

Le PEBD est plus ramifié que le PEHD, ce qui signifie que les chaînes ne s'assemblent pas bien entre elles. Les forces intermoléculaires de type force de Van der Waals sont donc plus faibles. Il en résulte une plus faible densité, une plus grande malléabilité et une biodégradabilité plus rapide. [27] Le polyéthylène basse densité (PEBD) est ramifié, et semi-cristallin. Il est utilisé dans les domaines les plus divers. Sa densité est inférieure à celle de l'eau, il présente une bonne résistance chimique, il est chimiquement neutre pour les denrées alimentaires. Il est transparent et peut être facilement transformé car il se prête très bien au soudage. Sa durée de vie est très longue à cause de sa grande stabilité mais il se recycle bien. Sa permittivité relative est de 2,25. [31].

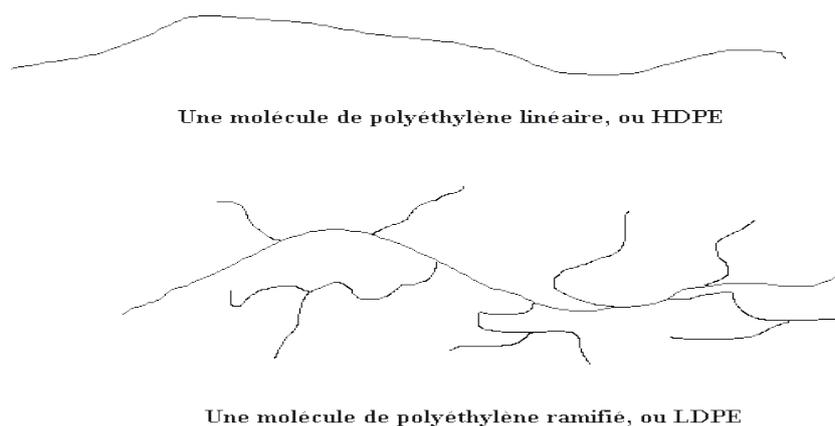


Figure II.3: Structure de polyéthylène basse densité (LDPE).

II.4. Polymérisation du Polyéthylène Basse Densité (PEBD)

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

La polymérisation par voie radicalaire, par Imperiel Chemical Industries(I.C.I). Ce procédé donne naissance au polyéthylène basse densité [32].

La polymérisation par voie ionique, opérant à basse pression qui conduit à un polyéthylène de haute densité ou à un polyéthylène de basse densité linéaire [32].

L'éthylène se polymérise sous l'action de la chaleur et de la pression (1000 à 1500 bars), en présence de traces d'oxygène (0,01%) comme catalyseur. Cette polymérisation est du type radicalaire. L'oxygène se fixe sur la double liaison en formant des peroxydes instables qui libèrent par dissociations les radicaux libres assurant la propagation des chaînes mais la probabilité de se ramifier par fixation d'une molécule d'éthylène, est élevée. Il existe en moyenne tous les 20 à 100 atomes de carbone de la chaîne principale une ramification plus au moins longue [30].

II.5. Recyclage du polyéthylène à basse densité (PEBD)

Le PEBD est un plastique souple, résistant aux chocs, imperméable à l'eau. Il est utilisé pour la fabrication des sacs poubelles, sacs de congélation, sacs réutilisables...etc.

Le PEBD n'est pas recyclable dans nos poubelles de tri. Il doit être jeté dans la poubelle des déchets ménagers.

Le logo LDPE avec le chiffre 4 permet d'identifier les emballages plastiques fabriqués avec le polyéthylène à basse densité. [27]



Figure II.4: Logo de recyclage de PEBD sur les emballages. [27]

II.6. Les Propriétés du Polyéthylène Basse Densité (PEBD)

II.6.1. Propriétés physico-chimiques

Le polyéthylène basse densité PEBD est un polymère semi-cristallin, de densité située entre 0.910 et 0.925 g·cm⁻³. et sa température de fusion cristalline est située entre 105°C et 200°C.

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

Sa température de fusion cristalline est située entre 105°C et 200°C.

- ✓ Son taux de cristallinité est d'environ 65-70%;
- ✓ Très résistant aux acides faibles;
- ✓ Résistant aux acides forts non oxydants;
- ✓ Très résistant aux bases faibles et fortes. [27].

II.6.2. Propriété rhéologique

A l'état fondu, les PE sont des liquides viscoélastiques non linéaires, leur viscosité dynamique varie en fonction du gradient de vitesse. Mes il indique les polyéthylènes linéaires sont plus visqueux pour des gradients de vitesses élevés que les produits radicalaires. [33].

II.6.3. Propriétés électriques

Le PEBD est une substance non polaire, caractérisée par :

- ✓ Une permittivité relative faible (≈ 2 à 3) limitant ainsi le courant de déplacement.

- ✓ Un facteur de pertes diélectriques relativement faible.
- ✓ Une rigidité diélectrique élevée.

Tableau II.1 Au dessous de montre les valeurs des propriétés électriques propriétés de Polyéthylène à basse densité [34].

Propriétés	Unités	PE-BD
Masse volumique	g/cm ³	0.915-0.940
Permittivité de relative	-	2-3
Facteur de perte diélectrique	-	2.104
Rigidité diélectrique	kV/mm	30 ≥ pour épaisseur de 1 mm
Résistance transversale	Ω.cm	1.1018

II.6.4. Propriété thermique

-Température de fusion : 110-125°C.

-Transition vitreuse (Tg) ; -110°C. [33]

II.6.5. Propriété mécanique

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

-La résistance à la traction variant de 9 à 23 MPa.

-L'allongement à la rupture variant de 150 à 1000%.

-Le module d'élasticité en traction variant de 200 à 500 MPa. [33].

II.6.6. Propriétés de barrière

Les polyéthylènes sont en général assez perméables aux hydrocarbures, essences...etc.

L'imperméabilité décroît si le taux de cristallinité augmente du fait que le volume intermoléculaire diminue limitant ainsi la pénétration du gaz [35].

II.7. Les applications et l'utilisation du Polyéthylène Basse Densité (PEBD)

Les principales applications du PEBD sont les produits souples : serres agricoles, sachets, sacs poubelles, récipients souples, jouets, etc. Les domaines importants de l'application du polyéthylène réticulé sont : matériaux d'isolation et de gainage dans les câbles et les fils électriques, les installations les tuyaux d'eau chaude et les produits thermo-irrétrécissables ou thermo-étirables. Les polyéthylènes réticulés peuvent également servir de revêtements dans le bois d'œuvre résineux, les pneus de chemin de fer, les dispositifs médicaux, la tuyauterie pour usage industriel, les adhésifs, les composantes électroniques, utilisés dans la synthèse des résines d'échange ionique et des hydrogels sensibles au stimulus, etc. [05].

Le PEBD est utilisé sous différentes formes à savoir :

- Films, sacs et sachets : sacs grande contenance, films agricoles.
- Tuyaux et tubes.
- Câblerie : câble d'énergie.
- Corps creux : jouets. [33].

Le polyéthylène basse densité (PEBD) est le plus utilisé dans la fabrication des câbles de moyenne tension et de haute tension, car il est moins chère et pour sa rigidité diélectrique élevée ainsi que ses pertes électriques minimales. [27].

II.8. Les avantages et les inconvénients du PEBD

II.8.1. Les principaux avantages du Polyéthylène Basse Densité sont :

- ✓ Grande inertie chimique (acide, base, sels).
- ✓ Isolation thermique et électrique.
- ✓ Bonne résistance aux chocs. [30].
- ✓ Solidité, résistances aux chocs et à l'abrasion, même à froid
- ✓ Inerte chimique, et non toxique pour usage alimentaires
- ✓ Résistance à la corrosion et à l'oxydation
- ✓ Adaptabilité
- ✓ Sécurité. [36].

II.8.2. Les principaux inconvénients du Polyéthylène Basse Densité sont:

- ✓ Sensible à l'UV.
- ✓ Mauvaise tenue à la température.
- ✓ Collage très difficile.
- ✓ Inflammable. [30].
- ✓ Résistance à la température de l'eau limitée
- ✓ Rapide propagation de fissures
- ✓ Les extrémités ont tendance à se fermer. [36].

II.9. Le mélange (Composite – Charge)**Mélange (PEBD + Genet d'Espagne + PE-g-MA)****C'est quoi un composite ?**

Un composite est par définition, une combinaison à l'échelle microscopique de deux ou plusieurs constituants à structures différentes, qui permet l'obtention d'un matériau composite dont les propriétés sont supérieures à celles de chacun pris individuellement. Constitué d'une ossature appelée renfort généralement sous forme filamentaire qui supporte les efforts mécaniques, et d'une protection appelée matrice, généralement une matrice polymère. Suivant les caractéristiques de la matrice et des renforts, on distingue généralement deux grandes familles : les composites de grande diffusion (GD), peu onéreux, qui occupent une large part du marché et les composites à hautes performances (HP). Ces derniers, généralement renforcés de fibres continues de carbone ou d'aramide, sont réservés à des secteurs de forte valeur ajoutée : aéronautique, médical, sports et loisirs. Les matériaux composites disposent d'atouts par rapport à des produits concurrents. Ils apportent de nombreux avantages fonctionnels : légèreté, résistances mécanique et chimique, liberté de formes. Ils permettent d'augmenter la durée de vie de certains équipements grâce à leurs propriétés mécaniques (rigidité, résistance à la fatigue), mais aussi grâce à leurs propriétés chimiques (résistance à la corrosion). Ils renforcent également la sécurité grâce à une meilleure tenue aux chocs et aux feux. Ils offrent une meilleure isolation thermique et pour certains d'entre eux, une bonne isolation électrique [3].

Chapitre III

Matériaux utilisés et techniques de caractérisation

III.1. L'objectif

Le but de cette étude est l'élaboration et la caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de polyéthylène basse densité PEBD renforcé par une charge végétale de Genêt d'Espagne (GE) à différents taux 10, 20 et 30 (% m). L'adhésion entre la surface hydrophile de la charge et le polymère hydrophobe utilisé comme matrice est faible, et donc, la capacité de renforcement réduite. Pour l'utiliser comme renforts dans le PEBD, la farine de GE a été soumise à un traitement chimique par l'hydroxyde de sodium NaOH (1,25N) à la température de 70°C et un temps de traitement de 6h. Nous avons étudié l'évolution des propriétés structurales, mécaniques et thermiques des composites PEBD/GE en fonction du taux de farine et du type de traitement.

III.2. Matériaux utilisés

III.2.1. Le polyéthylène basse densité

Le polyéthylène utilisé au cours de cette étude est un produit commercialisé sous la marque PE, 'B-21', sous forme de granulés translucide. Son indice de fluidité est de 1,51 g/10min à 190°C et de densité 0,92 g/cm³

III.2.2. La charge végétale

Le Genêt d'Espagne .C'est un arbuste atteignant environ 3 m de haut, à rameaux dressés, flexibles, cylindriques et striés, petites feuilles simples, fleurs mesurant jusqu'à 3 cm de long.

III.2.3. Les produits chimiques utilisés

III.2.3.1. L'hydroxyde de sodium

La soude caustique est un produit fourni par Biochem-Chemopharma

Formule chimique: NaOH

- ✓ Mw = 40 g/mol
- ✓ Carbonate (Na₂CO₃)% : 2.0 max
- ✓ Chlore (Cl)% : 0.01 max
- ✓ Phosphate (PO₄)% : 0.001 max

III.2.3.2. Le toluène

Le toluène est un produit fourni par Prolab

Les caractéristiques du toluène sont les suivantes:

Formule chimique: $C_6H_5CH_3$

- ✓ PM = 92.14
- ✓ Densité (à 20°C) : 0.86 à 0.87
- ✓ Distillation : 109 à 112°C
- ✓ Résidu d'évaporation à 100°C : 0.0050 % max

III.2.3.3. L'éthanol

L'éthanol est un produit fourni par Biochem-Chemopharma

Les caractéristiques de l'éthanol sont les suivantes:

Formule chimique: C_2H_6O

- ✓ Mw = 46.07 g/mol
- ✓ Densité (à 20°C) : 0.805 à 0.811

III.2.3.4. Anhydride maléique (AM)

L'anhydride maléique est un produit fourni par « VWR Chemicals ».

Formule chimique : $C_4H_2O_3$

- ✓ Masse molaire : M = 98.06 g/mol
- ✓ Pureté : > 98%
- ✓ Etat et couleur : sous forme de pastilles blanches.

III.3. Organigramme

III.3.1. Traitement du Genêt d'Espagne (GE)

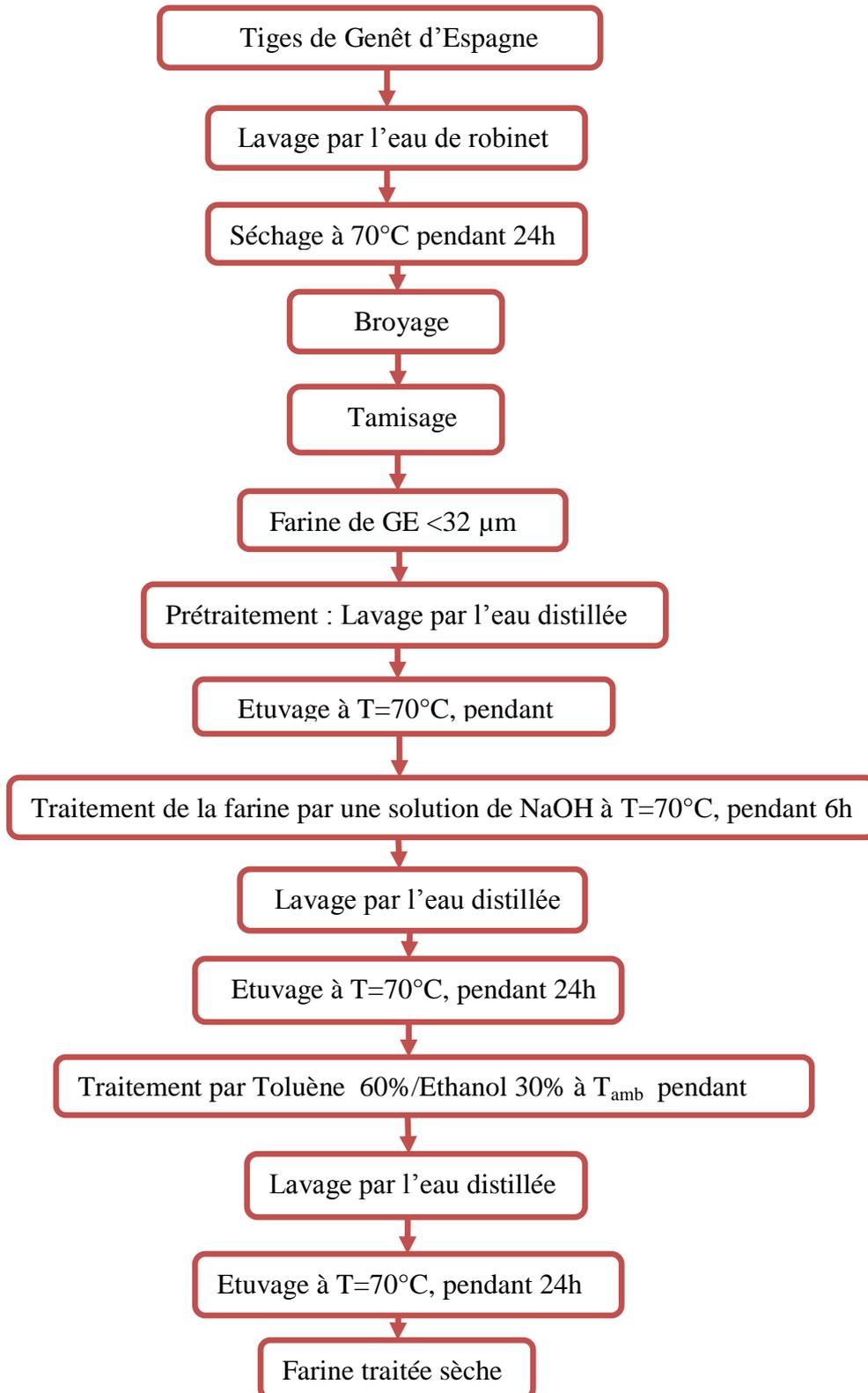


Figure III.1. (a) Plan de travail expérimental, Partie A.

III.3.2. Préparation des composites

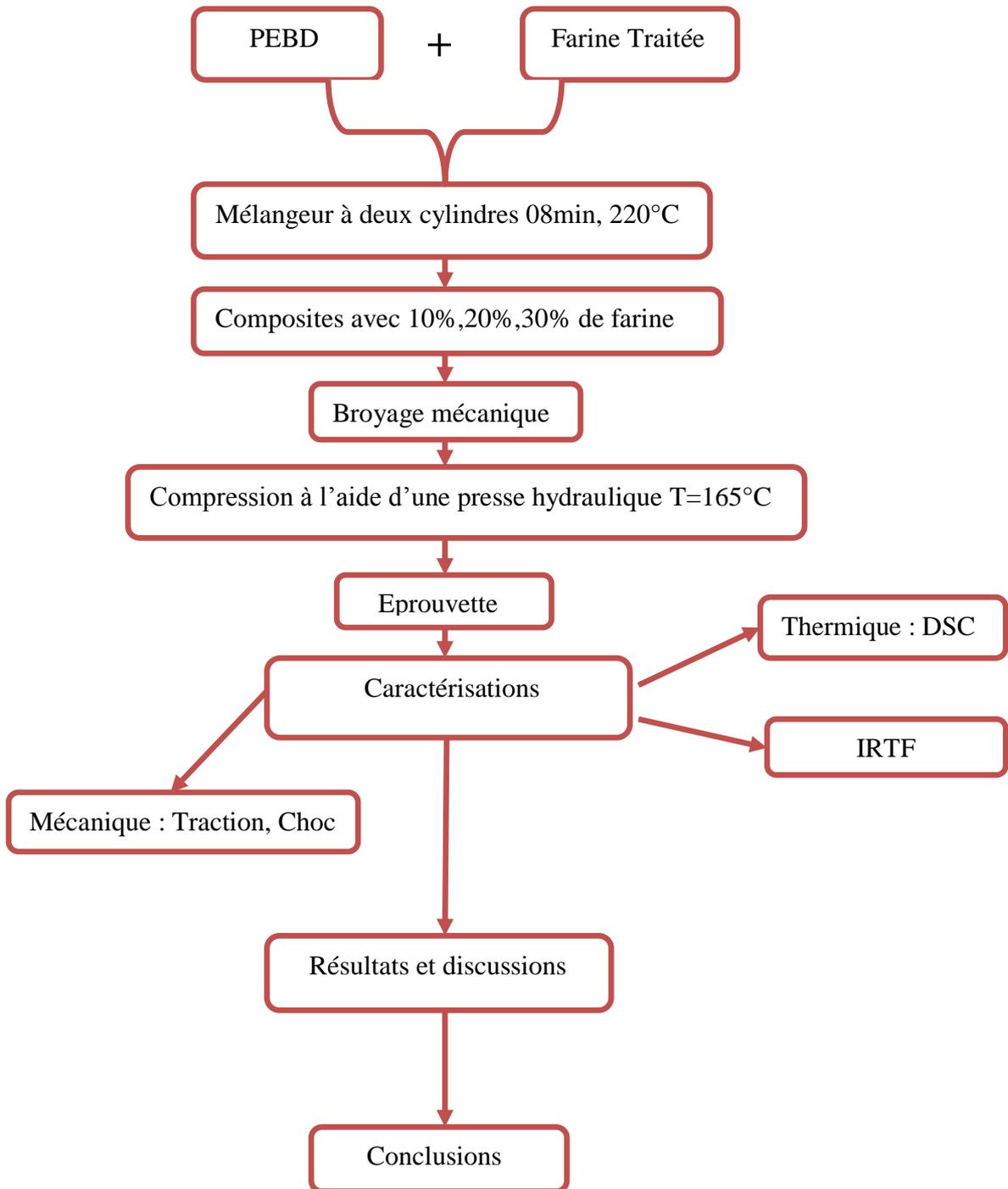


Figure III.2. (b) Plan de travail expérimental, partie B.

III.4. La mise en œuvre des matériaux**III.4.1. Préparation de farine de Genêt d'Espagne****III.4.1.1. La récolte de l'arbuste de Genêt d'Espagne**

La récolte pour la production de fibre s'effectue entre le début et la fin de floraison afin d'obtenir une bonne qualité de fibre. La récolte a été faite au niveau de la région de Sétif.

III.4.1.2. Lavage

Après la récolte, les branches du Genêt d'Espagne ont été lavées par l'eau de robinet pour éliminer une grande partie des poussières et des impuretés.

III.4.1.3. Séchage et broyage

Les tiges du Genêt d'Espagne ont été laissées pour quelques jours afin de réduire leur taux d'humidité. Ensuite, ont été coupées en petit morceau, étuvées à une température de 60°C pendant 24 heures, enfin ont subi un broyage en utilisant un broyage mécanique.

III.4.1.4. Tamisage

Les tiges ainsi broyées ont été tamisées dans un tamis de la marque RTSCH de la norme ISO 3310 afin d'obtenir une farine ayant un diamètre inférieure à 32 µm.



Figure III.3. Tamiseuse vibrante. [37].

III.4.2. Prétraitement de la farine

Le prétraitement de la farine a été fait par lavage en utilisant comme solvant l'eau distillée, des gouttes de détergent et des gouttes de l'eau javel, avec agitation pendant 24 heures à 50°C. Après filtration, la farine a été lavée avec de l'eau distillée, puis séchée dans une étuve à 70°C pendant 24 heures.

III.4.3. Traitement de la farine**III.4.3.1. Traitement alcalin par NaOH**

Dans cette partie, nous avons préparé l'eau distillée dans un bécher et on le met sur la plaque chauffante et on attend que la température atteigne 70°. Une partie des fibres obtenues par prétraitement a été immergée dans une solution de NaOH à une concentration de 10% sous agitation pendant 6 heures. Après filtration, la fibre est lavée avec l'eau distillée plusieurs fois, et le restituons dans l'étuve à 70°C pendant 24 heures.

III.4.3.2. Traitement par le mélange de toluène et éthanol

Une partie de fibres obtenue a été immergée dans le mélange toluène 60% et éthanol 30% sous agitation à la température ambiante pendant 24h. Après filtration, la fibre est lavée avec l'eau distillée plusieurs fois. Enfin, la fibre a été séchée une étuve à 70°C pendant 24h.

III.4.4. Préparation des composites

Les mélanges polyéthylène/farine ont été préparés sur mélangeur interne, au niveau du laboratoire de l'unité CAL PLAST à Sétif, avec une vitesse de rotation de 20 tr/min à la température 220°C et de temps de mélangeage de 08 min. Les feuilles obtenues ont été découpées en petits morceaux, puis ont subit un broyage mécanique au niveau du laboratoire de Génie des Procédés à l'université Ferhat ABBAS, à l'aide d'un broyeur.

III.4.5. Préparation des échantillons**III.4.5.1. Malaxage**

La préparation a été faite sur le mélangeur à deux cylindres de marque: BREHER-BRABENDER. Avec une vitesse de rotation de 20 tr/min à la température de mise en œuvre la mieux adaptée au polyéthylène basse densité est de 220°C, et un temps de mélangeage de 08 min à l'aide d'une spatule jusqu'à fusion du polymère puis incorporation de la farine.



Figure III.4. Plastographe. [37].

III.4.5.2. Broyage

Les feuilles obtenues ont été découpées en petits bandelettes de 2 à 3 cm de longueur, puis on a broyé ces bandelettes en particule de petites tailles.

III.4.5.3. Compression

A partir des différents composites à farine non traitée et traitée, préalablement étuvés, on a fabriqué des plaques et des films à l'aide d'une presse hydraulique de marque " DAVENPORT 25T ", sous une pression de 150 kg/cm² (les plaques pour la fabrication des éprouvettes pour le test de choc et dureté, les films pour la préparation des éprouvettes pour le test de traction), à une température de 165°C , un temps de préchauffage 10 min, un temps de dégazage 3 min et un temps de compression 5 min. Ces plaques et ces films ont été découpés suivant les normes prescrites des tests mécaniques.

III.5. Techniques expérimentales

III.5.1. Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)

La spectroscopie vibrationnelle infrarouge par transformée de Fourier permet un accès direct aux informations moléculaires, en particulier à la nature chimique, des matériaux analysés. Sous l'effet d'un rayonnement exciteur, les molécules de l'échantillon vont subir des changements d'état vibrationnel à des fréquences de vibration caractéristiques à chaque groupement moléculaire. L'acquisition des spectres s'est faite à l'aide d'un spectromètre de type Perkin Elmer FTIR Spectrum Tow, en réalisant 32 acquisitions entre 500 et 4000 cm⁻¹ avec une résolution de 3 cm⁻¹. Les échantillons à analyser sont préparés sous forme de pastilles en mélangeant 3 % en masse d'échantillon préalablement étuvé avec 97% en masse de KBr.

III.5.2. Caractérisation thermique

III.5.2.1. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

Le principe de cet instrument est de chauffer simultanément un échantillon et une référence à une rampe de température constante. Les éventuelles différences d'énergie à fournir pour maintenir cette rampe constante traduisent des phénomènes de transition thermique au sein de l'échantillon. Cette méthode permet de déterminer la température de fusion, de cristallisation, de transition vitreuse ; ou encore le taux de cristallinité des échantillons. Les mesures de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) ont été effectuées à l'aide d'un appareil NETZSCH DSC 214. Des échantillons de 15 mg sont placés dans des capsules d'aluminium. Une montée de la température ambiante à 200°C à 10°C/min est réalisée pour effacer la mémoire du composite, suivi d'un isotherme de 2 min puis d'un refroidissement à 10°C/min suivi d'une isotherme de 2 min. Les thermogrammes de la 2ème montée en température sont réalisés avec une montée de 10°C/min. Les courbes de fusion du composite apportent la température de fusion du PEBD ainsi que son taux de cristallisation. Les enthalpies de fusion ΔH_m ont été évaluées à partir de l'aire des pics de fusion. Le taux de cristallinité X_c est alors déterminé par la relation :

$$X_c (\%) = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_\infty (1-w)} \cdot 100 \quad \dots\dots\dots(\text{III.1}).$$

X_c (%): Taux de cristallinité.

ΔH_m : Enthalpie de fusion expérimentale.

H_∞ : Enthalpie de fusion d'un échantillon de PEHD 100% cristallin.

w: Fraction massique du renfort.

III.5.3. Caractérisations mécaniques

III.5.3.1 Test de traction

Le principe de test consiste à allonger une éprouvette le long de son axe principal à une vitesse constante (10 mm/min) à la température ambiante jusqu'à sa rupture ou jusqu'à ce que la contrainte (charge) ou la déformation (allongement) ait atteint une valeur prédéterminée. La charge supportée par l'éprouvette et son allongement sont mesurés pendant le test.

III.5.3.2. Test de choc

Les essais ont été réalisés à l'aide d'un appareil de marque CEAST et de type (RESIL IMPACTOR), qui consiste fondamentalement en un pendule lourd portant à son extrémité libre un matériau, un emplacement pour éprouvette, ainsi qu'un cadran indicateur de l'énergie absorbée au cours du choc. L'entaille que l'on introduit pour concentrer les contraintes et fragiliser l'éprouvette est de 2mm. Le choc est donné au centre de l'éprouvette par un marteau de 7,5Kg.

a) Détermination de la résistance au choc a_n

a_n : La résilience pour éprouvette sans entaille (KJ/m²).

$$a_n = A_n / b \cdot h \text{ (KJ/m}^2\text{)} \quad \dots\dots\dots \text{(III.2)}$$

Avec:

A_n : L'énergie cinétique absorbée par l'éprouvette sans entaille au moment de l'impact (KJ).

b : Largeur de l'éprouvette mesurée au centre de celle-ci en (m).

h : L'épaisseur de l'éprouvette en (m).

b) Détermination de la résistance au choc a_k

a_k : La résilience pour éprouvette avec entaille (KJ/m²).

$$a_k = A_k / (b-2) \cdot h \text{ (KJ/m}^2\text{)} \quad \dots\dots\dots \text{(III.3)}$$

Chapitre IV

Résultats et discussions

IV.1. Introduction

Les résultats obtenus des différents tests effectués, sont présentés et discutés dans ce chapitre. Nous avons étudié les caractérisations structurales par IRTF et DSC, l'évolution des propriétés mécaniques, thermiques, en fonction du taux de farine non traitée et traitée par NaOH, par le toluène et l'éthanol.

IV.2. Analyse spectroscopique par infrarouge à transformé de Fourier

La structure de la farine de GE non traitée et traitée par le NaOH à différents temps de traitement et à différentes températures est analysée en transmission à partir des pastilles Farine/KBr. Les spectres obtenus sont représentés sur la figure IV.1.

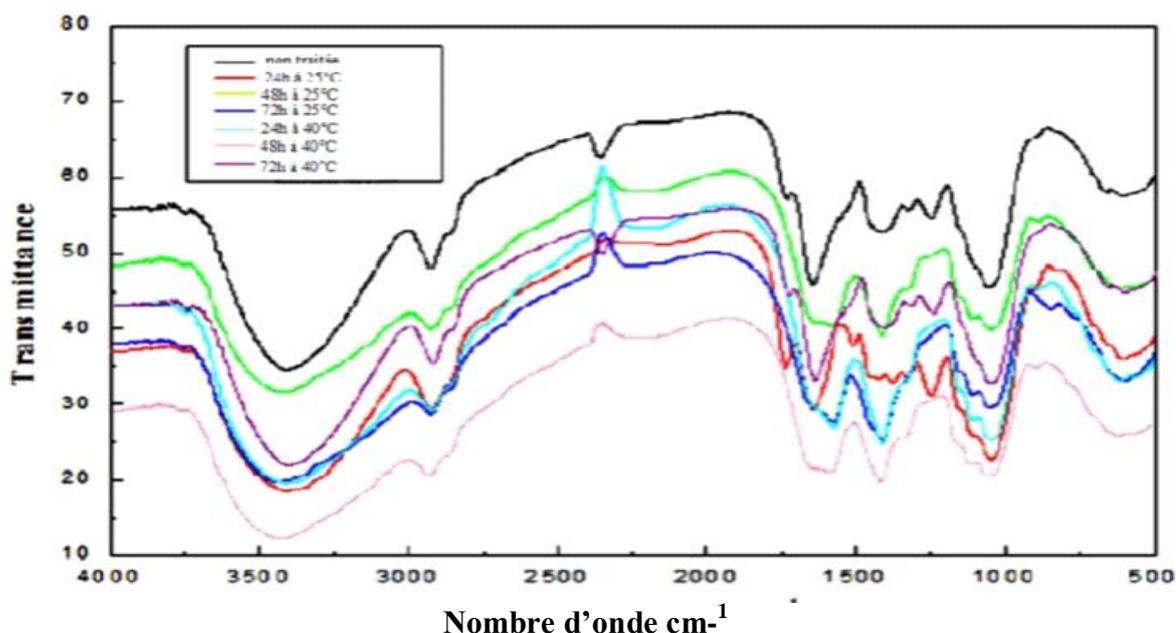


Figure IV.1. Spectres IRTF de farine de Genêt d'Espagne (GE) non traitée et traitée par le NaOH.

Si on observe soigneusement les spectres, on constate que la structure de farine de Genêt d'Espagne a changé après le processus de traitement. D'abord, le pic à 3400 cm^{-1} assigné à la vibration du groupe hydroxyle (-OH) lié à la cellulose, et le pic à 1052 cm^{-1} assigné à la vibration d'élongation du groupement (C-O) de l'hémicellulose et de la lignine sont nettement réduits de fait de l'élimination de l'hémicellulose et de la lignine.

On remarque aussi une bande à 2358 cm^{-1} qui est attribuée au groupement (H_2CO_3) de CO_2 et H_2O dans l'atmosphère. On constate aussi la présence d'un pic à 1737 cm^{-1} qui est associé à la

vibration d'élongation des groupements carbonyles (C=O) des groupes acétyles des substances d'hémicelluloses (xylanes) ou de pectine dans la farine de Genêt d'Espagne.

Par ailleurs, on observe qu'avec le traitement, la disparition de cette bande dans le cas de la charge traitée. Les spectres de l'IRTF des travaux de **Boumerdassi** et ses collaborateurs [38] qui ont élaboré et caractérisé des composites biodégradables à base de polystyrène (PS), illustrent les mêmes pics.

Une faible bande entre 1423 et 1412 cm^{-1} due à une déformation dans le plan du groupement (-CH₂) de la lignine.

Ensuite, les pics à 1577 et 1507 cm^{-1} correspondants à la vibration d'élongation symétrique des liaisons C=C du noyau aromatique dans la lignine. Le pic à 1248 cm^{-1} correspondant à la vibration du groupe acétyle et le pic à 1154 cm^{-1} lié à la vibration du pont asymétrique dans la cellulose et l'hémicellulose (C-O-C). Également, les vibrations d'élongation asymétrique correspondantes aux liaisons (C-H) des segments de la cellulose ou de la lignine vers 2926 cm^{-1} , diminuent après le traitement. Ces résultats montrent que le traitement permet d'éliminer partiellement l'hémicellulose et la lignine. Enfin, un pic vers 615 cm^{-1} lié à la rotation et la déformation du groupement (-OH) hors du plan. Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés par **Madhuban** et ses collaborateurs [39] et aussi par **Corrales** et ses collaborateurs [40].

IV.3. Propriétés thermiques (DSC)

IV.3.1. Effet du taux de farine

Les mesures de DSC ont été réalisées afin d'étudier l'effet de l'introduction de farine de Genêt d'Espagne sur le point de fusion et le taux de cristallinité de la matrice thermoplastique PEBD.

D'après la figure IV.2, on voit clairement que l'augmentation de la teneur en farine non traitée des composites PEBD/GE n'a pas une grande influence sur l'allure du pic ou sur la valeur de la température de fusion T_f . Ces résultats s'accordent avec ceux présentés par **Bendahou** et ses collaborateurs [41], **Avérus** et ses collaborateurs [42] et **Digabel** et ses collaborateurs [43].

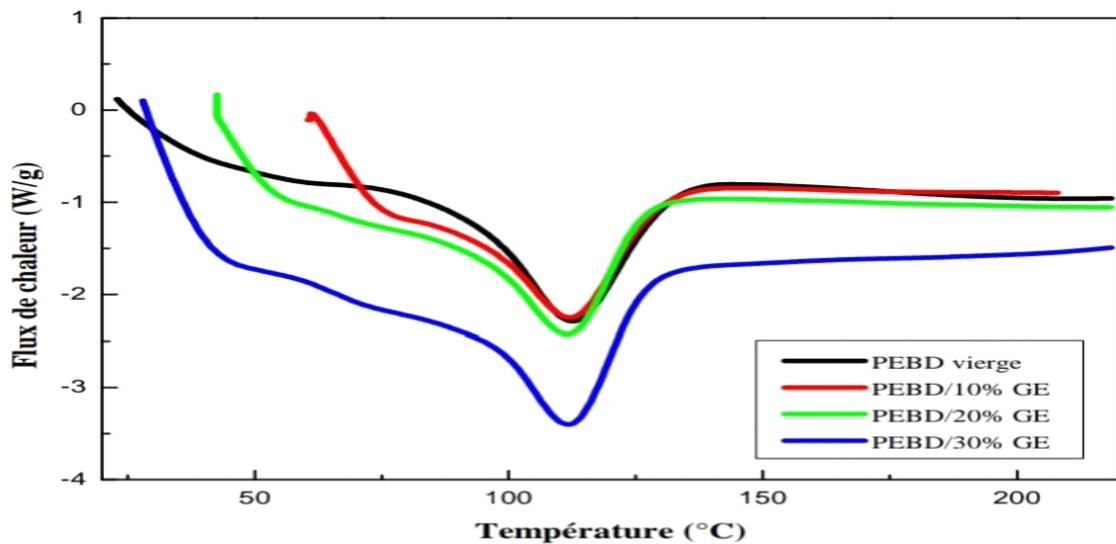


Figure IV.2. Thermo-grammes DSC du PEBD et des composites PEBD/GE à farine non traitée.

IV.3.2. Effet du temps de traitement

Les figures IV.3-IV.4-IV.5 montrent la comparaison des thermo-grammes DSC des composites PEBD/GE à farine traitée par NaOH à 25°C et à différents temps. D'après ces figures, on remarque que le temps de traitement n'a pas d'effet sur la température de fusion. Le tableau IV.1 illustre les valeurs de la température de fusion à différents passages, des enthalpies de fusion et du taux de cristallinité des composites PEBD/GE à farine traitée par NaOH à 25°C et à différents temps.

D'après les valeurs du tableau IV.1, on constate que le traitement alcalin de la surface de la farine n'a pas une grande influence sur le taux de cristallinité. Dans la littérature, différents auteurs (**Liu** et ses collaborateurs [44], **Peyratout** et ses collaborateurs [45], **Avérous** et ses collaborateurs [42]) ont aussi observé ce comportement avec du polypropylène chargé avec des fibres cellulosiques.

Dányádi et ses collaborateurs [46] ont étudié l'adhésion et la compatibilisation entre le polypropylène et les fibres de bois, ils ont remarqué le même comportement des composites PP/fibres de bois avec l'ajout d'un agent de compatibilisation.

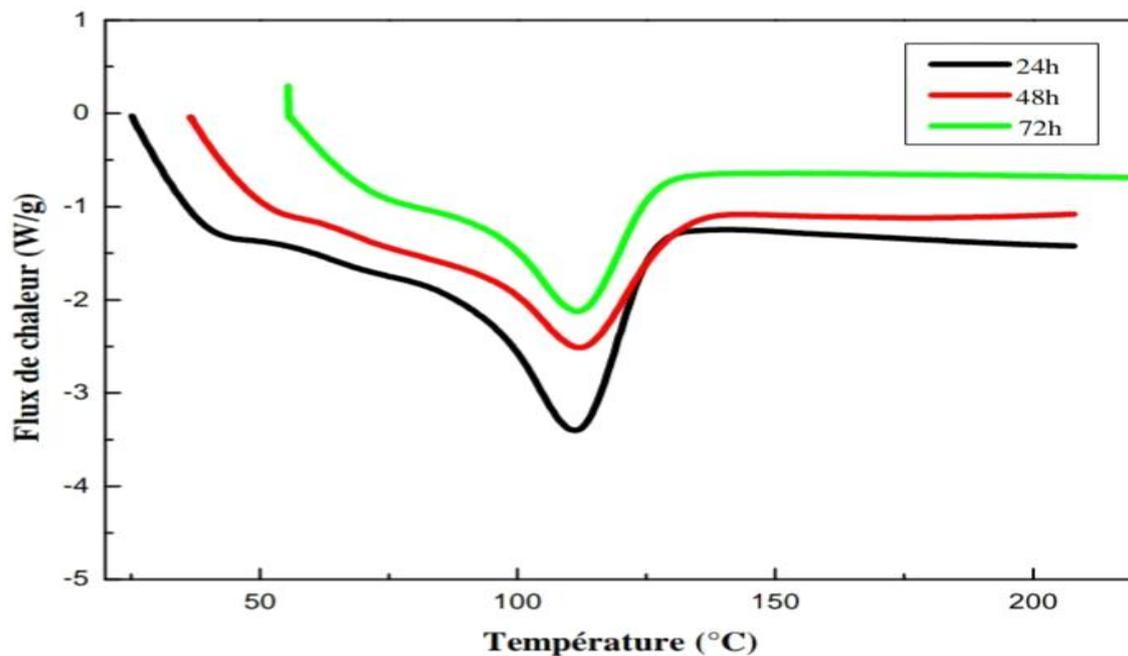


Figure IV.3. Thermo-grammes DSC des composites PEBD/GE (90/10) à farine traitée par NaOH

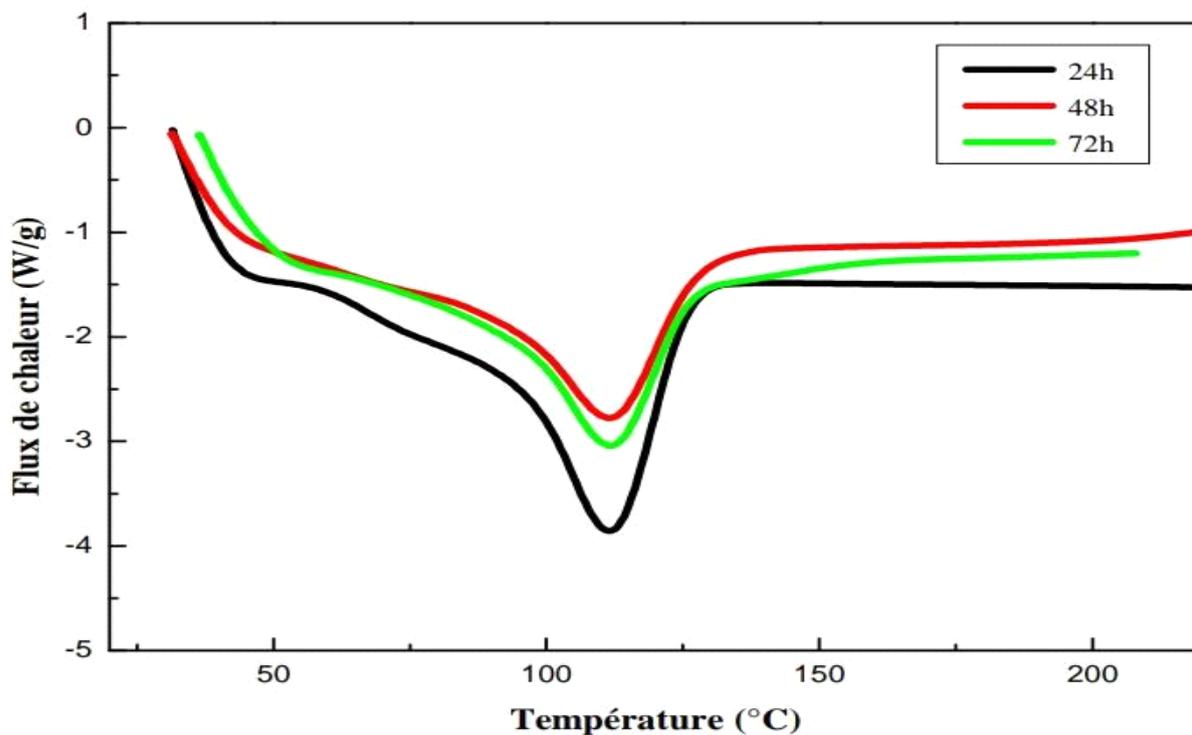


Figure IV.4. Thermo-grammes DSC des composites PEBD/GE (80/20) à farine traitée par NaOH.

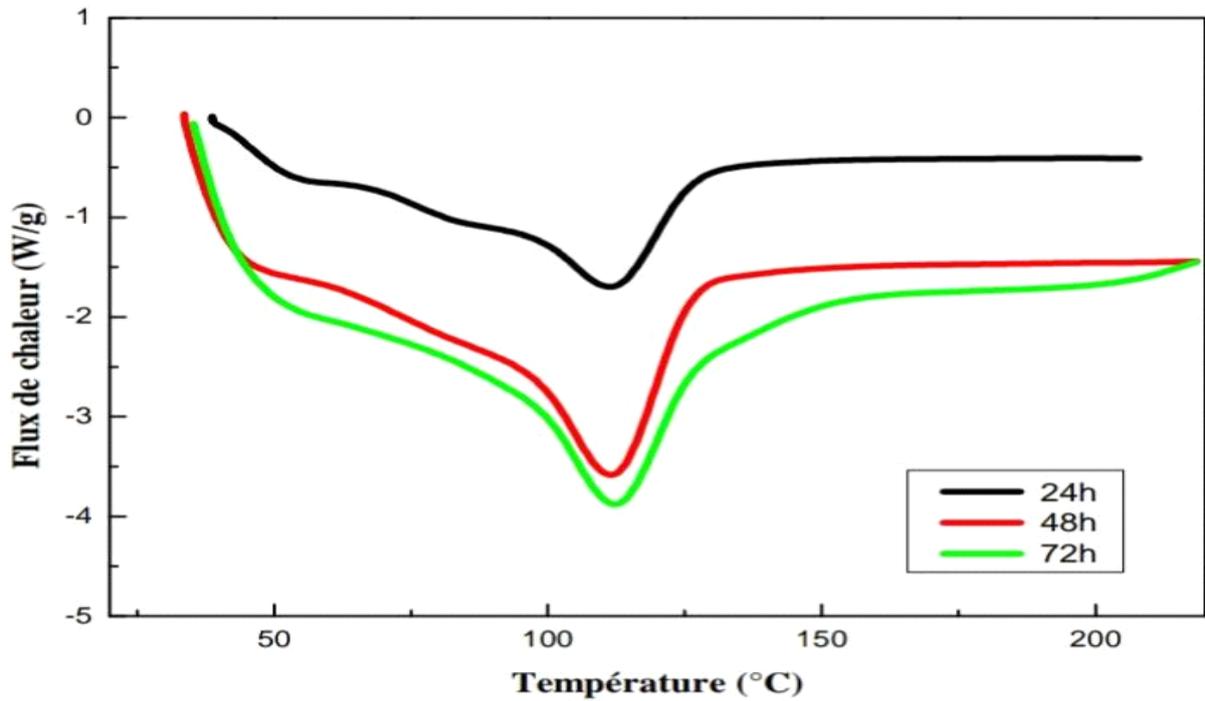


Figure IV.5. Thermo-grammes DSC des composites PEBD/ GE (70/30) à farine traitée par NaOH.

Tableau IV.1. Comparaison de la température de fusion passages et du taux de cristallinité des composites PEBD/GE à traitée par NaOH à 25°C à différents temps.

Echantillons	T_f (°C) 1 ^{er} passage	T_f (°C) 2 ^{ème} passage	ΔH_m (J/g)	X_c (%)
Farine de GE traitée 24h				
PEBD/GE (90/10)	113,00	112,70	100,00	35,71
PEBD/GE (80/20)	112,50	112,30	113,77	40,63
PEBD/GE (70/30)	112,50	113,30	131,80	46,76
Farine de GE traitée 48h				
PEBD/GE (90/10)	113,00	112,70	101,40	36,21
PEBD/GE (80/20)	112,50	112,30	116,00	41,42
PEBD/GE (70/30)	112,50	113,30	135,60	48,42
Farine de GE traitée 72h				
PEBD/GE (90/10)	113,00	112,70	104,07	37,16
PEBD/GE (80/20)	112,50	112,30	118,65	42,37
PEBD/GE (70/30)	112,50	113,30	132,87	47,45

IV.4. Propriétés mécaniques

IV.4.1. Test de traction

IV.4.1.1. Effet du taux de farine

L'effet du taux de farine de GE sur la variation de la contrainte à la rupture du composite polyéthylène bas densité/farine de Genêt d' Espagne (PEBD/GE) est représenté par la figure IV.6. On remarque une diminution de la contrainte à la rupture avec l'augmentation du taux de farine. Ces résultats sont en accord avec beaucoup de travaux qui expliquent par le fait que la farine crée des défauts dans la matrice du polymère et réduit les interactions interchaînes, ce qui provoque une diminution des propriétés mécaniques. Particulièrement pour les charges végétales composées essentiellement de la cellulose riche en groupements hydroxyyles (-OH) qui absorbe l'humidité et provoque un gonflement dans la matrice polymérique.

Les figures IV.7 et IV.8, illustrent l'évolution du module d'élasticité et la déformation à la rupture des composites PEBD/GE en fonction du taux de farine non traitée, respectivement. On remarque une augmentation importante du module d'élasticité avec l'accroissement du taux de farine de GE. La rigidité de la farine de GE, qui est supérieure à celle de la matrice thermo-plastique PEBD, va augmenter considérablement celle du matériau composite.

Au même temps, une diminution considérable de la déformation à la rupture empêche l'élasticité du matériau composite. Cette diminution est associée à un changement ductile-fragile dans le comportement du matériau composite. [47-48]. Ces résultats sont en bon accord avec ceux trouvés par **Bendahou** et ses collaborateurs [41] et ceux trouvés par **Chand** et **Dwivedi** [49].

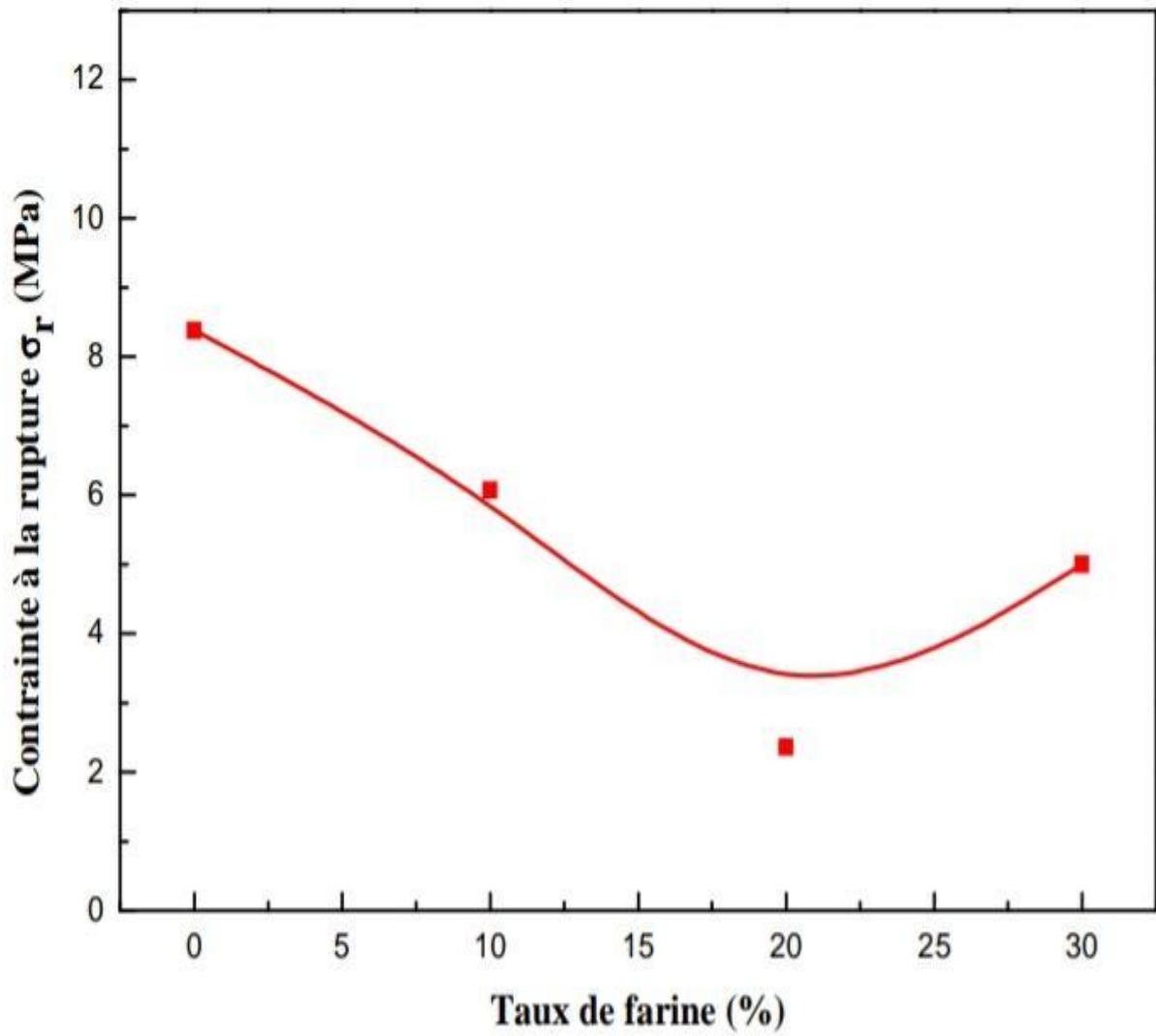


Figure IV.6. Variation de la contrainte à la rupture des composites PEBD/GE en fonction du taux de farine non traitée.

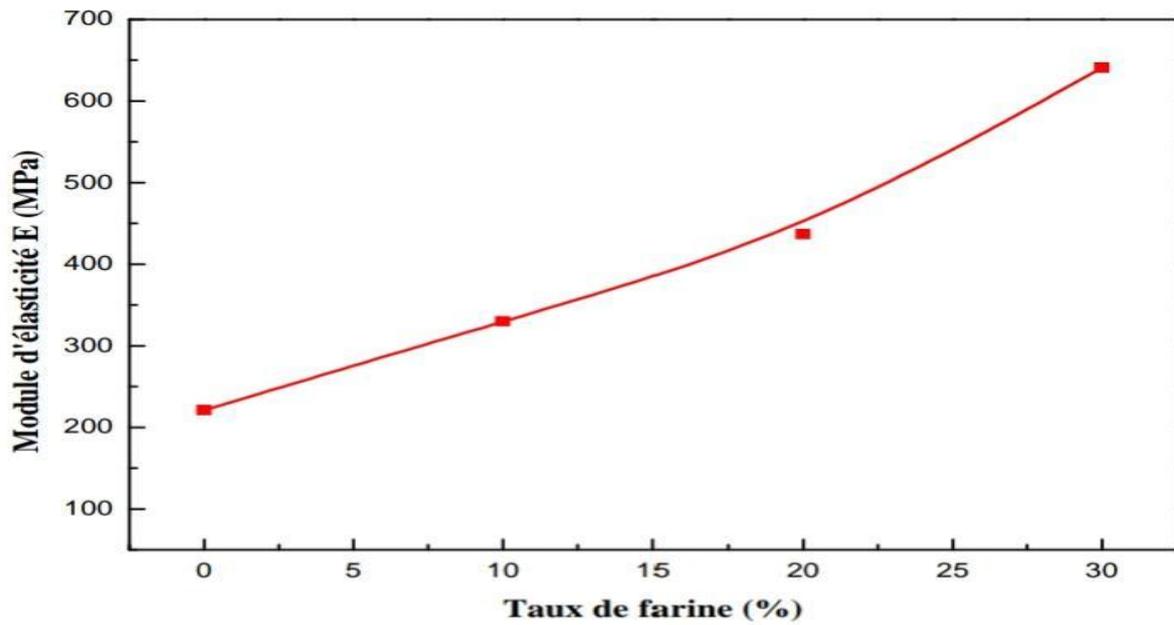


Figure IV.7. Variation du module d'élasticité des composites PEBD/GE en fonction du taux de farine non traitée

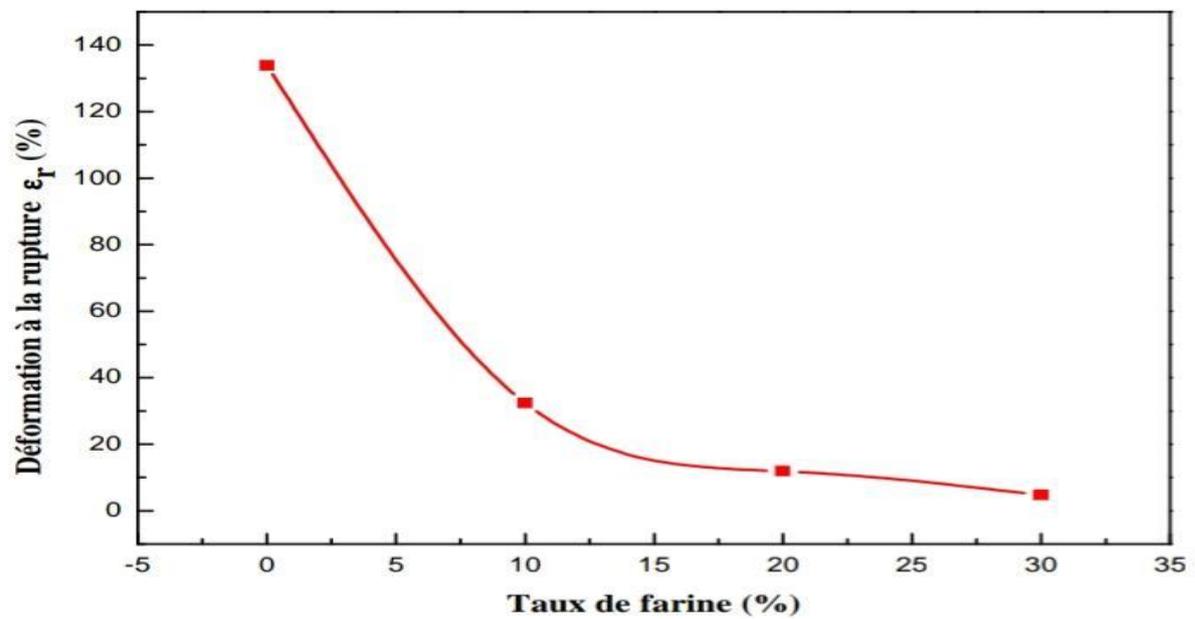


Figure IV.8. Variation de la déformation à la rupture des composites PEBD/GE en fonction du taux de farine non traitée.

IV.4.1.2. Effet du temps de traitement

Les figures IV.9, IV.10 et IV.11, illustrent l'effet du temps de traitement sur la contrainte à la rupture, sur le module d'élasticité et sur la déformation à la rupture des composites PEBD/ GE, respectivement.

D'une façon générale, la modification de la surface de la farine de GE par NaOH a amélioré la contrainte à la rupture, le module d'élasticité et une faible amélioration de la déformation à la rupture des composites PEBD/GE par rapport aux composites à farine non traitée. Le traitement de la farine par NaOH, augmente le degré de fibrillation et diminue le taux de lignine ce qui mène à une meilleure dispersion de la farine dans la matrice de PEBD. Ainsi, la formation d'une certaine adhésion interfaciale entre la farine végétale et la matrice polymérique et également un meilleur transfert de contrainte de la matrice à la farine. On peut établir le mécanisme de la réaction entre le NaOH et la charge de GE comme suit (schéma IV.1):



Schéma IV.1. Réaction entre le NaOH et la charge de GE.

Les résultats du test de traction sont en accord avec ceux trouvés par **Habibi** et ses collaborateurs [50] et aussi par **Panaitescu** et ses ces collaborateurs [51], et par **Chand** et **Dwivedi** [49].

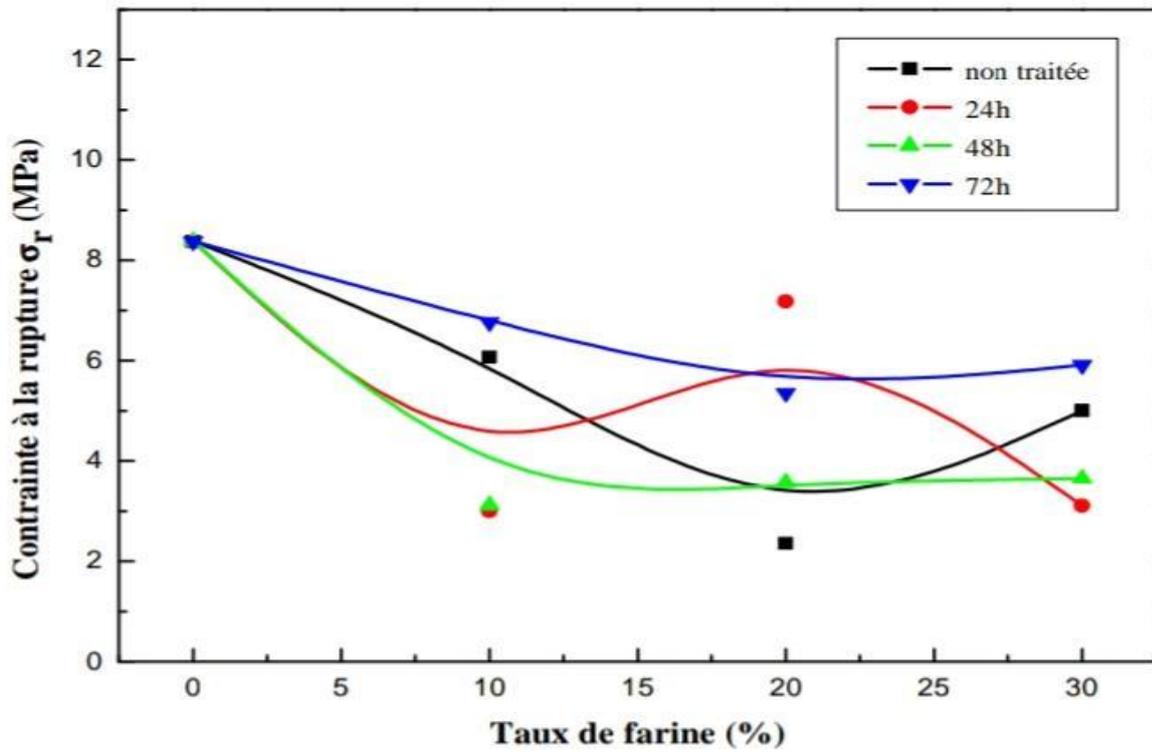


Figure IV.9. Variations de la contrainte à la rupture des composites PEBD/GE en fonction du taux de farine non traitée et traitée par NaOH à 25°C.

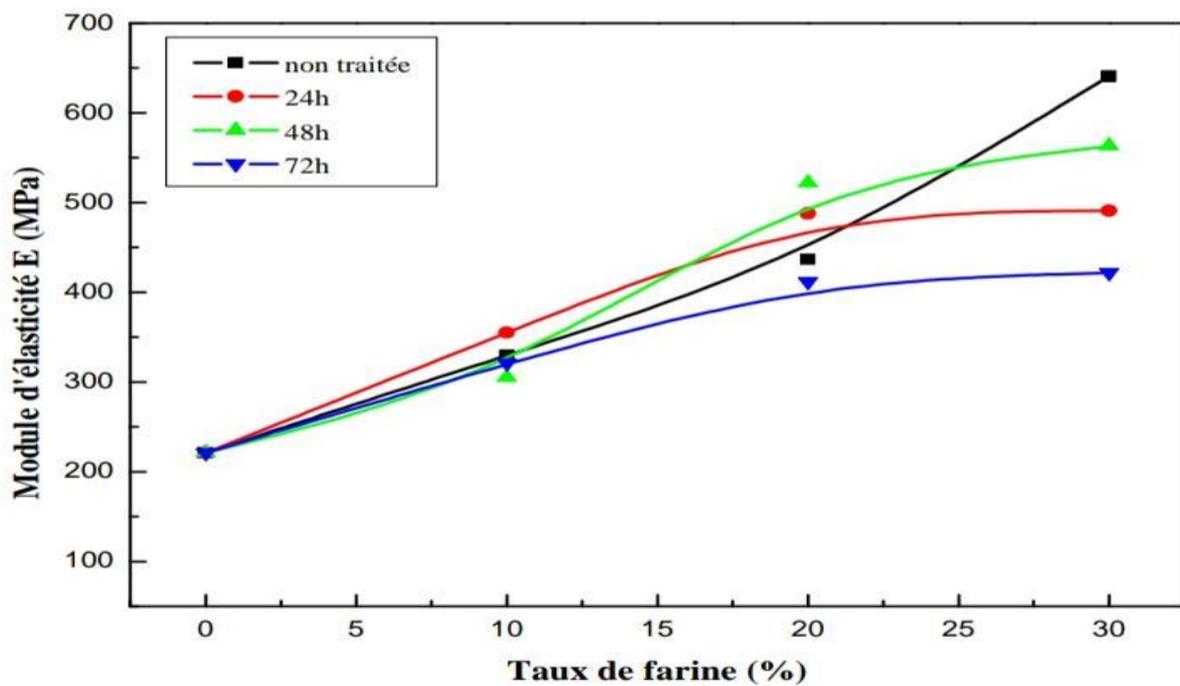


Figure IV.10. Variations du module d'élasticité des composites PEBD/GE en fonction du taux de farine non traitée et traitée par NaOH à 25°C.

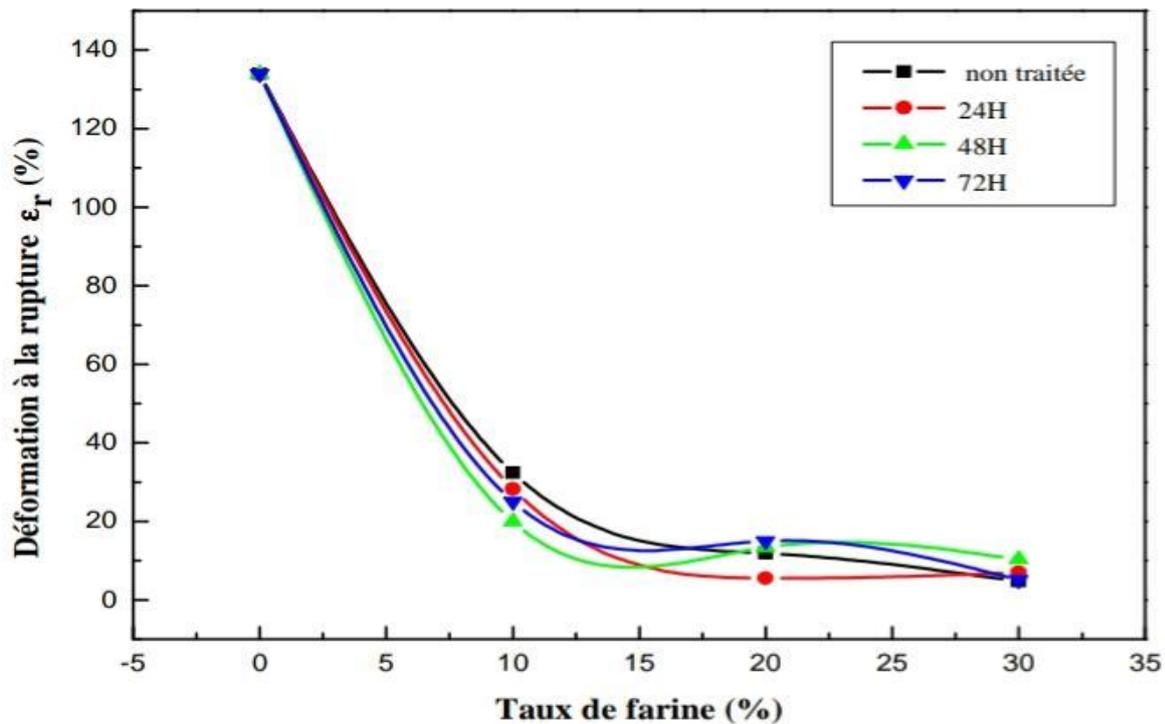


Figure IV.11. Variations de la déformation à la rupture des composites PEBD/GE en fonction du taux de farine non traitée et traitée par NaOH à 25°C.

IV.4.2. Test de choc

IV.4.2.1. Effet du taux de farine

La figure IV.12 et le tableau IV.2 rassemblent les résultats du test de choc (Izod) des éprouvettes des composites PEBD/GE non entaillées et entaillées. On observe que les éprouvettes non entaillées de la matrice pure et des composites à des taux de farine non traitée (10%) n'ont pas subi de rupture.

Les résultats des propriétés au choc sont similaires à ceux de la déformation à la rupture. Les composites avec un taux de farine élevé ont des valeurs de la résistance au choc plus faibles. La charge de Genêt d'Espagne qui a une rigidité supérieure à celle du polyéthylène, augmente considérablement la rigidité du matériau composite, ce qui provoque également une diminution de la résistance au choc. Aussi on remarque que les éprouvettes entaillées ont montré une

résilience inférieure que ceux non entaillés. Car l'énergie des éprouvettes entaillées présente seulement la propagation de la fissure, tandis que celle des spécimens non entaillés comprend l'initiation et la propagation de la fissure.

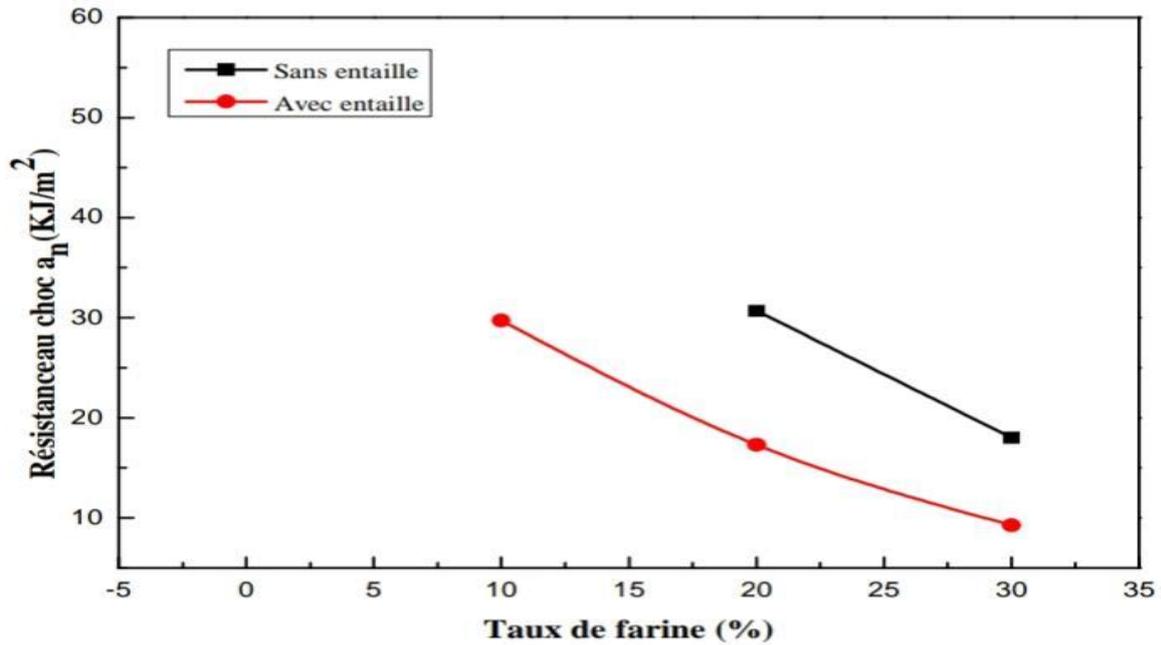


Figure IV.12. Variations de la résistance au choc (Izod) des composites PEBD/GE en fonction du taux de farine non traitée (avec et sans entaille).

Tableau IV.2. Valeurs de la résistance au choc (Izod) des éprouvettes non entaillées et entaillées du PEBD et des composites PEBD/GE à farine non traitée.

Composites	a_n (KJ/m^2)	a_k (KJ/m^2)
PEBD/GE (100/0)	Pas de rupture	Pas de rupture
PEBD/GE (90/10)	Pas de rupture	29,72
PEBD/GE (80/20)	30,67	17,28
PEBD/GE (70/30)	18,01	9,25

IV.4.2.2. Effet du temps de traitement

La modification de la surface de la charge végétale par le traitement alcalin, montre une amélioration de la résistance au choc des composites à farine traitée par rapport à ceux à charge non modifiée, ceci est représenté sur les figures V.13 et V.14. Il est clair que la résistance au choc est très influencée par l'interface entre les deux phases. Le comportement à l'interface farine-polymère absorbe une énergie au choc importante dans les composites à farine traitée. Le traitement de la farine améliore la compatibilité et favorise la capacité à dissiper l'énergie lors de la fracture.

D'autre part, nous remarquons que la résistance au choc est influencée par le temps de traitement. Un temps de traitement de 24 et de 48 heures montre des valeurs de résistance au choc les plus élevées que celles du temps de traitement 72 heures. Ceci est peut être dû à la fragilisation de la farine, un temps de traitement long provoque une diminution importante de la lignine, ce qui fragilise la charge. Ces résultats sont accord avec ceux trouvés par **Panaïtescu** et ses collaborateurs [51].

Kuan et ses collaborateurs [52] ont modifié chimiquement la surface de fibres de bois par l'utilisation d'agent de couplage (vinyltriméthoxysilane). Les résultats de test de choc (Izod) ont montré une augmentation de la rigidité des matériaux composites PEBD/fibres de bois traitées par rapport aux composites à fibres non traitées. Aussi les travaux de **Bengtsson** et **Oksman** [53] ont montré que le traitement des fibres par le silane, améliore la résistance au choc des composites PEHD/fibres de bois.

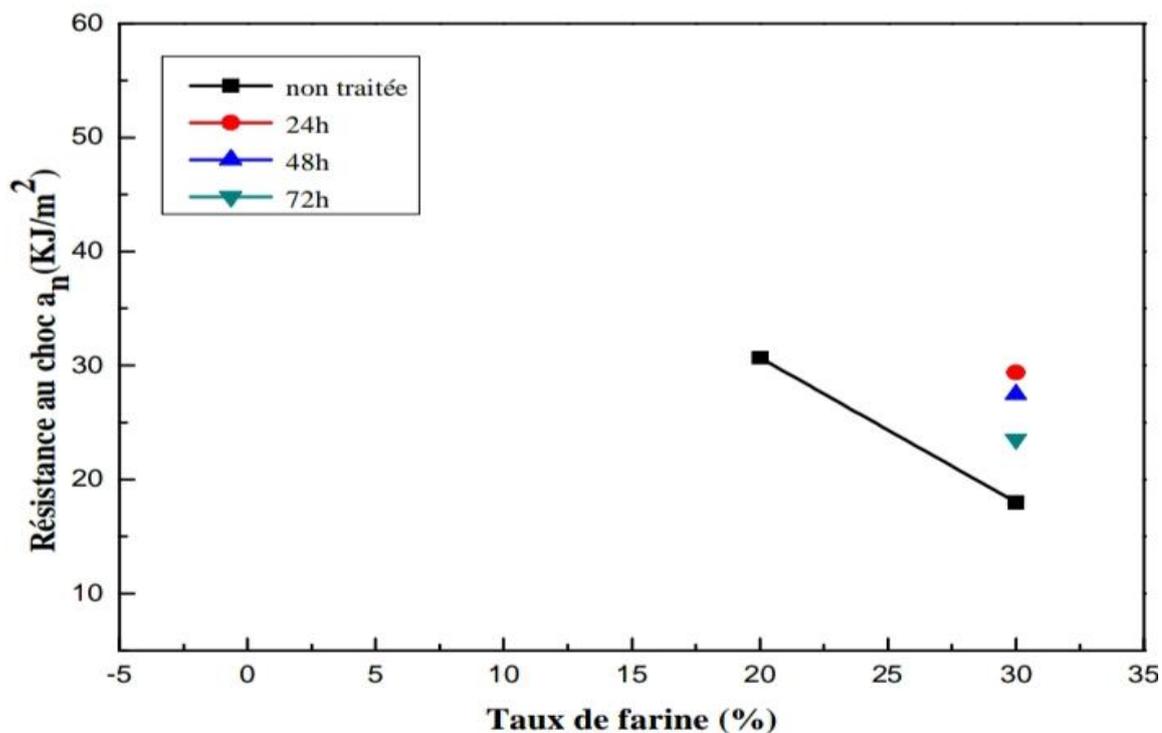


Figure IV.13. Variations de la résistance au choc (Izod) des composites PEBD/GE en fonction du taux de farine non traitée et traitée par NaOH (sans entaille).

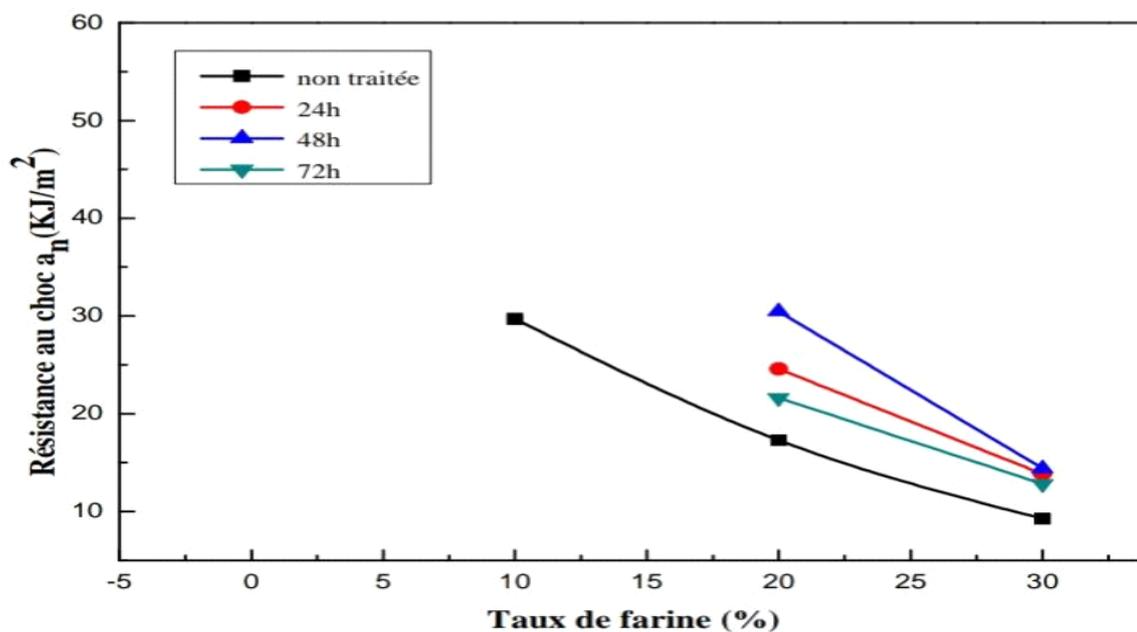


Figure IV.14. Variations de la résistance au choc (Izod) des composites PEBD/GE en fonction du taux de farine non traitée et traitée par NaOH (avec entaille).

Conclusion générale

Conclusion générale

L'étude réalisée dans ce travail avait pour objectif d'élaborer des composites à base de polyéthylène basse densité renforcé par la farine de Genêt d'Espagne. Nous nous sommes intéressés particulièrement au problème d'adhésion à l'interface farine /matrice. Par ailleurs, la farine du Genet d'Espagne a été traitée par un traitement alcalin par des solutions de NaOH. Aussi nous avons utilisé le PE-g-MA comme agent de compatibilisation. La mise en évidence de la modification a été examinée par l'analyse IRTF, DSC et l'impact des traitements sur les propriétés mécaniques, thermiques ont été de même étudiés.

Compte tenu des résultats obtenus, on peut conclure que :

Les résultats en infrarouge ont montré que la structure de la farine de Genêt d'Espagne a changé après le processus de traitement.

L'étude des propriétés mécaniques (traction) a montré que la contrainte et l'allongement à la rupture des composites diminuent avec l'augmentation du taux de farine. Mais il y a une certaine amélioration de ces derniers par le traitement. Le module d'élasticité croît progressivement.

L'étude des propriétés mécaniques (choc) a montré que la résistance au choc a diminué avec l'augmentation du taux de farine non traitée. Mais il y a une amélioration de cette dernière par la modification. Aussi, les résultats de la résistance au choc des composites ont montré une augmentation de cette dernière après absorption d'eau.

Références bibliographie

Références Bibliographiques

- [1] M. Bouterfa (2011) Etude de la détermination du paramètre d'interaction entre deux polymères par voie mécanique Effet du compatibilisant sur ce paramètre, Thèse Magister, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas-Sétif-1, pp. 12.
- [2] S. Ikhlef (2011) Etude du comportement de composites PEBD/FARINE DE GENET d'ESPAGNE avant et après traitement, Thèse Magister, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas-Sétif-1, pp. 1.
- [3] C. Ihemouchene (2009) Effet du traitement de surface sur les propriétés physico-mécaniques et thermiques des composites Polyéthylènes Haute Densité / Farine de Grignon d'Olive, Thèse Magister, Option Génie des Polymères, Université Abderrahmane Mira-Bejaia, pp.1.
- [4] L. Amazouz (2018) Etude comparative des propriétés de deux polymères (PEHD et PEBD) et de leur mélange, Thèse Licence professionnalisant, Département de Génie des Procédés, Université Akli Mohand Oulhadj- Bouira, pp. 2.
- [5] H. Saci (2017) Préparation et caractérisation thermique du polyéthylène basse densité modifié par réticulation, Thèse Doctorat, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas de Sétif-1, pp. 1.
- [6] S. Bouhank (2017) Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d'Espagne : Formulations et caractérisations, Thèse Doctorat, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas-Sétif 1, pp.04.
- [7] L. Yahiaoui (2011) Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss), Thèse Magister, L'institut d'optique et de Mécanique de précision, Université Ferhat Abbas –Sétif-1, pp.13.
- [8] D.E.AIZI (2017) Extraction, caractérisation morphologique, physico-chimique et mécanique des fibres caulinaires de Retama monosperma L. Boiss, Thèse Doctorat, Département de Biotechnologie, Université des Sciences et de la Technologie d'Oran Mohamed Boudiaf, pp.08.
- [9] K. Messaoudi (2020) Mise en œuvre et caractérisation de micro-nano composites à base de farines végétales (Genêt d'Espagne et Bois) et de silicate lamellaire nanométrique, Thèse Doctorat, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas – Sétif-1, pp.05.

- [10] M. Bedreddine (2020) Etude et caractérisation de nouveaux bio-composites farine de Genêt d'Espagne – Polymère biodégradables, Thèse Doctorat, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas-Sétif-1, pp.17.
- [11] N. Duy Cuong (2016) Caractérisation de l'interface fibre/matrice. Application aux composites polypropylène/chanvre, Thèse Doctorat, Spécialité Matériaux, Mécanique, Optique et Nanotechnologie, Université de Technologie de Troyes, pp.07.
- [12] A. Fali, A. A. Merzoug (2019) Etude de l'effet du traitement sur le comportement physico-chimique et mécanique d'une fibre végétale, Thèse Master, Département de Génie Mécanique, Université de M'sila, pp.12-14.
- [13] S. Zebbar- Nekkaa (2007) Etude des propriétés d'un nouveau matériau composite à base de polypropylène renforcé par des fibres végétales locale le Genêt d'Espagne, Thèse Doctorat d'Etat, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas Sétif, pp.148.
- [14] P. Ozenda (1983) Flore du sahara, 2ème Edition du centre national de la recherche scientifique, quai anatole France 75700 Paris, pp.15.
- [15] P. Fourier (1999) Le livre des plantes médicinales et vénéneuses de France _II, Le chevalier-Paris, pp.220.
- [16] H.N. Dhakal, Z.Y. Zhang et N. Bennett (2012) Influence of fibre treatment and glass fibre hybridisation on thermal degradation and surface energy characteristics of hemp/unsaturated polyester composites, Composites Part B: Engineering, Vol. 43, pp.2757–2761.
- [17] P. Matheus, P. Vinicios, Z .Mara et Z. J. Ademir (2011) Crystalline properties and decomposition kinetics of cellulose fibers in wood pulp obtained by two pulping processes, Polymer Degradation and Stability, vol. 96, pp. 679-685.
- [18] Wikipedia, Genêt d'Espagne, Disponible sur : [https:// fr. m. wikipedia. Org/wiki/Spartium_junceum](https://fr.m.wikipedia.org/wiki/Spartium_junceum), Consulté le 12/06/2021.
- [19] Wikipedia, Genêt d'Espagne, Disponible sur : [https:// jardinage. Lemonde. Fr/dossier-1641-genet-espanage-spartium-junceum. Html](https://jardinage.lemonde.fr/dossier-1641-genet-espanage-spartium-junceum.html), Consulté le 12/06/2021.
- [20] Nature Jardin, Genet d'Espagne, Disponible sur : [http:// nature. Jardin. Free. Fr/ arbuste/ ftspartium. html](http://nature.jardin.free.fr/arbuste/ftspartium.html), Consulté le : 14/06/2021.

- [21] A. Fadel (2014) Influence des diverses modifications du genet d'Espagne sur les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermiques de composites a matrice thermoplastique, Thèse Magister, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas-Sétif-1, pp.06.
- [22] S.A. Paul, A. Boudenne, L. Ibos, Y. Candau, K. Joseph, et S. Thomas (2008) Effect of fiber loading and chemical treatments on thermophysical properties of Banana fiber/polypropylene commingled composite materials, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 39, pp. 1582-1588.
- [23] M. Bourgeois (2011) Fibres agro sourcées. *Techniques de l'Ingénieur*, N2 520, Paris, pp. 1-11.
- [24] R. KUENY (2013) Bio composites: composites de hautes technologies en renfort de fibres naturelles et matrice de résines naturelles, Thèse Doctorat, Département de Formation Doctorale Sciences du Bois, Université de Lorraine, pp.10.
- [25] M. I. Beddiar, H. Heraiz (2018) Élaboration et caractérisation des bio composites à matrice polyéthylène (PE) renforcées par des fibres végétales, Thèse Master, Département de Génie Mécanique, Université Mohamed Boudiaf-M'sila, pp. 03.
- [26] D. C. Miles J. H. Briston (1968) *Technologie des polymères*, Editions Dunod, Paris, pp. 133-155.
- [27] K. Hettak, A. Abderrahmane (2018) Caractérisation du polyéthylène basse densité soumis aux irradiations ultraviolettes, Département d'Electrotechnique, Université Mouloud Mammeri de Tizi-ouzou, pp. 25.
- [28] A. Dufresne, D. Pasquini, Eliangela de Morais Teixeira, Antonio Aprigio da Silva Curvelo, Mohamed Naceur Belgacem (2008) Surface esterification of cellulose fibres: Processing and characterisation of low-density polyethylene/cellulose fibres composites, *Département Science and Technology*, pp. 68, 193–201.
- [29] Wikipedia, économie, Disponible sur : [https:// www. Polyvia .fr/fr/ economie/ prix-du-plastique-les-predictions-2021](https://www.Polyvia.fr/fr/economie/prix-du-plastique-les-predictions-2021), Consulté le : 02/07/2021.
- [30] F. Madi (2014) Étude et quantification de la diffusion du CHIMASSOB 81 dans le polyéthylène basse densité, Thèse Master, Département de Génie des Procédés, Université A. Mira Bejaia, pp. 04.

- [31] A. Nechad (2009) Elaboration d'une membrane de filtration d'eau à base de polyéthylène à basse densité et de gypse de Bouzgaïa, Thèse Magister, Université Hassiba Benbouali, Chlef, pp. 35.
- [32] J.P. Arlie (1987) Les thermoplastiques de grand tonnage, 2ième édition, Editions Technip, pp. 27-34.
- [33] W. Sait (2019) Production, impression et caractérisation de différents types des films polyéthylène (PEBD), Thèse Licence professionnalisant, Département Technologie Chimique industrielle, Université Akli Mohand Oulhadj-Bouira, pp. 13-14.
- [34] M. Carrega (2000) Matériaux polymères, Edition Dunod, Paris, pp. 145-160.
- [35] J. P. Tratignon, P. Verdu et A .J. M. Dobraczynki (1989) Matières plastiques, Nathan, 4ième édition, Paris, pp.40- 41.
- [36] L. Amazouz (2018) Etude comparative des propriétés de deux polymères (PEHD et PEBD) et de leur mélange, Thèse de Licence professionnalisant, Département de Génie des procédés, Université Akli Mohand Oulhadj- Bouira, pp.13.
- [37] S. Ikhelf (2019) Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale farine de Genêt d'Espagne/matrice thermoplastique, Thèse Doctorat, Département de Génie des Procédés, Université Farhat Abbas-Sétif 1, pp. 37-38.
- [38] K. Boumerdassi, A. Serier et M. Serier (2008) Elaboration et Caractérisation de Composites Biodégradables, Congrès GFP (Groupe Français des Polymères), France, pp.1-2.
- [39] S.K. Madhuban, S.K. Bhaduri, S.K. Banerjee et K.P. Sao (1985) Acetylation of Jute and Infrared Spectra of Acetylated Jute, Indian Journal of Textile Research, vol. 10, n°68, pp. 68-70.
- [40] F. Corrales, F. Vilaseca, M. Lop, J.A. Méndez et P. Mutjè (2007) Chemical modification of Jut Fibers for the Production of Green-Composites, Journal of Hazardous Materials, vol. 144, n°3, pp. 730-735.
- [41] A. Bendahou, Y. Habibi, H. Kaddami et A. Dufresne (2009) Matériaux composites à base des fibres Lignocellulosiques et de Matrices Thermoplastiques (PP et PEBD), Revue Roumaine de Chimie, vol. 54, n°7, pp. 557-563.
- [42] L. Avérous, C. Fringant et L. Moro (2001) Plasticized Starch-Cellulose Interactions in Polysaccharide Composites, Polymer, vol. 42, n°15, pp. 428-436.

- [43] F.L. Digabel, N. Boquillon, P. Dole, B. Monties et L. Avérous (2004) Properties of Thermoplastic Composites Based on Wheat-Straw Lignocellulosic Fillers, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 93, n°1, pp. 428-436.
- [44] H. Liu, Q. Wua et Q. Zhang (2009) Preparation and Properties of Banana Fiber-Reinforced Composites Based on High Density Polyethylene (HDPE)/Nylon-6 Blends, Vol. 1, n°23, pp. 6088-6097.
- [45] C.S. Peyratout, M.L. Troedec, T. Chotard, J.P. Bonnet et A. Smith (2007) Modification Physico-Chimique des Interactions Entre les Fibres de Chanvre et la Chaux : Impacts sur les propriétés Mécaniques des Mortiers, 18^{ème} Congrès Français de Mécanique, France, pp. 1-5.
- [46] L. Dányádi, T. Janecska, Z. Szabóc, G. Nagy, J. Móczó et B. Pukánszky (2007) Wood Flour Filled PP Compositod: Compatilization and Adhesion, *Composites Science and Technology*, Vol. 67, n°13, pp. 2838-2846.
- [47] X. Colom, F. Carrasco, P. Pagès et J. Canavate (2003) Effects of Different Treatments on the Interface of HDPE/Lignocellulosic Fibre Composites, *Composites Science and Technology*, Vol. 63, n° 2, pp. 161-169.
- [48] K. Oksman, C. Clemons (1998) Mechanical Properties of Impact Modified Polypropylene-Wood Flour Composites, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 67, n°9, pp. 1503-1513.
- [49] N. Chand, U. K. Dwivedi (2006) Effect of Coupling Agent on Abrasive Wear Behaviour of Chopped Jute Fibre-Reinforced Polypropylene Composites, *Wear*, Vol. 261, n°10, pp. 1057-1063.
- [50] Y. Habibi, W. K. El-Zawawy, M. M. Ibrahim et A. Dufresne (2008) Processing and Characterization of Reinforced Polyethylene Composites Made With Lignocellulosic Fibres from Egyptain Agro-Industrial Residues, *Composites Science and Technology*, Vol. 68, n° 7-8, pp. 1877-1885.
- [51] D. M. Panaitescu, M. Iorga, Z. Vuluga, D. Donescu, M. Dan, S. Serban et D. Florea (2007) L'Effet de l'Interface dans les Composites de Fibres Naturelles et de Matières Plastiques, *Revue Roumaine de Chimie*, Vol. 52, n° 4, pp. 409-414.

[52] C.F. Kuan, H.C. Kuan, C.C.M. Ma et C.M. Huang (2006) Mechanical, Thermal and Morphological Properties of Water-Crosslinked Wood Flour Reinforced Linear Low-Density Polyethylene Composites, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 37, n°10, pp. 1696-1707.

[53] M. Bengtsson, K. Oksman (2006) The Use of Silane Technology in Crosslinking Polyethylene/Wood Flour Composites, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 37, n° 5, pp. 752-765.