

**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**

En vue de l'obtention du diplôme de  
**Master**

**En : Génie des Procédés  
Option : Génie des Matériaux**

**Thème**

**Préparation et caractérisation des composites à  
base d'un renfort végétale méditerranéen**

**Présenté par :**

IDIR Ibtissem  
BOUCHERGUINE amazigh

**Encadré par :**

Dr. D. HAMMICHE  
Pr. A. BOUKERROU

**Devant le jury**

**Présidente : Dr. N. BOUZIDI**

**Examinatrice : Dr. Ch. IHAMOUCHE**

**Année Universitaire : 2018/2019**

# Sommaire

|   |          |
|---|----------|
| Liste des figures   |          |
| Liste des tableaux  |          |
| Liste des schémas   |          |
| Liste des abréviations  |          |
| Introduction générale .....                                       | 1        |
| <b>Chapitre I : Etude bibliographique sur les composites.....</b> | <b>3</b> |
| I.1. Généralités sur les matériaux composites.....                | 3        |
| I.2. Définition d'un matériau composite.....                      | 3        |
| I.3. Caractéristiques d'un matériau composite.....                | 4        |
| I.4. Les composants d'un matériau composite.....                  | 4        |
| I.4.1. La matrice.....  | 4        |
| I.4.1.1. La matrice thermodurcissable.....                        | 5        |
| I.4.1.2. La matrice thermoplastique.....                          | 5        |
| ➤ Le polyéthylène .....   | 6        |
| 1. Définition.....  | 6        |
| 2. Mécanisme de la polymérisation de l'éthylène.....              | 6        |
| 3. Type de polyéthylène.....                                      | 7        |
| 4. Les principales propriétés des différents polyéthylènes.....   | 8        |
| 5. Caractéristiques générales des polyéthylènes.....              | 8        |
| I.4.2. Les renforts.....  | 9        |
| I.4.2.1. Les fibres Végéta.....                                   | 10       |
| I.4.2.1.1. Compositions chimique de la fibre végétale.....        | 10       |
| • Cellulose.....  | 11       |
| • Hémicellulose.....  | 12       |
| • Les lignines.....   | 12       |
| I.4.2.1.2. Utilisations des fibres végétale.....                  | 13       |
| I.4.2.1.3. Classification des fibres végétales.....               | 13       |
| I.4.2.1.4. Avantages et inconvénients des fibres végétales.....   | 14       |
| I.4.3. L'arganier.....  | 15       |
| I.4.3.1. Généralités sur l'arganier.....                          | 15       |
| I.4.3.2. Aire de répartition de l'arganier.....                   | 15       |

# Sommaire

---

|  |           |
|--|-----------|
| • En Algérie .....   | 16        |
| • En Maroc .....   | 16        |
| I.4.3.3. Exigences climatiques.....                                      | 17        |
| I.4.3.4. Extraction d'arganier.....                                      | 17        |
| I.4.3.5. Les fruits d arganier.....                                      | 17        |
| I.4.3.6. Les déférentes parties de fruit d'arganier.....                 | 18        |
| I.4.4. Adhésion des Interface (matrice / fibre) d'un composites.....     | 19        |
| ✓ Interphases.....   | 19        |
| ✓ Adhésion.....  | 19        |
| I.5. Les paramètres influencent sur les matériaux composites.....        | 20        |
| I.5.1. Influence du taux de renfort.....                                 | 20        |
| I.5.2. Influence de l'orientation et de la dispersion du renfort.....    | 20        |
| I.5.3. L'effet de l'humidité.....  | 21        |
| I.5.4. Adhésion fibre-matrice.....                                       | 21        |
| <b>Chapitre II :matériaux utilisés et techniques expérimentales.....</b> | <b>22</b> |
| II.1. présentation des produits utilisés .....                           | 22        |
| II.1.1. polyéthylène a haute densité.....                                | 22        |
| II.1.2. Chlorate de sodium (NaClO <sub>3</sub> ).....                    | 22        |
| II.1.3. Acide sulfurique (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ).....          | 23        |
| II.1.4. Hydroxyde d'ammonium (NH <sub>4</sub> OH).....                   | 24        |
| II.1.5. Hydroxyde de sodium (NaOH).....                                  | 24        |
| II.1.6. Acide chlorhydrique (HCl).....                                   | 25        |
| II.2. Caractérisation de la fibre de coque de noix d'argan (CNA).....    | 26        |
| II.3. Préparations du composite.....                                     | 26        |
| II.3.1. Préparation de la farine à coque de noix d'arganier(CNA).....    | 26        |
| II.3.2. Préparation du mélange (PE/CNA).....                             | 27        |
| ✓ Formulation.....   | 27        |
| ✓ Extrusion.....   | 28        |
| II.3.3. Préparation des films.....                                       | 29        |
| II.4. Techniques de caractérisation.....                                 | 30        |

# Sommaire

---

|   |    |
|---|----|
| II.4.1. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR).....   | 30 |
| II.4.2. Analyse thermogravimétrique (ATG).....  | 31 |
| II.4.3. Absorption d'eau.....   | 32 |
| <b>Chapitre III : discussions des résultats</b>   |    |
| III.1 Introduction.....   | 33 |
| III.2 Caractérisation physico-chimique de la farine de la coque de noix<br>d'argan (CNA).....                 | 33 |
| III.2.1. Caractérisation chimique de (CNA).....   | 33 |
| III.2.2.L'analyse thermogravimétrique (ATG/DTG) de la fibre.....  | 35 |
| • Le themogramme ATG.....   | 35 |
| • Le thermogramme DTG.....  | 36 |
| III.3.L'effet de l'ajout de la fibre d'argan sur la structure chimique de polyéthylène<br>suivi par IFRT..... | 37 |
| III.3.1.Présentation de spectre IFRT de polyéthylène.....   | 37 |
| III.3.2.Présentation des spectres des composites PE-CNA.....  | 38 |
| III.4.Analyse thermogravimétrique (ATG/DTG) PE vierge et PE/CNA.....  | 39 |
| III.4.1.Thermogramme ATG de PE vierge.....  | 39 |
| III.4.2.Thermogramme DTG de PE vierge.....  | 40 |
| III.4.3.Thermogrammes ATG des composites PE/CNA ET PE.....  | 41 |
| III.4.4.Thermogramme DTG.....   | 42 |
| III.5.Absorption d'eau.....   | 43 |
| Conclusion .....  | 45 |

## *Remerciements*

*Avant de commencer tout développement sur cette expérience, nous adressons nos remerciements les plus sincères tout d'abord au « Bon Dieu » le plus puissant de nous avoir guidé vers le chemin du savoir et de nous avoir donné le courage, la patience et la santé qui nous ont été utiles tout au long de notre parcours, et aux êtres les plus chers aux monde : «nos Parents » pour tous les efforts et sacrifices qu'ils ont entrepris afin de nous voir réussir. Nous les remercions pour l'éducation qu'ils nous ont prodigué.*

*Nous remercions aussi notre encadreur Mm D.Hammiche pour leur disponibilité à tout moment, leur soutien moral et leurs encouragements, je leur exprime mon entière reconnaissance et mon profond respect.*

*Nous tenons également à remercier les membres du jury pour l'honneur qu'ils nous font en acceptant de juger notre travail.*

*Enfin, que toute personne qui, d'une manière ou d'une autre, nous a aidée et encouragé sans peut-être avoir conscience de l'importance de leur aide à la réalisation de ce travail, trouve ici l'expression de nos sincères reconnaissances.*

## *Dédicaces*

*Je dédie ce modeste travail à :*

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

*Mes chers parents*

*A ceux qui je souhaite beaucoup de réussite et de bonheur...*

*Mon frère d'amour ABDLWAHAB*

*Ma précieuse petite sœur BASMA*

*A celle qui ma souhaité toujours la réussite dans ma vie...*

*Ma grand-mère*

*A tous mes amies et amis qui me sont chers, à tous ceux que j'aime et qui m'aiment : qu'ils trouvent ici l'expression de mes sentiments les plus évoués et les plus sincères*

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

***IBTISSEM***

# *Dédicaces*

*Je dédie ce modeste travail :*

A mes très chers parents,

A ma grande sœur

A mes frères et sœurs,

A tous mes amis et collègues, et tous ceux qui m'ont aidé

*BOUCHERGUINE Amazigh*

---

## Listes des Figures

|  |    |
|--|----|
| <b>Figure I.1</b> : les éléments constitutifs d'un matériau composite.....                     | 3  |
| <b>Figure I.2</b> : Les différents types de PE.....  | 8  |
| <b>Figure I.3</b> : Classification des fibres naturelles en fonction de leur origine.....      | 10 |
| <b>Figure I.4</b> : La fibre de cellulose.....   | 10 |
| <b>Figure I.5</b> : Composition d'une fibre végétale.....                                      | 11 |
| <b>Figure I.6</b> : Arbre d'arganier.....  | 15 |
| <b>Figure I.7</b> : Fruit d'argan.....   | 17 |
| <b>Figure I.8</b> : Les différentes parties de fruit d'argan.....                              | 18 |
| <b>Figure I.9</b> : Interphase renfort/matrice dans un composite.....                          | 19 |
| <b>Figure II.1</b> : La coque et la fibre d'argan.....   | 24 |
| <b>Figure II.2</b> : La photo d'un broyeur .....   | 25 |
| <b>Figure II.3</b> : Mini- extrudeuse .....  | 26 |
| <b>Figure II.4</b> : Le PE vierge utilisé .....  | 27 |
| <b>Figure II.5</b> : Composite sous forme de granules à différents pourcentages de charge..... | 27 |
| <b>Figure II.6</b> : La presse chauffante.....   | 28 |
| <b>Figure II.7</b> : Le Spectrophotomètre SHIMADZU FTIR-8400S.....                             | 29 |
| <b>Figure II.8</b> : Analyse thermogravimétrique.....  | 30 |
| <b>Figure II.11</b> : Test d'absorption d'eau.....   | 30 |

## Liste des Tableaux

|   |    |
|---|----|
| <b>Tableau I.1</b> : Principales propriétés des différents types de PE..... | 8  |
| <b>Tableau I.2</b> : Avantages et inconvénients des fibres végétales.....   | 14 |
| <b>Tableau II.1</b> : Caractéristiques de $\text{NaClO}_3$ .....            | 22 |
| <b>Tableau II.2</b> : Caractéristiques de $\text{H}_2\text{SO}_4$ .....     | 23 |
| <b>Tableau II.3</b> : Caractéristiques de $\text{NH}_4\text{OH}$ .....      | 24 |
| <b>Tableau II.4</b> : Caractéristiques de $\text{NaOH}$ .....               | 24 |
| <b>Tableau II.5</b> : Caractéristiques de $\text{HCl}$ .....                | 25 |
| <b>Tableau II.6</b> : Formulation du composite.....                         | 27 |
| <b>Tableau III.1</b> : La composition chimique de CNA.....                  | 33 |

## Liste des schémas

|   |    |
|---|----|
| <b>Schéma I.1</b> : Schéma représentatif du polyéthylène.....                           | 6  |
| <b>Schéma I.2</b> : Mécanisme de polymérisation de polyéthylène.....                    | 7  |
| <b>Schéma I.3</b> : Schéma de molécules de cellulose, avec ses liaisons hydrogène ..... | 11 |
| <b>Schéma I.4</b> : La structure des chaînes des hémicelluloses.....                    | 12 |
| <b>Schéma I.5</b> : Exemple de structure chimique de lignine.....                       | 12 |

## Liste d'abréviation

**PE** : polyéthylène.

**PEBD** : Polyéthylène à basse densité.

**PEHD** : polyéthylène haute densité.

**NaClO<sub>3</sub>** : Chlorate de sodium.

**H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>** : Acide sulfurique.

**NH<sub>4</sub>OH** : Hydroxyde d'ammonium.

**NaOH** : Hydroxyde de sodium.

**HCl** : Acide chlorhydrique.

**CNA** : Fibre de coque de noix d'argan.

**FTIR** : Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier.

**ATG** : Analyse thermogravimétrique.

## Introduction générale

Ces dernières années, la sensibilisation et la conscience ont poussé l'être humain à l'utilisation des charges naturelles issues de la biomasse qui remplace les charges synthétiques, minérales ou organiques dans la fabrication des matériaux afin de rendre le matériau plus au moins recyclable.

La famille des matériaux composites à fibres, apparue dans les années 1940 n'a cessé de se développer en raison de leurs propriétés mécaniques associées souvent à une faible densité. Leur bon rapport coût/performance leur a ouvert une très large gamme d'application dans des domaines variés; l'industrie aérospace, automobile, maritime, ferroviaire, le bâtiment, l'ameublement, la décoration... etc [1].

Elles sont issues de ressources renouvelables, elles sont biodégradables et moins irritantes pour la peau et le système respiratoire des personnes qui les manipulent. Par ailleurs les fibres naturelles ont une densité plus faible que les fibres minérales [2, 3]. Bien que les fibres végétales soient souvent présentées comme nouvelles et révolutionnaires, en revanche, certains inconvénients constituent un frein au niveau de leur développement industriel, à savoir: la stabilité thermique limitée, leurs propriétés non constantes qui dépendent des conditions climatiques et surtout leurs caractères hydrophiles responsables de l'absorption d'humidité par le biais des liaisons hydrogène, provoquant ainsi le gonflement du matériau et par conséquent détérioration de ses propriétés [4].

Cette étude s'intéresse à la préparation et caractérisation des composites à base d'un renfort de plantes méditerranéennes, (fibre à coque noix d'argan) qui s'inscrit dans le cadre de développement des composites qui passe par une étude de la composition chimique des coques de noix d'arganier, La mise en œuvre sera par l'utilisation des procédés de transformation des matières plastiques (extrusion). La matrice étudiée dans ce travail est le polyéthylène haute densité qui appartient à la famille des oléfines et qui sont utilisés pour les applications nécessitant un matériau avec une longue durée de vie.

Afin de mieux comprendre cette étude, ce manuscrit est subdivisé en trois chapitres.

- Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique sur les composites à base d'une matrice polymère et un renfort végétale
- le deuxième chapitre présente les différents procédés de mise en œuvre et les techniques de caractérisation utilisés dans le cadre de cette étude
- le dernier chapitre est consacré pour la discussion des résultats obtenus à la fin de chaque technique de caractérisation utilisée.

## Etude bibliographique sur les composites

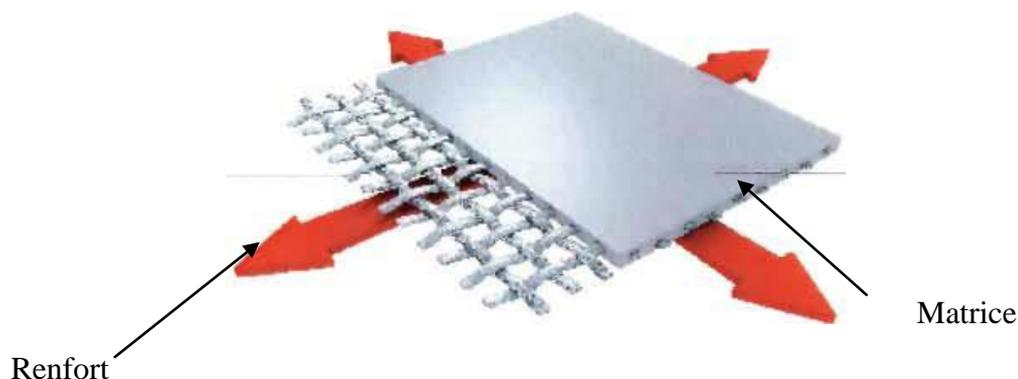
### I.1. Généralités sur les matériaux composites

Les matériaux composites ne sont pas une nouveauté, ils ont été utilisés par l'homme, citons par exemple le bois, le béton et le béton armé.

Depuis l'apparition des premières pièces en résine renforcée de fibres de verre (vers 1940), les composites ne cessent d'évoluer vers des produits qui sont, soit les moins coûteux possibles, soit les plus performants, ou bien les deux à la fois en connaissant une croissance régulière de 10% depuis 20 ans. Grâce à leurs caractéristiques techniques et mécaniques, ils peuvent remplacer de nombreuses pièces métalliques, tout en bénéficiant d'une plus grande légèreté. Le matériau « parfait » doit posséder des propriétés mécaniques élevées, être durable et préserver l'environnement lors de son cycle de vie. Le facteur économique reste le principal moteur car pour être viable le composite doit être coopératif [5].

### I.2. Définition d'un matériau composite

Un matériau composite est constitué de l'assemblage de deux matériaux ou plus de natures différentes, se complètent et permettant d'aboutir à un matériau hétérogène dont l'ensemble des performances est supérieur à celui des composants pris séparément [6]. Les composants élémentaires constitutifs d'un composite peuvent être classés en genres, matrice et agent de renforcement (Figure 1). La matrice est une matière qui joue un rôle de liant, permettant ainsi le transfert des efforts à l'agent de renforcement (fibres, billes, microsphères, etc.) plus rigide et plus résistant [7].



**Figure I.1 :** Les éléments constitutifs d'un matériau composite [7].

### I.3. Caractéristiques d'un matériau composite

Les propriétés des matériaux composites dépendent de beaucoup de facteurs et sont différentes selon les divers types de matériau 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 [8].

Le principal intérêt de l'utilisation des matériaux composites provient de ces excellentes caractéristiques. Ils disposent d'atouts importants par rapport aux matériaux traditionnels ils apportent de nombreuses avantages fonctionnels [9] :

- 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 très moyenne
- Très forte anisotropie
- Une bonne isolation électrique

### I.4. Les composants d'un matériau composite

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

#### I.4.1. La matrice

La matrice permet de lier les fibres du renfort entre elles, ainsi que 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 [10].

La matrice est généralement homogène et isotrope on distingue :

- La matrice organique :(résine, charge)
- La matrice métallique :(alliage légers et ultra-légers d'aluminium, de magnésium)
- La matrice minérale (céramique) :(nitrure, carbure)

Dans notre travail on s'intéresse aux composites à matrice organique, qu'on peut classer en deux grandes familles : les thermoplastiques et les thermodurcissables [11].

#### **I.4.1.1. La matrice thermodurcissable**

Les polymères thermodurcissables ou thermodurcis 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 liant [12]. Les thermodurcissables se solidifient ou <<durcissant>> de manière irréversible lorsqu'ils sont chauffés. Ils ne peuvent pas être remodelés plus tard par un nouveau chauffage. Les thermodurcissables sont habituellement des polymères tridimensionnels dans lesquels le taux de réticulation entre les chaînes est très important une fois qu'ils sont durcis par la chaleur. Les réticulations restreignent les mouvements des chaînes et mènent à un matériau rigide, solide et résistant. Ils sont principalement utilisés dans l'industrie automobile et les constructions. Ils servent également à créer des jouets, des vernis, des coques de bateau et des colles [13].

#### **I.4.1.2. La matrice thermoplastique**

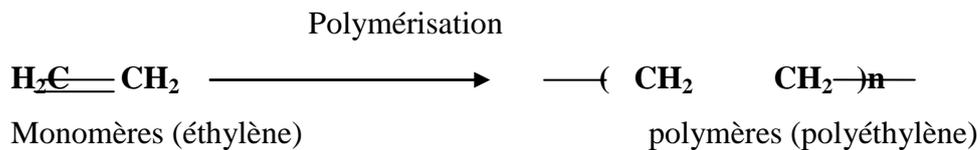
Les thermoplastiques se présentent sous forme de chaînes linéaires ou branchées qui ne sont liées entre elles que par des liaisons faibles (Van der Waals ou hydrogène). Il faut les chauffer pour les mettre en forme et les refroidir pour les fixer. Cette opération est réversible. Elles ont des faibles propriétés mécaniques ; un renforcement par l'incorporation de charge leur confère une tenue thermique et mécanique améliorée et une bonne stabilité dimensionnelle [14].

Les matrices thermoplastiques les plus courantes sont le poly (chlorure de vinyle) que l'on trouve dans les colles et adhésifs, le polyéthylène donc ce 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, la construction [15].

➤ **Le polyéthylène**

**1. Définition**

Le polyéthylène est un matériau thermoplastique de la famille de polyoléfine contenant uniquement des carbones hybridés de type  $sp^3$ . Sa molécule se présente sous forme de chaînes contenant 1000 à 2000 monomères. La formule chimique du polyéthylène est [16] :

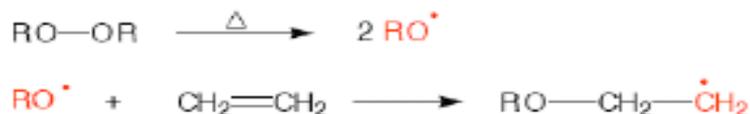


**Schéma I.1** : Schéma représentatif du polyéthylène [17]

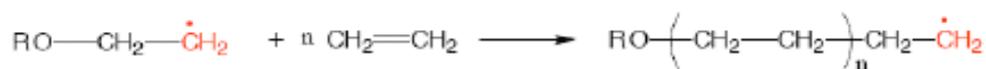
Ils sont issus de la polymérisation radicalaire de l'éthylène gazeux selon le mécanisme réactionnel illustré sur le schéma 1.

**2. Mécanisme de la polymérisation de l'éthylène**

✓ **Etape d'amorçage**

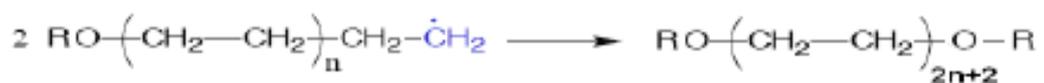


✓ **Etape de propagation**

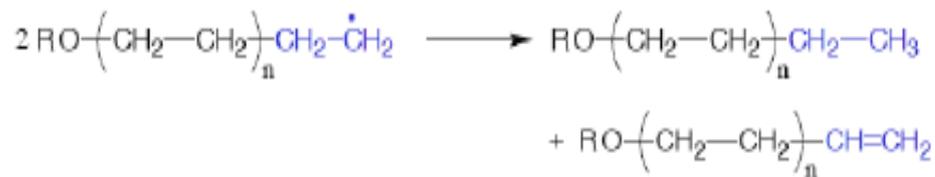


✓ **Etape de terminaison**

○ **Recombinaison**



○ **Dismutation**

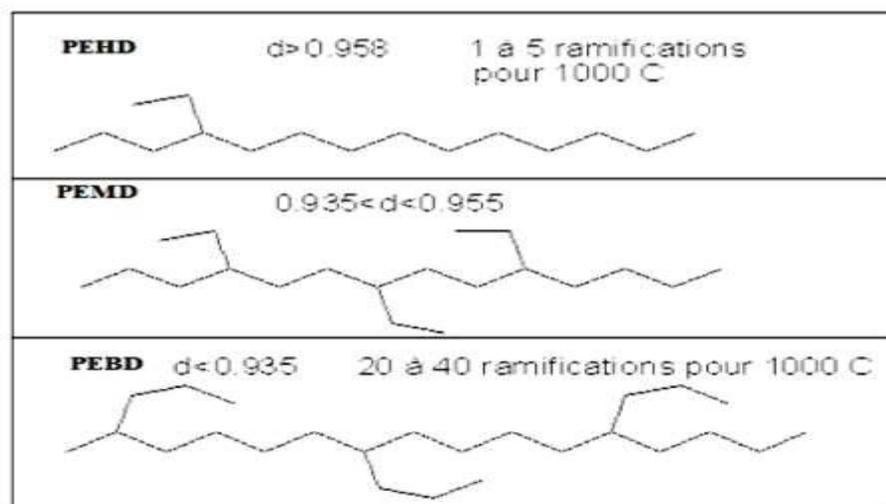


**Schéma I.2 :** Mécanisme de polymérisation de polyéthylène [18].

### 3. Type de polyéthylène (PE)

Les PE (polyéthylène) font partie des thermoplastiques, c'est-à-dire qu'ils ont des Propriétés qui leur confèrent une malléabilité à chaud et une thermoplasticité réversible. Mais ils sont de natures différentes selon les modes de polymérisation:

- **Le procédé à haute pression :** est historiquement le plus ancien (1930). Ce procédé de Polymérisation en masse nécessite de comprimer l'éthylène gazeux à plus de 1000 Bars et à une température de 150 à 300°C, en présence d'oxygène ou peroxyde Organique, ce qui conduit à un PE comportant des ramifications (20 à 40 Ramifications / 1000 carbone). Il est appelé Polyéthylène à basse densité (PEB sa densité varie de 0,910 à 0,920 g / cm<sup>3</sup>).
- **Les procédés basse pression** sont basés sur l'utilisation de catalyseurs et nécessitent des pressions faibles < 50 bars ce qui permet d'obtenir un PE plus cristallin que le PEBD (1 à 5 ramifications / 1000 carbones). Il est appelé polyéthylène haute densité (PEHD) et sa densité varie de 0,940 à 0,960 g / cm<sup>3</sup> [19].



**Figure I.2 :** Les différents types de PE [20].

#### 4. Les principales propriétés des différents polyéthylènes

Tableau I.1 : Principales propriétés des différents types de PE [21]

| Propriétés                         | Unités             | PEBD          | PEMD         | PEHD          |
|------------------------------------|--------------------|---------------|--------------|---------------|
| Masse volumique                    | $\text{g.cm}^{-3}$ | 0,915 à 0,935 | 0,93 à 0,945 | 0,945 à 0,970 |
| Cristallinité                      | %                  | < 40          | 40 à 60      | 60 à 80       |
| Température de Fusion              | $^{\circ}\text{C}$ | 105 à 115     | –            | 118 à 146     |
| Température de transition vitreuse | $^{\circ}\text{C}$ | -133 à -103   | –            | -120          |
| Contrainte à la Rupture            | MPa                | 8 à 15        | 18 à 28      | 26 à 40       |
| Allongement à Rupture              | %                  | 150 à 1000    | 200 à 1200   | 20 à 1000     |

#### 5. Caractéristiques générales des polyéthylènes

La température de fusion des zones cristallines les mieux formées se situe à  $135^{\circ}\text{C}$ , les séquences non cristallisées subissent le phénomène de transition vitreuse à  $\sim -110^{\circ}\text{C}$ . Cette transition (dite « $\gamma$ ») correspond au mouvement de courtes séquences (3 à 4 groupe méthylène) et est observée dans tous les types de PE. On admet que le PE présente une seconde transition à  $\sim -20^{\circ}\text{C}$  (transition « $\beta$ ») qui est liée au mouvement de segment plus longs et qui n'est pratiquement pas décelable dans les polymères des cristallinité élevée.

Le taux de cristallinité des polyéthylènes est étroitement dépendant de leur structure ; il peut varier de 30 % à 70 % selon que la proportion des ramifications (ou celle du comonomère) est élevée ou faible.

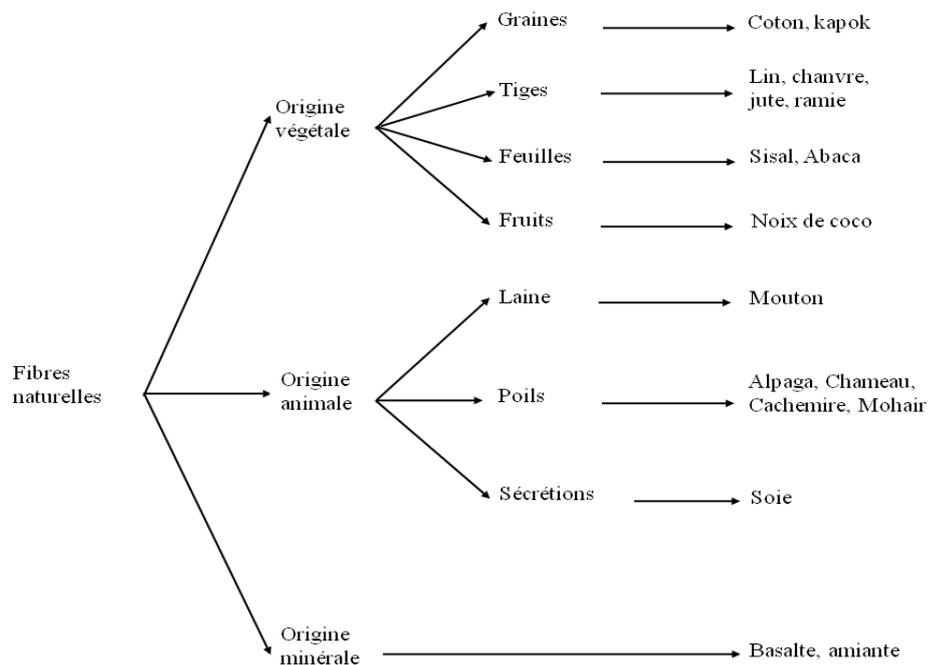
En raison de sa structure paraffinique le PE présente un caractère hydrophobe marqué et une inertie chimique, sa résistance à la dégradation thermo-oxydante est en

étroite relation avec son taux de ramification car les hydrogènes tertiaires sont plus sensibles que les secondaires à l'attaque de l'oxygène moléculaire [18].

#### I.4.2. Les renforts

Les renforts permettent d'améliorer les propriétés physico-chimiques des matériaux (la résistance aux acides et aux bases pour le stockage de produits chimiques), ainsi que les propriétés électriques (résistance électrique, conductivité, ...). Et aussi de faciliter la mise en œuvre et réduire le coût de fabrication d'un matériau. Les renforts contribuent à améliorer la résistance mécanique et la rigidité des matériaux composites. Ils sont caractérisés par la nature de la fibre, minérale ou organique et l'architecture du renfort [22].

Les renforts peuvent provenir d'origines diverses (animale, végétale, synthétique, etc.). Dans cette présente étude, nous nous sommes focalisés sur les renforts végétaux [23] :



**Figure I.3** : Classification des fibres naturelles en fonction de leur origine [24].

### I.4.2.1. Les fibres Végétales

Les fibres végétales trouvent beaucoup d'applications dans le domaine du textile et dans d'autres secteurs d'activité industrielle (emballage, automobile), grâce à leur caractère renouvelable et aussi, les fibres d'origine végétale (fibres lignocellulosiques) sont les plus utilisées comme renforts dans les composites, en raison de leurs propriétés mécaniques intéressantes [24].

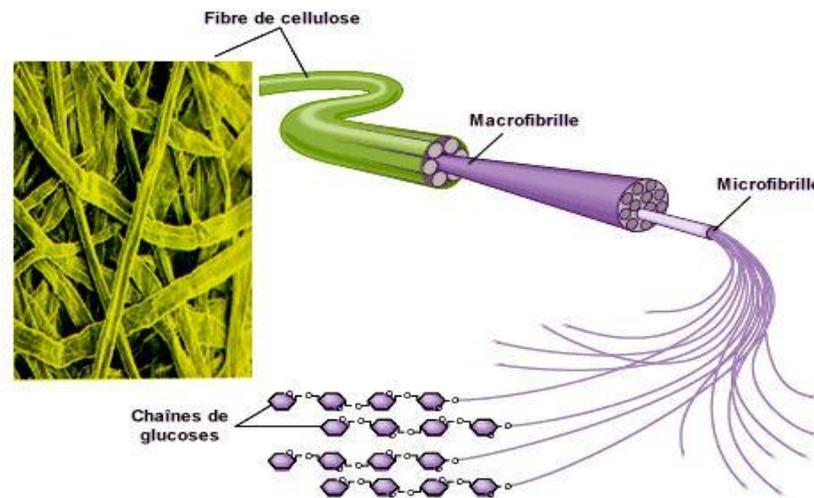


Figure I.4 : La fibre de cellulose [25].

#### I.4.2.1.1. Compositions chimique de la fibre végétale

Chaque fibre végétale est assimilable à un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose, la matrice étant principalement composée d'hémicellulose et de lignine. En réalité, dans la structure de la fibre végétale, la lignine constitue la matrice et l'hémicellulose joue le rôle d'agent comptabilisant entre la cellulose et la lignine [26].

La composition chimique des fibres végétales est formée de trois principaux constituants : la cellulose, l'hémicellulose et la lignine [27].

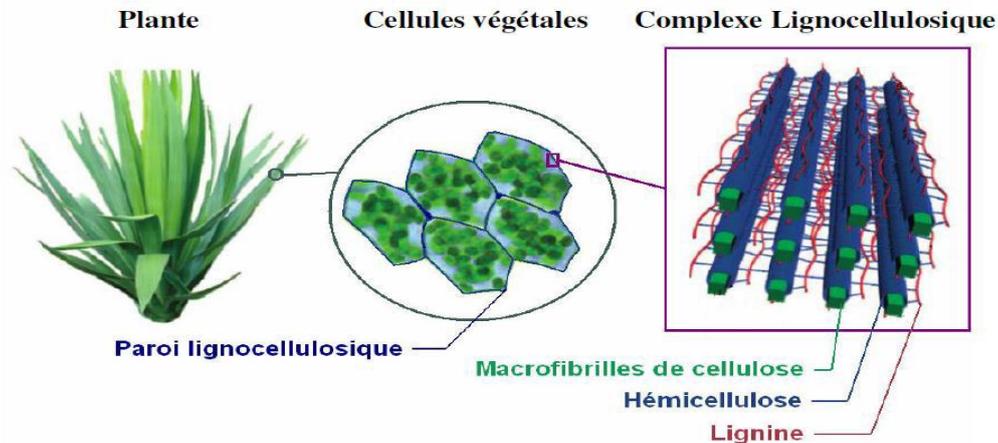


Figure I.5 : Composition d'une fibre végétale.

- **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 [28]. 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  $\beta$ -1,4. L'unité répétitive est le Cellobiose (deux glucoses réunis). Ces unités élémentaires s'associent par paquet pour former les microfibrilles [29].

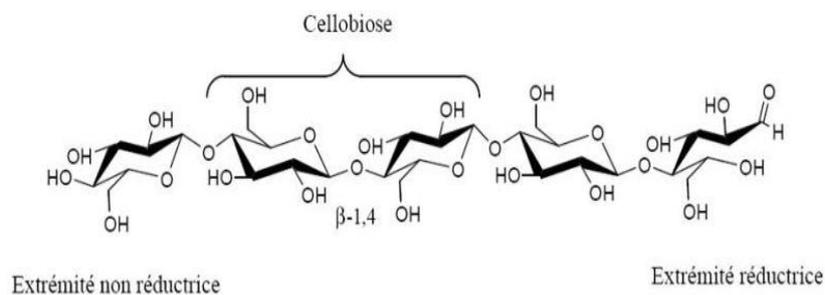


Schéma I.3 : Schéma de molécules de cellulose, avec ses liaisons hydrogène [30].

- **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 [31]. Ils se présentent en chaînes courtes et hautement ramifiées. Le degré de polymérisation dans ce polymère est de 20 à 300 fois plus faible que dans la cellulose (Thygesen, 2006).

La structure chimique de la molécule est donnée dans le (schéma I.4).

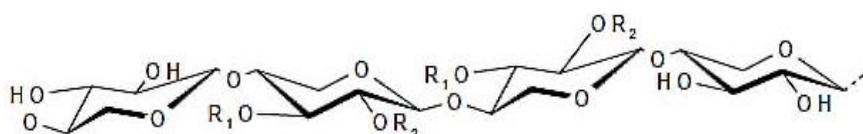


Schéma I.4 : La structure des chaînes des hémicelluloses [32].

- **Les lignines**

La lignine ou les lignines sont des polymères tridimensionnels provenant de la polymérisation radicalaire de trois alcools phénylpropénoïques (l'alcool coumarylique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique), dont la structure dépend également de l'espèce végétale [33]. La structure complexe de la lignine comprenant de nombreuses fonctions phénoliques, hydroxyles et éthers explique sa grande réactivité. Cependant leur accessibilité est limitée par la conformation tridimensionnelle de réseau moléculaire [34,35].

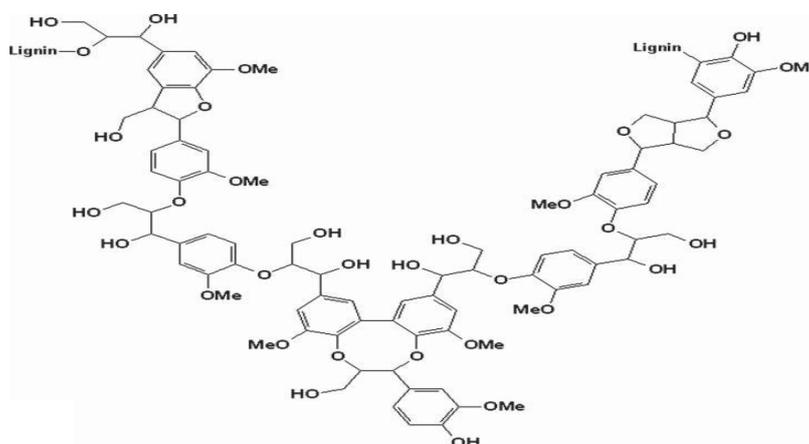


Schéma I.5 : Exemple de structure chimique de lignine (Klyosov, 2007) [36]

#### I.4.2.1.2. Utilisations des fibres végétales

L'utilisation des fibres végétales est croissante dans les secteurs du bâtiment, des transports et des loisirs. Elles peuvent être utilisées seules comme la ouate de cellulose ou la laine de chanvre qui servent d'isolants dans le bâtiment.

Ou alors, elles peuvent être utilisées en association avec un matériau polymère formant ainsi un matériau composite à base des fibres végétales. Dans ce cas, le but premier recherché n'est plus le caractère isolant de la fibre mais les propriétés mécaniques spécifiques liées au renfort (les fibres).

Ce type d'utilisation se généralise dans les transports. La consommation d'un véhicule étant directement reliée à sa masse, il est particulièrement intéressant de réduire la masse d'un véhicule afin de réduire dégagements de polluants dans l'environnement et de diminuer le cout pour le consommateur. Pour ce type particulier d'application, lorsque les fibres (matériaux hydrophiles) sont associées à un matériau polymère (souvent hydrophobes), elles subissent généralement un traitement en vue d'améliorer la compatibilité entre les deux [37].

#### I.4.2.1.3. Classification des fibres végétales

Il existe plusieurs critères de différenciation des fibres :

- Suivant l'organe de la plante dont elles sont issues, les fibres végétales peuvent être classées en fibres de tiges (Kénafe, jute, lin, ramie), et de feuilles (Sisal, abace, paille de graminée) [38].
- Suivant leur teneur en holocellulose (cellulose et hémicellulose) et en lignine, on peut distinguer les fibres ligneuses (dures et rigide provenant de matériels 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 kénafe, le chanvre, le sisal, le jute et le lin) [39].
- Suivant leur longueur, les fibres végétales peuvent être groupées en deux catégories : fibres longues, dites libérienne, 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, et fibres courtes ou étoupes qui sont associées aux fibres longues [38].

**I.4.2.1.4. Avantages et inconvénients des fibres végétales**

**Tableau I.2 :** Avantages et inconvénients des fibres végétales [40].

| Avantages                                       | Inconvénients   |
|---|---|
| Faible coût                                     | Fort comportement hydrophile  |
| Propriétés mécaniques spécifiques importantes   | Faible stabilité dimensionnelle   |
| Biodégradabilités                               | Biodégradabilités   |
| Non abrasif                                     | Faible tenue thermique (<230°C)   |
| Bilan CO <sub>2</sub> faible                    | Comportement anisotrope   |
| Demande peu d'énergie pour être produite        | Variation de la qualité dépendant des conditions de croissance de la plante |
| Pas de résidu après incinération                | Demande un contrôle pour une application industrielle                       |
| Non irritant lors de la manipulation des fibres | Renfort discontinu  |
| Bonne isolation thermique et acoustique         | /   |
| Ressource renouvelable                          | /   |
| Faible densité                                  | /   |

### I.4.3.L'arganier

#### I.4.3.1. Généralités sur l'arganier

Le Maroc est l'un des rares pays d'Afrique du Nord à disposer d'un ensemble d'écosystèmes endémiques d'une biodiversité remarquable [41]. L'arganier *Argania spinosa* (L). Skeels, est un endémique spécifiquement marocain [42], c'est une espèce rustique, xéro-thermophile, qui appartient à la famille tropicale des Sapotacées, dont elle est la seule représentante septentrionale dans la région méditerranéenne (Algérie et Maroc) d'où son endémisme marqué à cette région [43,44].



Figure I.6 : Arbre d'arganier

#### I.4.3.2. Aire de répartition de l'arganier

- **En Algérie**

Le premier sujet de l'arganier se trouve dans la zone de « Touref Bouam » puis en allant vers « l'Oued Bouam », le nombre de sujets s'amplifie jusqu'à attendre une moyenne de 7 à 20 pieds à l'hectare sur une surface d'environ 200 hectare (Saadi, 1997 In Hamiani et Belaroug, 2003). Le même auteur signale que le nombre d'arbre diminue remarquablement en allant vers la région de « kereb EL Hamada ».

A l'issue des prospections, l'aire de répartition de l'Arganier en Algérie englobe, au sein de la hamada de Tindouf, le périmètre suivant :

Au Nord-ouest : les crêtes méridionales du djebel Tazout et de djebel Ouarkaziz

- Au Nord et de Nord-Est, les « Kreb », c'est-à-dire les revers rocheux de la hamada
- A l'ouest : l'extrémité occidentale du « Kreb el hamada » au dessus du plateau Merkala
- Au sud : la limite méridionale de plateau reliant la Tour de Mrkala à la dépression de Touaref Bou-Aam
- A l'Est, la haute vallée de l'oued El Ma depuis sa jonction avec l'oued El Gahouane jusqu'à sa source au niveau des contreforts du djebel Ouarkaziz.

En plus de la région de Tindouf, l'arganier existe également dans la région de « Stidia » au plateau de Mostaganem et la région de « Oggaz » à Mascara [45].

- **En Maroc**

L'arganier occupe environ 830 000 ha (M'Hirt *et al*, 1998). C'est la deuxième essence forestière marocaine par la superficie après le chêne vert (Pumareda *et al*, 2006). Cette essence ligneuse se localise essentiellement dans le sud-ouest du Maroc, le long du littoral océanique, depuis l'embouchure de l'oued Tensift au Nord, jusqu'à l'embouchure de l'oued Draa au sud.

L'arganier se développe aussi dans la plaine du sous sur le versant, sud du Haut Atlas occidental et sur les versants septentrionaux et méridionaux de l'Anti-Atlas occidental jusqu'à des altitudes de 1300-1500m. Deux petites stations sont signalées dans la haute vallée de l'oued Grou au sud-est de Rabat (région de Khémisset); au nord du Maroc, près de la côte méditerranéenne dans les monts Béni Snassen, au nord-ouest d'Oujda.

Ces deux stations, très isolées, résulteraient d'une dispersion assez récente, probablement par l'homme (Msanda *et al*, 2005) [46].

#### I.4.3.3. Exigences climatiques

L'arganier est une essence qui appartient à l'étage bioclimatique semi aride et aride. Elle supporte la chaleur élevée +50° (espèce thermophile) et résiste à la sécheresse (plante xérophile) et ça grâce à son système racinaire pivotant qui exploite l'eau du sol à des profondeurs de plus en plus grandes au cours de la saison sèche. L'arganier se contente d'une tranche pluviométrique qui peut descendre jusqu'à 120 mm / an. (Maamar Kouadri ,2001)[47].

#### I.4.3.4. Extraction d'arganier

L'arganier fructifie dès l'âge de 5 ans. Sa floraison se fait aux mois de Mai et Juin, son fruit apparaît vers la fin des mois de Juillet ou début Août. Sa croissance lente s'étale jusqu'à la période de pluie en septembre [48].

#### I.4.3.5. Les fruits d arganier

Le fruit de l'arganier est une drupe dont la couleur à maturité évolue vers le jaune ou le rouge [49]. Il présente six formes différentes: fusiforme ; ovale apiculée, ovale, goutte, arrondie et globuleuse. Sa taille varie de 1 à 5 cm.

L'amande qui est au centre du fruit est enveloppée d'une coque extrêmement dure. La graine de l'arganier possède habituellement un à trois embryons, elle est albuminée et gorgé d'huile [50].

Les études de THIERRY (1987) ont montré qu'il n'existe pas de différence entre la forme normale et la forme pleureuse de l'arganier. Par contre, la cause de la déformation des graines est due essentiellement à des enzymes, ce qui a permis à l'auteur suscité de rejeter l'idée du polymorphisme chez l'arganier [51].



Figure I.7 : Fruit d'arganier

#### I.4.3.6. Les différentes parties de fruit d'arganier

Toutes les parties de l'arganier sont utilisées par les populations locales : le bois et coque ligneuse du fruit pour le chauffage et la menuiserie, le fruit d'amande pour la production d'huile alimentaire diététique recherchée par l'industrie cosmétologique pour ses substances bienfaisantes [52,53]. Tandis que les pâtes de fruits et les résidus de tourteaux de graines de la production de l'huile d'argan sont utilisés pour le bétail [52]. Malgré ces divers usages, l'arganier reste insuffisamment exploité car il renferme des potentialités qui sont jusque là inconnues et dont la mise à jour pourrait donner à cet arbre un nouvel essor dans son contexte Socio-économique et culturel.

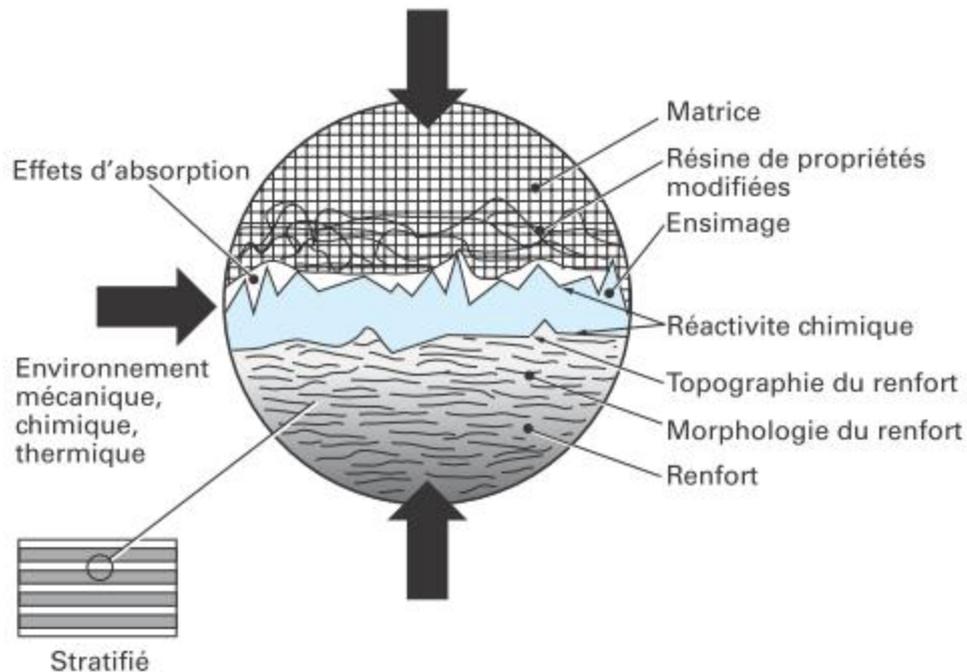
Les recherches effectuées sur l'arganier ont fait l'objet d'un grand nombre de publications. Les coques de noix d'arganier (CNA) ont une section ovale traversée en longueur par une fente, de couleur marron, elles contiennent des petites fibres à leur face intérieure, et les CNA sont caractérisées par des propriétés mécaniques spécifiques importantes telles que la rigidité et la résistance, ces propriétés confèrent une grande valeur à cette matière en lui donnant un large accès à des nouvelles applications [54].



**Figure I.8 :** Les différentes parties de fruit d'argan

#### I.4.4. Adhésion des Interface (matrice / fibre) d'un composites

- ✓ **Interphases** : 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.9) [55].
- ✓ **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 [56].



**Figure I.9** : Interphase renfort/matrice dans un composite [57].

## **I.5. Les paramètres influencent sur les matériaux composites**

### **I.5.1. 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 [58].

### **I.5.2. 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% [59].

### **I.5.3. 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 potentiels 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 [60].

### **I.5.4. 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 interphases 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 [61].

## Matériaux utilisés et technique expérimentales

### II.1. présentation des produits utilisés

#### II.1.1. Polyéthylène a haut densité

Le polyéthylène utilisé pour l'élaboration des composites est le poly éthylène haute densité, fabriqué par l'entreprise SABIC d'Arabie saoudite, son grade est de la série B5429. Il est caractérisé par une densité de 935Kg/m<sup>3</sup> (ASTM D1505) et une température de fusion entre 190-220°C

#### II.1.2. Chlorate de sodium (NaClO<sub>3</sub>)

Le chlorate de sodium se présente sous la forme de cristaux incolores et déliquescents, il est très soluble dans l'eau (10g/l à 20°C) de plus, le chlorate de sodium est soluble dans les alcools et les glycérols. Ces différentes caractéristiques sont présentées dans le tableau suivant ;

**Tableau II.1** : Caractéristiques de NaClO<sub>3</sub>

|                    |                      |
|--------------------|----------------------|
| formule chimique   | NaClO <sub>3</sub>   |
| Etat physique      | Solide               |
| masse molaire      | 106,4g /mol          |
| Point de fusion    | 248°C                |
| Point d'ébullition | Ce décompose à 300°C |
| Densité            | 2,5                  |

**II.1.3. Acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)**

L'acide sulfurique pur est liquide huileux incolore, inodore, hygroscopique qui se colore en jaune brun en présence d'impuretés il est miscible à l'eau. La dissolution dans l'eau ou dans un mélange eau-alcool s'accompagne d'un grand dégagement de chaleur et d'une contraction du liquide. ces principales caractéristiques sont regroupées dans le tableau suivant :

**Tableau II.2 :** Caractéristiques de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

|                    |   |
|--------------------|---|
| Formule chimique   | H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>                  |
| Masse molaire      | 98,08g/mole                                     |
| point de fusion    | Acide pur<br>(10,5°C)<br>Acide à 98%<br>(3-5°C) |
| Point d'ébullition | Acide pur<br>(290°C)<br>Acide à 98%<br>(335°C)  |
| Densité            | Acide pur<br>1,830<br>Acide à 98%<br>1,836      |

**II.1.4. Hydroxyde d'ammonium (NH<sub>4</sub>OH)**

Ces principales caractéristiques sont regroupées dans le tableau suivant :

**Tableau II.3** : Caractéristiques de NH<sub>4</sub>OH

|                  |                    |
|------------------|--------------------|
| Formule chimique | NH <sub>4</sub> OH |
| Masse molaire    | 35,05              |
| Point de fusion  | -77°C              |
| Densité          | 0,900              |

**II.1.5. Hydroxyde de sodium (NaOH)**

L'hydroxyde de sodium est un solide blanc, inodore, très hygroscopique, déliquescent, l'hydroxyde de sodium est très soluble dans les alcools tels que méthanol, alcool absolu. Il est insoluble dans l'acétone et l'éther éthylique, ces différentes caractéristiques sont regroupées dans le tableau suivant :

**Tableau II.4** : Caractéristiques de NaOH

|                    |                       |
|--------------------|-----------------------|
| Formule chimique   | NaOH                  |
| Masse molaire      | 40,0                  |
| Point de fusion    | 318°C (solide, 100%)  |
| Point d'ébullition | 1388°C (solide, 100%) |
| Densité            | 2,13 (solide, 100%)   |

**II.1.6. Acide chlorhydrique (HCl)**

Le chlorure d'hydrogène anhydride est un gaz incolore, d'odeur âcre et irritante, facilement liquéfiable (sous pression atmosphérique, il se liquéfie entre -94 et -95°C).

Le HCl utilisé est produit par <<BIOCHEM chemopharma>>. Ses caractéristiques principales sont représentées dans le Tableau suivant les Caractéristiques d'acide chlorhydrique.

**Tableau II.5** : Caractéristiques de HCl

|                      |          |
|----------------------|----------|
| La formule chimique  | HCl      |
| La masse moléculaire | 36,46    |
| Densité              | 1,045g / |
| Pureté               | 35-38%   |
| Point de fusion      | -114,2°C |
| Point d'ébullition   | -84,9°C  |

## II.2. Caractérisation de la fibre de coque de noix d'argan (CNA)

La composition chimique de la fibre CNA (cellulose, hémicellulose, lignine et taux de la matière minérale) est déterminée selon l'article suivant : [62]

## II.3. Préparations du composite

### II.3.1. Préparation de la farine à coque de noix d'arganier(CNA)

La farine de noix d'arganier est obtenue par broyage et tamisage après une opération de lavage et séchage.



**Figure II.1** : La coque et la farine d'argan



**☐ Extrusion**

L'extrusion qui est une opération principale dans la préparation du matériau composite, se pratiquant sur une machine appelée extrudeuse, Les conditions de mise en œuvre sont choisies de façon à homogénéiser la dispersion et la répartition des fibres dans la matrice polymère sans dégrader les deux composantes.



**Figure II.3** : La mini-extrudeuse

Dans ce travail les formulations préparées avec une mini-extrudeuse qui se trouve au niveau du laboratoire des matériaux organique à l'université de Bejaia, pour les conditions du travail la température est fixée à 180 °C avec une vitesse de rotation 100 tr /min et un temps de séjour de 8 min pour récupérer à la fin l'extrudat (composites) à la sortie d'extrudeuse (filière).

**Figure II.4** : Le PE vierge utilisé



PE avec 10% de fibre

PE avec 20% de la fibre

PE avec 30% de fibre

**Figure II.5** : Composite sous forme de granules à différents pourcentages de charge.

### II.3.3.Préparation des films

La presse chauffante permet le moulage par compression à l'état fondu avec le contrôle de la pression, la température et des conditions de refroidissement. Le principe c'est de chauffer les deux plateaux, sous une température et pression contrôlée.

Dans ce cas Les extrudés (composites) récupérés après l'extrusion seront placés entre les deux plaques de la presse chauffante avec des conditions et des étapes à suivre :

- La pression qui est de 300 Pa.
- Température des plateaux (180°C).
- Remplissage du moule par des quantités suffisantes de granulés de mélange issues de l'extrusion.
- Refroidissement sous l'air jusqu'à l'atteinte de la température ambiante.
- A La fin récupération des films d'épaisseurs d'environ 300  $\mu\text{m}$ , pour les plus fins.



**Figure II.6 :** La presse chauffante

## **II.4. Techniques de caractérisation**

### **II.4.1. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)**

La spectroscopie infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR : Fourier Transform infrared spectroscopy) est une méthode d'analyse pour caractériser les liaisons chimiques ou la composition du matériau.

Le principe de cette technique qualitative s'appuie sur l'illumination d'un polymère par un faisceau infrarouge, les différentes liaisons et fonctions chimiques présentes dans sa structure vibrent en absorbant de l'énergie à une fréquence particulière. Ainsi, en repérant l'emplacement et l'intensité des bandes d'absorption des spectres obtenus lors de l'analyse, on peut connaître la nature et la concentration des différents groupements qui composent les chaînes polymères.

C'est une technique efficace pour étudier les modifications de structure des polymères résultant de traitements chimiques, de dégradations ou de vieillissements de diverses origines. L'absorption infrarouge étant régie par la loi de Beer-Lambert :

$$A = \epsilon L.C$$

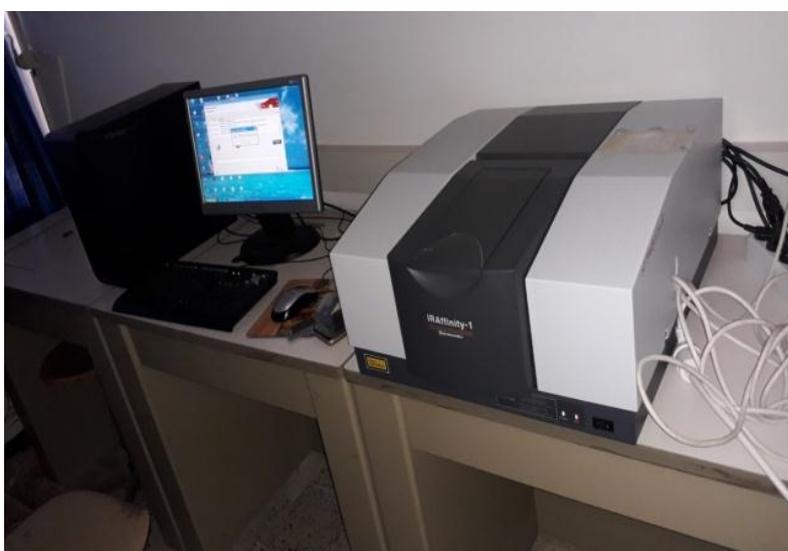
Avec :

$C$  (mol. m<sup>-3</sup>) : concentration de l'espèce absorbante.

$L$  (m) : longueur du trajet optique.

$\varepsilon$  (mol<sup>-1</sup>.m<sup>2</sup>) : coefficient d'extinction molaire de l'espèce absorbée.

Les spectres sont enregistrés à l'aide d'un spectrophotomètre à double fiseaux de marque SHIMADZU FTIR-8400S en mode absorbance, piloté par ordinateur muni d'un logiciel de traitement avec une résolution de 4 cm<sup>-1</sup>, et un nombre de scans de 16, dans la région 4000 cm<sup>-1</sup> à 400 cm<sup>-1</sup>, L'analyse est faite sur des échantillons sous forme de films.



**Figure II.7** : Le spectrophotomètre SHIMADZU FTIR-8400S

#### II.4.2. Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique mesure les variations de masse d'un matériau (Soumis à des variations de température dans une atmosphère contrôlée). Les mesures de la stabilité et les vitesses de décompositions des différents échantillons sont effectuées à l'aide d'un appareil thermogravimétrique de type « **SETAREM TGA 92** ». Une masse initiale de quelques milligrammes (15 à 20 mg) d'un échantillon est introduite dans un creuset en platine. La masse de l'échantillon en fonction de la température est mesurée à l'aide d'une thermobalance sous atmosphère inerte d'argon jusqu'à 700°C avec une vitesse de chauffe (10°C/mn).



**Figure II.8 :** Analyse thermogravimétrique

### II.4.3. Absorption d'eau

Le protocole qui permet de déterminer l'absorption d'eau des composites est comme suit selon la norme :

Les échantillons sont découpés de façon à obtenir des paves présentant en moyenne de dimension de 2\*2cm , puis les immergés dans l'eau distillée pour être ensuite sortis à des temps déterminés de 24, 48, 72 et 96 heures pour les essuyés avec du papier filtre puis après pesés.

La formule qui permet de calculer l'absorption d'eau est :

$$\text{Taux d'absorption d'eau (\%)} = [(M_e - M_o)/M_o].100$$

$M_o$ : La masse de l'échantillon avant l'immersion (g);

$M_e$ : La masse de l'échantillon après l'immersion (g) ;



**Figure II.9 :** Test d'absorption d'eau

### III.1 Introduction

Comme tous les matériaux utilisés dans l'industrie, les matériaux composites doivent être caractérisés et contrôlés afin de répondre aux règles de qualité et de sécurité souhaitées. Leur utilisation intense dans des applications industrielles suscite grand intérêt à connaître leurs propriétés.

### III.2 Caractérisation physico-chimique de la farine de la coque de noix d'argan (CNA)

#### III.2.1. Caractérisation chimique de (CNA)

La caractérisation des particules de coques de noix d'arganier est effectuée dans le but de mieux comprendre les propriétés des composites renforcés par les renforts végétaux, c'est pour cela qu'il est nécessaire de déterminer la composition chimique des coques de noix d'arganier.

Les résultats obtenus montrent que les coques de noix d'arganier sont constituées de trois composantes majoritaires : la cellulose, les hémicelluloses et la lignine. Le reste de la composition comprend les extractibles, les hydrosolubles et les cendres (matière minérale).

La composition chimique de la fibre d'argan a été déterminée au niveau du Laboratoire des Matériaux Polymères Avancés, université de Bejaia. Les différents résultats sont représentés sur le tableau III.1

**Tableau III.1** : La Composition chimique de CNA

| <b>La composition</b> | <b>Le taux</b> |
|-----------------------|----------------|
| La cellulose          | 48%            |
| Hémicellulose         | 16%            |
| Lignine               | 30%            |
| Les cendres           | 0.36%          |

La cellulose est le premier constituant des coques de noix d'arganier, elle représente environ 48% de la matière sèche. Les hémicelluloses représentent le deuxième constituant majoritaire dans les coques de noix d'arganier (16%). Tandis que le pourcentage de lignine est de l'ordre de 30%.

La teneur en cellulose assez appréciable nous permet ainsi d'envisager l'utilisation de la fibre d'argan en tant que renfort idéal pour la valorisation à moindre coût des composites à matrice thermoplastique

Nos résultats sont légèrement différents de ceux obtenus par H. Essabir [54]. Cette différence dans les taux des compositions chimiques de la fibre CNA est due au changement climatique et géographique (l'atmosphère, sol) des deux arbres des fruits d'arganier utilisés dans les deux expériences.

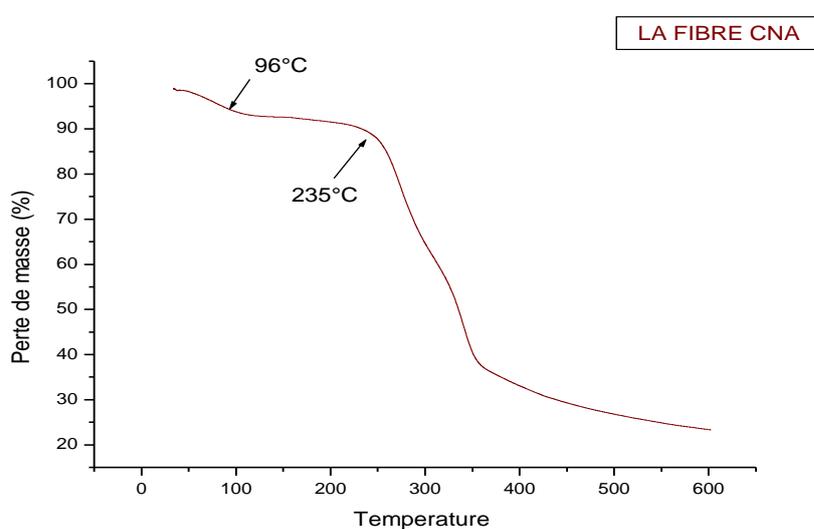
D'autres fibres montrent des caractéristiques proches à celle de la fibre d'argan on cite la fibre d'alfa qui est constituée de 45% de la cellulose, 20,94% de l'hémicellulose, et 29,8% de lignine [63]. Ainsi que la farine du bois de sapin qui montre un taux de la cellulose de 46%, un taux de l'hémicellulose de 25% et un taux de 31% de lignine [64].

### III.2.2.L'analyse thermogravimétrique (ATG/DTG) de la fibre

Plusieurs propriétés thermiques importantes sont tirées de cette analyse, telles que la température de début de décomposition, la vitesse maximale de décomposition ainsi que la température maximale correspondante.

- **Le thermogramme ATG**

Le thermogramme TG de l'analyse thermique de la fibre d'argan est représenté dans la figure III.

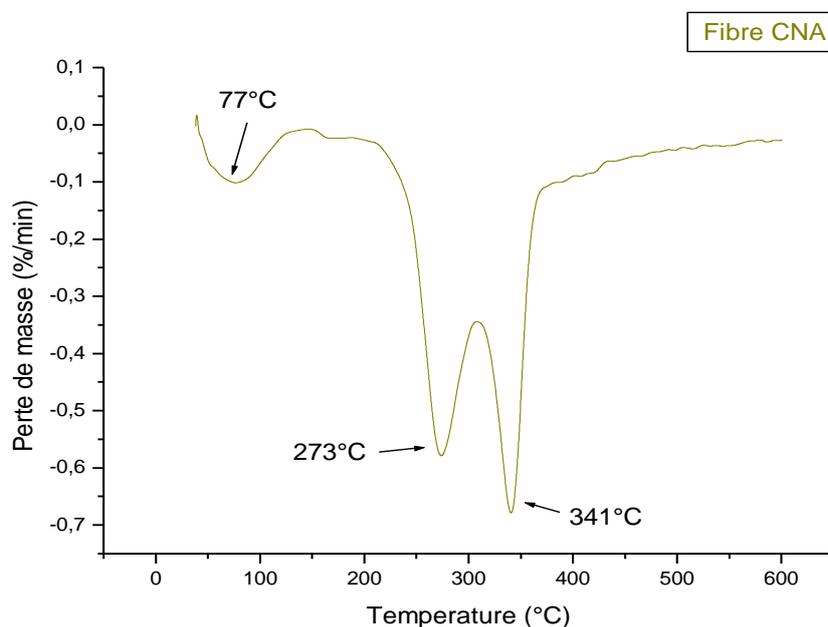


**Figure III.1** : la courbe d'analyse thermique des CNA (ATG)

D'après le thermogramme on peut constater ce qui suit :

- Au voisinage de 96°C, une faible perte de masse quasi instantanée (~6%) est enregistrée, elle peut être attribuée à l'évaporation de l'eau absorbée à la surface des particules de la farine des coques noix d'argan
- La dégradation commence autour de 235 °C avec une perte de masse importante (~65%), elle correspond à la décomposition de l'hémicellulose et de la cellulose suivi de la dégradation de la lignine. En effet, en raison de sa structure complexe, la décomposition de la lignine nécessite des températures très élevées [65.66].

- Le thermogramme DTG



**Figure III.2 :** Thermogramme DTG de la fibre des coques de noix d'arganier

D'après la figure III.2 on aperçoit trois pics endothermiques :

Le premier est localisé entre 77 et 100 °C, il est attribué à l'évaporation de l'eau absorbée. Le deuxième pic plus intense est enregistré à 237°C ayant une vitesse de dégradation de 0,57%/min qui correspond à la décomposition de l'hémicellulose et de la cellulose.

Le troisième pic intense est enregistré à 341°C qui a une vitesse de dégradation de 0,67%/min qui correspond à la décomposition de la lignine.

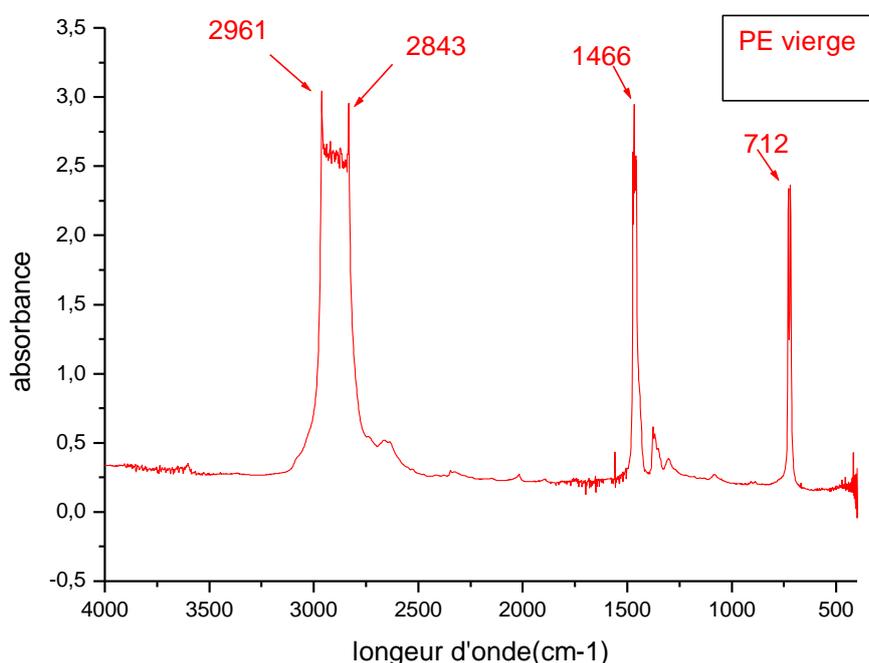
Au-delà de 500 °C, on remarque un palier stable correspondant au résidu (cendre).

Les résultats de l'analyse thermique révèlent que les particules de CNA sont stables thermiquement jusqu'à 235 °C. De ce fait les CNA peuvent être utilisées comme renfort dans les matériaux bio-composites à base de matrice thermoplastique en utilisant des procédés de mise en œuvre à l'état fondu.[67.68]

### III.3.L'effet de l'ajout de la fibre d'argan sur la structure chimique de polyéthylène suivi par IRTF

La modification de la structure chimique se manifeste par l'apparition, la disparition ou encore le déplacement des bandes caractéristiques apparaissant dans les spectres IRTF. Avant de discuter les changements de structure, nous présentons le spectre de polyéthylène vierge et des composites.

#### III.3.1.Présentation de spectre IFRT de polyéthylène



**Figure III.3** : Le spectre infrarouge de polyéthylène vierge

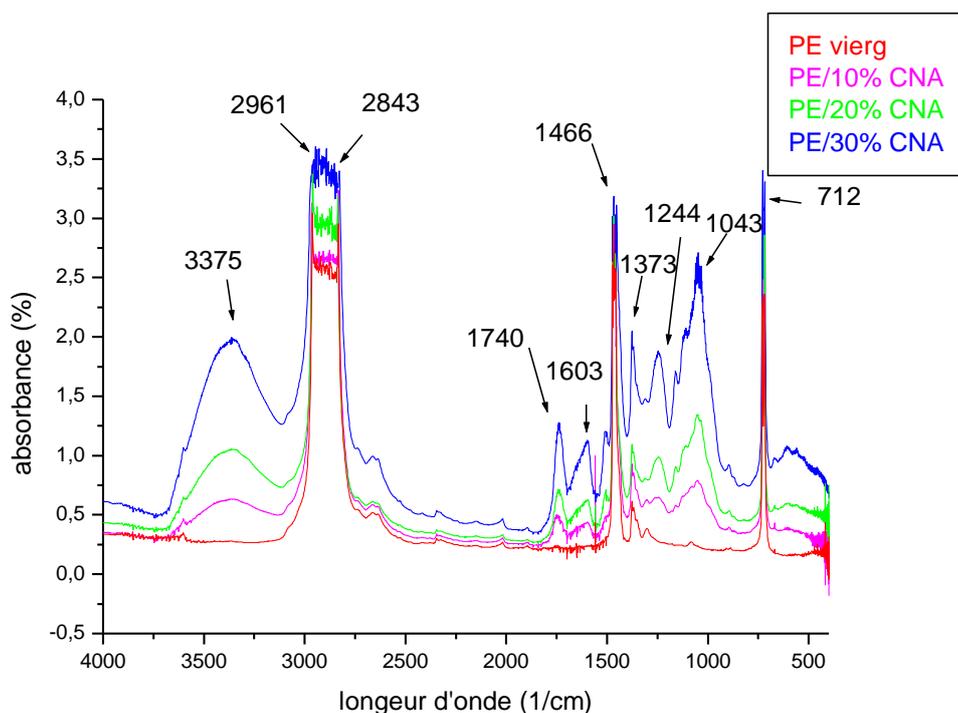
Les spectres de polyéthylène vierge révèle la présence des bandes d'absorptions, on cite notamment [69]

- La présence de deux bandes d'absorptions d'intensité forte à 2961cm<sup>-1</sup> et à 2843cm<sup>-1</sup> traduisant les vibrations asymétriques et symétriques des liaisons C-H de groupement (CH<sub>2</sub>).
- Un pic centré à 1466 cm<sup>-1</sup> correspondant aux vibrations de déformation du même groupement (CH<sub>2</sub>).

- Un autre pic d'intensité moyenne situé à  $712\text{ cm}^{-1}$  qui caractérise les vibrations d'élongation du groupement C-C de  $(\text{CH}_2)_n$ .

Cette analyse montre que le PEHD utilisé dans notre étude est un polymère pur.

### III.3.2. Présentation des spectres des composites PE-CNA



**Figure III.4 :** Le spectre de PE vierge et des composites PE/CNA

Pour le spectre IRTF du PE/CNA, on voit clairement l'apparition des mêmes bandes d'absorptions enregistrés pour le PEHD vierge avec la même intensité et l'apparition de plusieurs nouvelles bandes d'absorptions.[54]

- Une large bande d'absorption vers  $3375\text{ cm}^{-1}$  correspond à la vibration des groupements hydroxyle OH de l'eau de la structure.
- La présence de deux bandes d'absorptions d'intensité forte à  $2961\text{ cm}^{-1}$  et à  $2843\text{ cm}^{-1}$  attribuées respectivement, aux vibrations d'élongation asymétrique et symétrique du groupement  $\text{CH}_2$ .
- Une bande d'absorption de faible intensité située aux alentours de  $1740\text{ cm}^{-1}$  attribuée à la vibration élongation du groupement aromatique C=C.

- Une autre bande de faible intensité vers  $1603\text{ cm}^{-1}$  correspond à la vibration de  $\text{H}_2\text{O}$  absorbée
- Un pic intense à  $1466\text{ cm}^{-1}$  qui correspond aux vibrations asymétriques du  $\text{CH}_3$  et C-H.
- Un pic de faible intensité à  $1373\text{ cm}^{-1}$  attribué à la vibration de déformation dans le plan de groupe  $\text{CH}_2$  de polysaccharides.
- Un autre pic de faible intensité à  $1244\text{ cm}^{-1}$  qui correspond à la vibration de déformation des groupes acétyles (xylanes) issu de lignine.
- Un pic vers  $1043\text{ cm}^{-1}$  correspond à la vibration à l'élongation antisymétrique C-O-C issu de la cellulose et de l'hémicellulose.
- Un pic à  $712\text{ cm}^{-1}$  qui correspond aux vibrations de  $\text{CH}_2$

#### III.4. Analyse thermogravimétrique (ATG/DTG) PE vierge et PE/CNA

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est une des techniques thermiques d'analyse employées pour mesurer la variation de la masse et de la décomposition thermique de l'échantillon.

##### III.4.1. Thermogramme ATG de PE vierge

Le thermogramme de PE est illustré sur la figure III.5. Nous pouvons observer qu'il y a une seule étape de perte de masse pour le PE

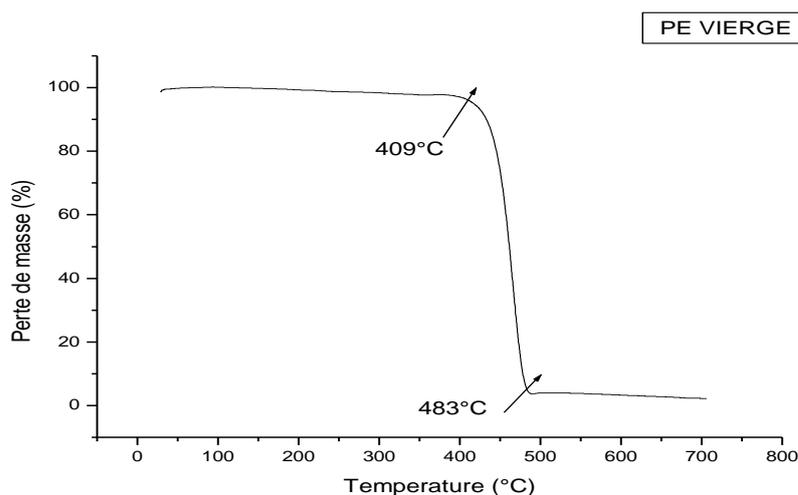
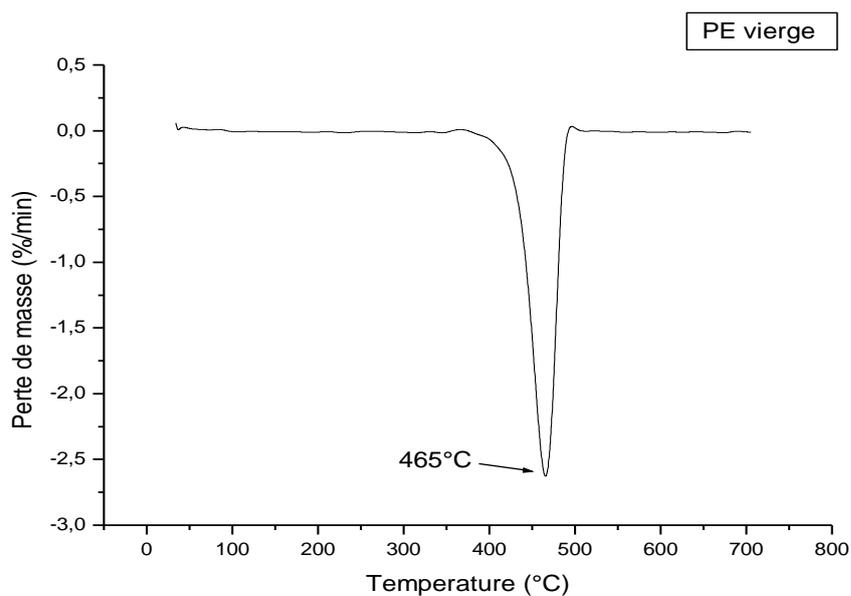


Figure III.5 : Thermogramme ATG de PE vierge

La décomposition commence à environ 409°C et se termine autour de 483°C. Pendant cette étape de décomposition, la perte de masse est de 95,59%, due à la décomposition du PE selon un mécanisme de dépolymérisation conduisant à la formation des molécules d'éthylène.

#### III.4.2. Thermogramme DTG de PE vierge

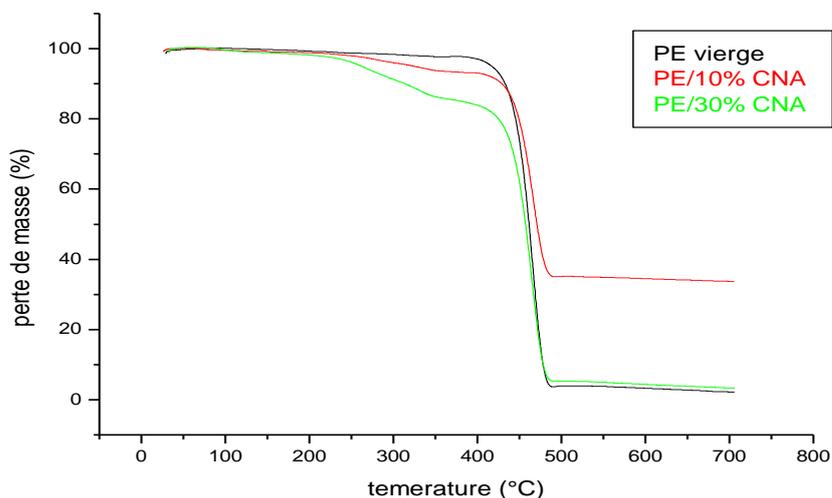


**Figure III.6:** Le thermogramme DTG de PE vierge

Le thermogramme DTG enregistre une température maximale de dégradation à 465°C ayant une vitesse maximale de décomposition qui est de l'ordre de 2,61%/min.

### III.4.3. Thermogrammes ATG des composites PE/CNA ET PE

Les thermogrammes de PE et des composites sont montrés sur la figure. Nous pouvons observer qu'il y a une étape de perte de masse pour le PE.



**Figure III.7 :** Thermogramme ATG de PE et PE/CNA

Les thermogrammes TG des différents composites élaborés avec la fibre à un taux de charge 10 et 30% représentent une allure générale similaire, caractérisés par deux stades de décomposition. L'incorporation de la farine des coques de noix d'arganier dans la matrice PE conduit à une diminution de la température de début de décomposition et cette diminution est d'autant plus grande que la teneur en charge augmente. Elle est estimée à 409°C pour le PE vierge, 273 et 238°C pour un taux de charge 10 et 30% respectivement. Cette diminution peut être attribuée à la décomposition de l'hémicellulose et de la cellulose qui sont moins stables thermiquement que la lignine. Elles se dégradent généralement à des températures comprises entre 200°C et 260°C [70]. Finalement, une superposition de dégradation de la lignine et de PE ont lieu entre 460 et 490°C et qui se termine par la formation d'un résidu stable correspondant au noir de carbone.





Des études menées par Dr. Ihemouchene [74] sur le PEHD et la fibre du grignon d'olive montrent que les composites à base de PEHD et 10, 20 et 30% de grignon d'olive ont des taux de gonflements de 0.6833, 0.7855 et 1.583% respectivement.

On remarque une différence entre les taux de gonflements des composites à base des deux renforts, cette différence est peut être due à la composition chimique des deux fibres (la cellulose, hémicellulose lignine).

### Conclusion générale

Les matériaux composites à matrice thermoplastique renforcée par des fibres naturelles sont de plus en plus utilisés grâce à leurs multiples avantages. Les composites bois/plastique, sont des matériaux en plein développements, particulièrement intéressants en raison de l'amélioration de l'ensemble des propriétés du polymère que peut apporter un renfort à fibre végétale.

Au cours de ce travail nous avons réalisé une étude sur l'élaboration et la caractérisation de composites à matrice polyéthylène chargée de 10%, 20% et 30% de fibre de coque de noix

Au terme de cette étude et sur la base des résultats expérimentaux, nous pouvons tirer les principales conclusions suivantes :

En premier lieu, nous avons caractérisé la fibre à coque de noix d'arganier (CNA) pour déterminer les pourcentages de sa composition chimique telle que la cellulose, l'hémicellulose, lignine ainsi le taux de la matière minérale, les résultats obtenus montrent que la fibre de coque des noix est composée principalement de cellulose ce qui la qualifie d'être un bon renfort.

L'analyse thermique nous permis de déterminée que mise à part la température de début décomposition (td), les autres paramètres thermiques montrent clairement que la charge lignocellulosique retarde de manière significative la décomposition de PE. Autrement dit, elle joue un rôle d'inhibiteur de la dégradation thermique.

Les composites contenant des particules de CNA ont absorbé beaucoup plus d'eau que le polyéthylène et le taux d'absorption augmente avec l'augmentation de la teneur en CNA. Le taux d'absorption d'eau dépend du taux d'immersion, et du taux de la fibre d'argan.

### References Bibliographies

- [1]: N.Anil, composite get greener, Material today, Vol 45, pp12, 2001.
- [2]: E. BODROS, C. BALEY, Etude des propriétés de biopolymer renforcés par des fibres de lin aléatoirement dispersées dans le plan de stratification, propriété aux interfaces et composites, Université de Bretagne-Sud, 2006.
- [3]: F.Gouanvé, S.Marais, M. Métayer, composites polyester insaturé renforcés par des fibres de lin, composites et matériaux avancées, Vol.16, pp.117.128.
- [4]: P.K. Aggarwal, Influence of maleated polystyrene on the mechanical properties of bio-based fibers-polystyrene composites, Journal of the Indian Academy of Wood Science, 2011; 8: 184–189.
- [5] : K.ROUAM, Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles, Université M'hamed Bougara – Boumerdes, 2014.
- [6] : F. Zhou, G. Cheng et B. Jiang, Effect of silane treatment on microstructure of sisal fibers, Applied Surface Science., Vol. 292, 2014 , pp 806-812.
- [7] : G.Togonal, matériaux composite a base de filaments de cellulose et de polyéthylène, thèse, l'université du Québec a Trois-Rivières, 2016.
- [8] : F. Dalmaso et J. Mézières, Calcul des propriétés élastiques des tissus utilisés dans les matériaux composites, Institut Français du Pétrole , 1998.
- [9] : Y.Djeboun, étude de la rupture en mode I d'ouverture des matériaux composites, thèse, université Mohamed Khider Biskra, 2004.
- [10]: D. N. Saheb, J. P. Jog, Natural fiber polymer composites: A review, Advances in Polymer Technology, 1999; 18: 351–363.
- [11]: J.Berthelot, Matériaux composites comportement mécanique et analyse des structures, 4eme édition ,p1-63, Lavoisier, 2005.
- [12]: M.J. Miaha, M.A. Khan, R. Khan, Fabrication and Characterization of Jute Fiber Reinforced Low Density Polyethylene Based Composites: Effects of Chemical Treatment, Journal of Scientific Research, 3: 249-259, 2011.
- [13]: M.Ragoubi, Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles / matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne, thèse de doctorat, Université Henri Poincaré Nancy I, 2010.

- [14]: P.K. Aggarwal, Influence of maleated polystyrene on the mechanical properties of bio-based fibers-polystyrene composites, *Journal of the Indian Academy of Wood Science*, 8: 184–189, 2011.
- [15]: B.Jean-Marie, *Matériaux composites comportement mécanique et analyse des structures*, 4eme édition ,p1-63, Lavoisier, 2005.
- [16]: A. Methia et M. Rezzoug, étude de la diffusion de l'irganox 1076 dans un polymère recyclé a base de PEHD, thèse, Université Abderrahmane Mira.
- [17]: «Le polyéthylène», [en ligne]. Disponible sur :<http://fr.wikipedia.org/wiki/Polyéthylène> (consulté le :12/02/2019 ).
- [18]: C.Benmerad, Effet du traitement de surface sur les propriétés physico-mécaniques et thermiques des composites polyéthylène haute densité / farine de grignon d'olive, thèse, université de Bejaia,2009.
- [19]: M.Fontanille, yves Gnanou. *Chimie Et Physico-chimie Des Polymères(cours)*, 2e et 3e cycles, Ecoles d'ingénieurs, Nouvelle présentation 2005. Dunod, Paris, 2002, p. 4-8 et 478-485.
- [20]: "comparaison entre les polyéthylènes hauts et basse densité", [en ligne]. Disponible sur :« [www.polyéthylène haute densité](http://www.polyéthylène haute densité) ».
- [21]: R .Yallaoui, F.Mellahi, étude de la diffusion d'un antioxydant phénolique au sein de la matrice d'un composite à base de pehd, mémoire master en génie des procédés, université de Bejaia ,2016.
- [22]: L.Berreur, Bertrand de Maillard, Stanislas Nösperger, *L'industrie française des matériaux composites*, Nodal Consultants, p17, 2002.
- [23]: S. HUGUET, Application de classificateurs aux données d'émission acoustique: identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement dans les composites à matrice polymère, thèse de doctorat, Institut national des sciences appliquées de Lyon, 2002.
- [24]: C. Baley, Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. In: *Techniques de l'ingénieur* Ref: AM5 130, 2005.
- [25] A.Mohanty, Misra M, Hinrichsen G, Biofibres biodegradable polymers and biocomposites: an overview. *Macromol Mater Eng.* 2000;276-277(1):1–24.
- [26] S.Kalia, BS.Kaith,I. Kaur , Pretreatments of natural fibers and their application as reinforcing material in polymer composites–A review. *Polym Eng Sci*, 2009;49(7):125 1272.

- [27]: D.N.S.Hon , N.Shiraishi, Wood and Cellulose Chemistry, Marcel Dekker, New York, 1991.
- [28]: S, Berlioze, Etude de l'estérification de la cellulose par une synthèse sans solvant. Application aux matériaux nano composites, thèse doctorat de l'université JOSEPH FOURIER, Sciences des Polymères, 2008.
- [29] : F.Z. Arrakhiz et al, Mechanical and thermal properties of natural fibers reinforced polymer composites: Doum/low density polyethylene, Materials and Design, Vol. 43,2013, pp. 200–205.
- [30]: J.Chi-Ming Fung, Thesis: A New Composite Material Consisting of Flax Fibers, Recycled Tire Rubber and ThermoplasticThe, University of Saskatchewan Canada,(2009).
- [31]: RM.Rowell , Han JS, Rowell JS,Natur. Polym. Biobas, Compos. (2000); p.115–135.
- [32] : Pascal Boustingorry, Elaboration d'un matériau composite à matrice gypse et renfort bois fragmenté - Amélioration de la résistance au vissage de produits préfabriqués en gypse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne, 2002.
- [33] : F.G. Rodrigues, M.D. Santos, C.S. Meireles, R.M. Nascimento de Assunção, D.A. Cerqueira, H.S. Barud, J.L. Ribeiro Sidney, Y. Messadeq, Synthesis *and* characterization of cellulose acetate produced from recycled newspaper, Carbohydrate Polymers, **2008**; 73: 74–82.
- [34] :S.Thiebaud, Thèse Doctorat , valorisation chimique de composés lignocellulosiques : obtention de nouveaux matériaux, Toulouse, 1995.
- [35] : H.Krässig, J.Schurz, Steadman. R. G, Schliefer. K, Albretch. W, Mohring m. et Schlosser. H: Cellulose, Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co, KGaA, 2004.
- [36] : E.Alarcón-Gutiérrez, Influence de facteurs abiotiques sur la régulation des paramètres microbiens impliqués dans la dégradation de la matière organique d'une litière forestière méditerranéenne, Thèse de doctorat, Faculté des Sciences et Techniques, L'universite Paul Cezanne, 2007.
- [37] :N.Dujardin, un matériau biosource de choix : les fibres naturelles cararctérisation et applications, article, université Paris-Est-Créteil, 2014.
- [38]:F.Michaud, Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : Aptitude post fromage, thèse Phd, uni Laval, 2003.
- [39]: A. Y. Nenonene, Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage, thèse de

doctorat de l'université de Toulouse, Institut National Polytechnique de Toulouse, Sciences des Agro ressources, 2009.

[40] :F.Ilczyszyn, Caractérisation expérimentale et numérique du comportement mécanique des agro-composites renforcés par des fibres de chanvre,Thèse de doctorat, Université de technologie de Troyes, 2013.

[41] : B.El Fasskaoui, Études Caribéennes, 12 (2009).

[42] : P.Boudy, Economie forestière nord-africaine : Monographies et traitements des essences forestières, Vol. 2, Larose, Paris, 1950.

[43] : S.Tabet, M.S.A. Kechebar, S. Karoune, M. Belhamra, Journal Algérien des Régions Arides, 12 (2013) 39.

[44]: T. Aït Hamouda, S. Bendou, F. Abdoun, 2013. Congrès International de l'Arganier, Agadir, Maroc, 9-11 Décembre 2013.

[45] : SAADI, 1997in M.HAMIANI et I.BELAROUG, Contribution à l'étude de multiplication végétative in vitro de l'Arganier: (*Argania spinosa L Skeels*), Mem.ING.Dep Biotech. Fac. Science, Univ. U.S.T.O, Oran, 47p,2003.

[46] :F. MSANDA, A.EL ABOUDI et JP.PELITIER, Biodiversité et biogéographie de l'Arganeraie Marocaine, Cahiers Agriculture vol.14, juillet-août 2005, Maroc, 358p ,2003.

[47] : K.MAAMAR KOUADRI, Etude de la germination des graines d'*Argania spinosa* traité a l'eau chaud et l'eau froid et en pépinière. INRF. Station de Ténès , 2005.

[48] : A.Adlouni, L'huile d'argan, de la nutrition à la santé. Phytothérapie, ; 8, 89-97,2000.

[49]:F.Bani-Aameur, Phenological phases of *Argania spinosa* (L.) Skeels flower, For Genetics,7: 333-8,2000.

[50] :H. Slimani, Contribution à l'étude de l'arganier (*Argania Spinosa* (L.) Skeels) de deux provenance Tindouf-Mostaganem (Etude expérimentale sur la germination des graines et extraction d'huile d'argan).Mémoire d'ing. État en Agronomie, F.S.A. Univ. Sidi bel-Abbés, 102p, 1996.

[51] :H.Thierry, L'arganier au Maroc, sa description, ses méthodes de multiplication et ses applications en reforestation,Thèse d'Ing. Tech. Agro. Inst. Pro. D'Ens. Sup. 183p,1987.

[52]: B.Matthäus , B.Guillaume, S.Gharby , A.Haddad, H.Harhar , Z.Charrouf, Food Chem, vol. 120: p. 426–432 ,2010.

[53]: A.Faez ,M.Bchitou, R. Bouhaouss, A.Gharby, S.Harhar, H.Guillaume, D. Charrouf, Food Chem, Vol.136:p. 105–108,2013.

- [54] : H.Essabir, Bio-composites à base de coque de noix d'arganier : Mise en oeuvre, caractérisation et modélisation du comportement mécanique, thèse, Université Ibn Zohr, 2015.
- [55]: H.Cox, The elasticity and strength of paper and other fibrous materials, *British journal of applied physics*, 12, 72–79, 1952.
- [56] :Wu, Z,Sun, T.Epoxy resin nanocomposite and preparation method thereof, CN104194277, 2014.
- [57] : P. Herrera-Franco and L. Drzal, Comparison of methods for the measurement of fibre/matrix adhesion in composites, *Composites*, vol. 23, pp. 2–27, Jan. 1992.
- [58]: C.Klason, J.Kubat, H.Strömvall, The efficiency of cellulosic fillers in common thermoplastics Part 1 Fillingwithout processings aids or coupling agents. *Inter. J. Polymeric Mater*, 10, p. 159-187, 1984.
- [59]: 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.
- [60] : C.P.L. Chow, X.S. Xing et R.K.Y. Li, Moisture absorption studies of sisal fibre reinforced polypropylene composites, *Composites Science and Technology*, Vol. 67, pp. 306-313, 2007.
- [61] : M. Nardin, Interfaces fibre-matrice dans les matériaux composites, *Revue de composites et des matériaux avancés*, Lavoisier, Vol. 16, pp. 49-62, 2006.
- [62] : Y.Bulut, A.Aksit, A comparative study on chemical treatment of jute fibre: potassium dichromate, potassium permanganate and sodium perborate trihydrate, *cellulose* 20:3155-3164, 2013.
- [63]:N.HAMOUR, Etude de l'introduction des fibres d'alfa de tailles différentes dans une matrice polychlorure de vinyle en vue d'améliorer ses propriétés physico- mécaniques, thèse, université Abderrahmane Mira Bejaia, 2010.
- [64] :N.AROUDJE, F.AMRI, élaboration et caractérisation d'un matériau composite à base d'une matrice biodégradable renforce par la fibre de bois issu des déchets de menuiserie, thèse, université Abderrahmane Mira Bejaia, 2016.
- [65]: C.Albano, J.Gonzalez, M.Ichazo, D.Kaiser, *Polym Degrad Stabil*, 66:179–90, 1999.
- [66] : H.Essabir, S.Nekhlaoui, M.Malha , MO.Bensalah, FZ.Arrakhiz , A.Qaiss, *Bouhfid R Mater Des*, 51:225–230,2013.
- [67] : GW.Beckermann, PK.Pickering, *Comps Part A – Appl Sci Manuf*, 39:979–88, 2008.
- [68]: JB.Dahiya, S.Rana, *Polym Int*, 53:995–1002, 2004.

- [69]: Li.Chaoqin, Y.Zhang, Y.Zhang, Polymer Testing, Vol 22, 191–195, 2003.
- [70]:ES.zainudin, SM.sapuan, K.abdan, MTM.Mohamad, thermal degradation of banana pseudo-stem filled unplasticized polyvinylchloride (upvc)composites mat design 30:557-562, 2009.
- [72]: S. Boufi, M.Abdelmouleh, M.N.belgacem, A.Dufresne, Composite Science and Technology, Vol 67, 1627-1639, (2007).
- [73] : A.Dufersne, D.Pasquini, Eliangela de Morais Teixeira, Antonio Aprigio da Silva Curvelo, Mohamed Naceur, Composite Science and Technology, Vol 68, 193-201, (2008).
- [74]:CH.Benmarade, Effet du traitement de surface sur les propriétés physico-mécaniques et thermiques des composites polyéthylènes haute densité / farine de grignon d'olive, thèse, université Abderrahmane Mira Bejaia, 2009.



## **Résumé**

Dans cette étude un intérêt particulier a été porté à la coque de noix d'argan, comme charge dans la fabrication des matériaux composites à matrice polyéthylène haute densité. Nous avons déterminé les compositions chimiques de la fibre et aussi sa température de début de dégradation par l'ATG. Après nous avons élaboré notre matériau composite avec différents taux de la fibre, les différentes méthodes de caractérisations ont abouti aux résultats suivants. L'analyse IFRT nous a montré que y'a pas un pont chimique entre la fibre et le polyéthylène. Un gain de 130°C dans la Td pour le PE /CNA par rapport au PE vierge, Le taux d'absorption d'eau augmente avec l'augmentation du taux de la fibre dans les matériaux composites.

## **Abstract**

In this study, particular interest was given to the argon nut shell, as a load in the manufacture of high density polyethylene matrix composite materials. We determine the chemical compositions of the fiber and also its temperature of beginning of degradation by ATG. After we before elaboration our composite material with different levels of fiber, respectful methods of characterization is successful results following the FITR analysis to show us that there is not a chemical bridge between the CAN compared to the PE fiber and polyethylene. A 130°C gain in TD for virgin PE, water absorption rate increases with increasing fiber content in composite materials.