

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou

Faculté Génie de La Construction

Département Génie Mécanique



Mémoire de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme de Master académique

en Génie Mécanique

Option Génie des matériaux

THEME

**Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à
matrice polyuréthane chargé en particules polyamide 6
recyclé**

Proposé et dirigé par

M. NECHICHE Mustapha

Co-encadreur

Mlle. HANNACHI Manel

Présenté par

M. BESSAD Koussaila

2020/2021

BESSAD Koussaila

REMERCIEMENTS

Je remercie en premier lieu le Bon Dieu de m'avoir donné le courage d'aller au bout de mon objectif.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à mes parents et toute ma famille, qui grâce à leurs aides, mon travail a vu le jour.

Je remercie profondément mes promoteurs M. NECHICHE et Mlle. HANNACHI, d'avoir accepté de diriger mon travail, pour leur soutien et conseils pertinents qui m'ont permis de travailler tranquillement.

Je remercie les membres du jury qui me font l'honneur d'examiner mon travail.

Je remercie profondément M. SAAD Rabia, de m'avoir guidé ainsi pour son aide et ses conseils.

Je remercie les membres des laboratoires génie mécanique de l'université UMMTO, en particulier M. SETBEL Idir

Je remercie les membres de l'unité de recherche en Matériaux, Procédés et Environnement (BOUMERDES) ainsi que Mme DEBIANE, ingénieur à l'ENIEM et Mme BOUABDELLAH de m'avoir aidé à réaliser mes essais.

Je remercie Mr. ZAIDI Oussama pour son aide et encouragement ainsi que Melle. HAJDBAR Selma

Je remercie mes camarades de la promotion pour leur soutien.

Mes sincères remerciements vont à tous mes enseignants.

BESSAD Koussaila

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail

A celle qui m'a donné la vie, le symbole de tendresse,
qui s'est sacrifiée pour mon bonheur et ma réussite,
ma mère ...

A mon père, école de mon enfance, qui a été mon
ombre durant toutes les années des études, et qui a
veillé tout au long de ma vie à m'encourager, à me
donner l'aide et à me protéger. Que dieu les gardes et
les protèges.

A Mes frères et sœurs et leurs familles.

A la mémoire de mes grands parents

A la mémoire de mon cher ami AIT MOUHEB Sigríd

A VOUS ...

LISTE DES FIGURES

Figure I.1. Schéma de matériaux composite	06
Figure I.2. Classification schématique des différents types de composites.....	07
Figure I.3. Les constituants d'un matériau composite.	08
Figure I.4. Les différents types de renforts.....	09
Figure I.5. Fibre de verre mat	10
Figure I.6. Bobine de fibre de carbone	11
Figure I.7. Type de matrice	13
Figure I.8. Moulage au contact.....	13
Figure I.9. Méthode de projection simultanée.....	14
Figure I.10. Méthode de moulage par compression	14
Figure I.11. Méthode du moulage sous vide.....	15
Figure I.12. Principe du moulage par injection de résine	15
Figure I.13. Composite monocouche.....	16
Figure I.14. Composite stratifié	16
Figure I.15. Composite sandwichs.....	17
Figure I.16. Répartition géographique des matériaux composite	21
Figure I.17. Les matières plastiques dans l'automobile	24
Figure II.1. Structure chimique polyuréthane	30
Figure II.2. Réaction de synthèse polyuréthane.....	31
Figure II.3. Domaine d'applications PU en Europe 2011.....	33
Figure II.4. Carbone en poudre utilisé	34
Figure II.5. Synthèse polyamide 6.....	37
Figure II.6. Production des déchets plastiques et leurs traitements en Europe.....	42
Figure II.7. Courbe perte de masse en fonction Dégradations thermiques	43
Figure II.8. Courbe de traction conventionnelle	46
Figure II.9. Mesures de dureté par pénétration intense.....	47
Figure II.10. Principe essai brinell	48
Figure II.11. Principe de la dureté Rockwell.....	49
Figure III.1. Composition des déchets composites par couples matrice/renfort	59
Figure III.2. Les principaux types de recyclage.....	62
Figure III.3. Les produits issus du broyage.....	64
Figure III.4. Principe de l'incinération en UIOM.....	65

Figure III.5. Montage de pyrolyse du polyamide 6 en caprolactame.....	71
Figure IV.1. Résine polyuréthane utilisé	75
Figure IV.2. Fibre de PA6 en poudre	76
Figure IV.3. Granulé vierge PA6.....	76
Figure IV.4. Carbone en poudre.....	77
Figure IV.5. Balance analytique de précision.....	77
Figure IV.6. Moule fabriqué pour nos éprouvettes.....	78
Figure IV.7. Versement de notre matériau dans le moule	79
Figure IV.8. Polissage de nos éprouvettes conçu l'essai infra rouge –transforme de fourrier	80
Figure IV.9. Machine d'analyse infrarouge Shimadzu iraffinity-1s	81
Figure IV.10. Schéma d'un microscope optique monoculaire	82
Figure IV.11. Machine de traction	83
Figure IV.12. Appareil utilisé pour l'essai de dureté.....	84
Figure V.1. Éprouvette élaboré pour la traction	86
FigureV.2. Les courbes contraintes /déformations obtenues après les essais de traction	87
Figure V.3. Micrographie de l'échantillon 10%PA6 90%PU.....	89
Figure V.4. Micrographie de l'échantillon 20% granulé 80% PU.....	90
Figure V.5. Micrographie de l'échantillon 10% PA6 1% C 89% PU.....	90
Figure V.6. Micrographie de l'échantillon 100%PU.....	91
Figure V.7. Spectre IRTF de polyamide 6	91
Figure V.8. Spectre IRTF de notre matrice PU sans renforts.....	92
Figure V.9. Résultats IRTF composite 20% PA6 granule 80%PU	92
Figure V.10. Résultats IRTF composite 10% PA6 90%PU.....	92
Figure V.11. Superpositions de nos résultats IRTF.....	93

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1. Répartition du marché en France par type de procédé (en volume)	21
Tableau I.2. Les critères de choix des composites par rapport aux métaux	22
Tableau I.3. Les critères de choix des types de résine	23
Tableau II.1. Informations générales sur le carbone.....	35
TableauII.2 .Transformations et mise en œuvre PA6	38
Tableau II.3. Comparaison entre les différentes méthodes d'essai de duretés [29].	50
TableauIII.1. Résumé des procédés industriels de traitement chimiques du polyamide 6....	68
Tableau IV.1. Calcule du taux de renfort en masse pour chaque composite.....	79
Tableau V.1. Les modules d'élasticité de nos éprouvettes	87
Tableau V.2. Les résultats de dureté pour nos échantillons	88
Tableau V.3. Référence pour définir les compositions de nos piques	94

Sommaire

Sommaire

Introduction générale	01
------------------------------------	-----------

Chapitre I : Généralités sur les matériaux composites

I. INTRODUCTION.....	03
I. 1. Généralités sur les composites	04
I.1.1. Définition	04
I.2. Différents types de matériaux composites	05
I.3. Type des matériaux composites	05
I.3.1. Composites à fibres	05
I.3.2. Composites à particules	06
I.4. Classification suivant la nature des constituants	07
I.5. Les constituants d'un matériau composite.....	08
I. 5.1. Les renforts	09
I.5.2. Différents types de renforts	09
1.5.2.1. Renfort en fibres discontinues	09
1.5.2.2. Renfort continue	09
I.5.2.3. Les fibres de verre	10
I.6. Les charges et les additifs	12
I.6.1. Les charge	12
I.6.2. les additifs	12
I.6.3. La matrice	12
I.7. Mise en œuvre des composites.....	13
I.7.1. Moulage au contact.....	13
I.7.2. Moulage par projection.....	14
I.7.3. Moulage par compression.....	14
I.7.4. Moulage sous vide.....	15
I.7.5. Moulage par transfert de résine (RTM- Résine Transfert Molding).....	15

I.8. Architecture du composite	16
I.8.1. Monocouches	16
I.8.2. Stratifiés	17
I.8.3. Sandwichs	17
I.9. Caractéristiques des matériaux composites	18
I.9.1. Domaines d'utilisation des matériaux composites	19
I.10. Les matériaux composites dans l'industrie de l'automobile	21
I.10.1. Introduction : Généralités sur la l'industrie de l'automobile	21
I.10.2. Activités de l'industrie automobile	22
I.10.3. Matériaux de base dans les carrosseries de voiture	22
I.10.4. Les composites dans l'industrie automobile	23
I.11. Enjeux et défis des matériaux composites	27
I.12. Conclusion	28

Chapitre II : Les matériaux d'étude : le polyuréthane, le carbone-graphite et le polyamide 6

II.1. Introduction.....	30
II.2. Résine polyuréthane (PU).....	30
II.2.1. Production du PU.....	31
II.2.2. Propriétés physico-chimiques du PU.....	31
II.2.3. Propriété mécanique du PU	32
II.2.4. Domaine d'application PU.....	32
II.2.5. Avantages du PU.....	33
II.2.6. Recyclage, dégradation et traitements des déchets PU... ..	34
II.3. Charge/carbone.....	34
II.3.1. Définition.....	34
II.3.2. Historique.....	35
II.3.3. Informations générales.....	35
II.3.4. Propriétés du carbone... ..	36
II.4. Polyamide 6 (PA6)	37
II.4.1. Présentation de la matrice polyamide 6.....	37
II.4.2. Synthèse du polyamide 6.....	38
II.4.3. Caractéristiques du polyamide 6.....	38

II.4.4. Propriétés du polyamide 6...	40
II.4.5. Utilisations du PA6	43
II.4.6. Dégradation thermique pa6.....	44
II.4.7. Résistance chimique.....	45
II.4.8. Intérêt du recyclage du pa6.....	45
II.5. Propriétés physique et mécaniques des composites	46
II.5.1. Propriétés physiques.....	46
II.5.2. Propriétés mécaniques	47
II.6. Conclusion	56

Chapitre III : Le recyclage des matériaux composites

III. Le recyclage des composites thermodurcissables	57
III.1. Les différents types de déchets.....	57
III.1.1. Déchets inertes.....	57
III.1.2. Déchets dangereux ou Déchets Industriels Spéciaux (DIS).....	57
III.1.3. Déchets Industriels Banals (DIB)	58
III.1.4. Déchet Ultime	58
III.2. Valorisation des matériaux.....	58
III.2.1. Valorisation des matériaux utilisés dans l'industrie de l'automobile	59
III. 3. Valorisation des composites	60
III.3.1. La récupération des matériaux composites	61
III.3.1.1. Collecte.....	61
III.3.1.2. Le tri.....	62
III.3.1.3. Le transport.....	62
III.3.2. Le recyclage des composites	63
III.3.2.1. Le recyclage mécanique	64
III.3.2.2. Le recyclage thermique	65
III.3.2.2.1. Incinération en UIOM	66
III.3.2.3. Le recyclage chimique	68
III.3.2.3.1. Dépolymérisation chimique.....	68
III.4. Exemple de traitement du polyamide 6.....	69
III.4.1. Solvolyse	70
III.4.2. Dissolution.....	71

III.4.3. Hydrolyse	71
III.4.4. Ammonolyse et aminolyse	72
III.4.5 Glycolyse.....	72
III.4.6 Dépolymérisation par pyrolyse.....	72

Chapitre IV : Techniques d'élaboration et de caractérisation

IV.1. Introduction	75
IV.2. Matériaux	75
IV.3. Le matériel utilisé	77
IV.4. Étapes suivi pour l'élaboration du matériau a étudié	78
IV.5. Techniques de caractérisation	80
IV.6. Caractérisation microstructurale physique	80
IV.6.1. Infra-rouge transformée de Fourier	80
IV.6.2. Principe	81
IV.7. Caractéristiques microstructurale	81
IV.7.1. Observation au microscope optique	81
IV.8. Caractérisation mécanique	82
IV.8.1. Essai de traction.....	82
IV.8.2. Essai de Dureté Vickers	83
IV.8.2.1. Principe	83

Chapitre V : Résultats et discussion

V.1. Introduction	85
V.2. Éprouvettes élaborées	85
V.3. Résultats de la caractérisation mécanique	87
V.3.1. Résultats des essais de traction	87
V.3.2. Résultats des essais de dureté	89
V.4. Observation au microscope optique.....	90
V.5. Discussion des résultats de l'infrarouge à transformée de Fourier.....	92

Conclusion générale.....	96
---------------------------------	-----------

Références bibliographiques

Introduction générale

Introduction générale

Les matériaux composites sont des matériaux à hautes performances mécaniques, façonnables à volonté au gré du concepteur et donc doué d'un potentiel illimité.

Ces matériaux se développent aujourd'hui dans pratiquement tous les domaines et sont à l'origine de formidables défis dans diverses réalisations de haute technologie. Ils sont devenus indispensables pour la construction dans plusieurs domaines comme l'aérospatiale, l'automobile, la construction navale, etc.... Comme leur nom l'indique, ils sont composés de plusieurs constituants qui se présentent principalement en deux phases : la matrice et le renfort. Par ailleurs, les matériaux composites, peuvent être choisis et utilisés en fonction d'impératifs techniques et économiques à satisfaire en agissant principalement sur la nature, la proportion, et la composition des constituants, et également sur le mode d'élaboration.

Les ingénieurs recherchent de plus en plus des matériaux de construction légers, robustes, rigides et capables de résister aux chocs, à l'abrasion et à la corrosion : une combinaison de propriétés assez exceptionnelle. Les matériaux résistants sont souvent relativement denses et une augmentation de la résistance et de la rigidité fait généralement diminuer la résilience.

L'étude du comportement des matériaux composites vis-à-vis de l'environnement et la connaissance de leurs caractéristiques mécaniques et granulométrique nécessite de nouvelles notions et techniques plus au moins complexes par rapport à celle utilisés pour les matériaux conventionnels homogènes et isotropes.

Il est absolument nécessaire, avant de lancer un matériau pour une utilisation dans un domaine donné, de faire une étude sur ce matériau.

Notre étude consiste à l'élaboration d'un matériau composite par moulage en contact d'une résine polyuréthane et polyamide 6 recyclé ainsi qu'une poudre graphite.

La charge est un PA6 recyclé en poudre, obtenu après broyage (utilisations d'une lime) de déchets du polyamide 6 en granulométries $0,5 \leq G1 \leq 3$ mm.

La résine est chargée à des taux de : 10% PA6 en poudre et 1% C, 10% PA6 poudre, 20% granulé du PA6 vierge et un mélange 100% polyuréthane.

Ce mémoire se scinde en cinq chapitres

Le premier chapitre est consacré à une recherche bibliographique sur les matériaux composites, leurs constituants, leur classification et les procédés de leur mise en forme. Une importance particulière est donnée aux matériaux polymères et les matières recyclés.

Dans le deuxième chapitre, nous présenterons les différents matériaux utilisés, leur comportement mécanique et des exemples dans leur domaine d'utilisation.

Le troisième chapitre est consacré à la valorisation du recyclage des matériaux composites en particulier les matériaux que nous avons utilisés dans ce travail.

Le quatrième chapitre traite la partie expérimentale de notre travail. Il s'agit de l'élaboration et de la caractérisation de nos matériaux. Nous présentons les constituants choisis pour l'élaboration du matériau composite, le mode d'élaboration adopté et les techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation physique, mécanique et microstructurale de notre matériau composite.

Dans le cinquième chapitre nous exposons les résultats obtenus suite aux essais effectués : l'essai de traction, l'essai de compression, la spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF), l'essai de dureté et les observations microstructurales. Nous rapportons les résultats obtenus et les discuterons.

Nous terminons ce manuscrit par une conclusion générale et des perspectives.

Chapitre I

Généralités sur les matériaux composites

I. INTRODUCTION

Durant ces dernières années, l'utilisation des matériaux composites a connu une évolution considérable dans différents domaines comme l'industrie de l'aéronautique, de l'automobile, l'emballage et le bâtiment, etc.

Le développement des nouveaux matériaux est soumis aux besoins des utilisateurs. Ceux-ci veulent toujours des matériaux plus performants, plus économiques et qui durent plus longtemps. Sont constitués de différentes phases nommées renforts et matrice. Lorsque le matériau composite est non endommagé, les renforts et la matrice sont parfaitement liés et il ne peut pas y avoir ni glissement ni séparation entre les différentes phases. Les renforts se présentent sous forme de fibres continues ou discontinues.

Le rôle du renfort est d'assurer la fonction de résistance mécanique aux efforts. La matrice assure quant à elle la cohésion entre les renforts de manière à répartir les sollicitations mécaniques. L'arrangement des fibres, leur orientation permettent de renforcer les propriétés mécaniques de la structure.

Les chercheurs sont le plus souvent amenés à optimiser les solutions déjà utilisées, mais dans certains cas, ils doivent complètement repenser le problème et envisager de nouveaux matériaux.

La résine ou renfort nous choisisant en fonction de l'application finale visée. Nous présentons dans ce qui suit les différents types de matrices et renforts classiquement employés dans l'industrie.

I. 1. Généralités sur les composites

I.1.1. Définition :

Un matériau composite peut être défini comme l'assemblage de plusieurs matériaux de natures différentes.

Au sens large, le mot "composite" signifie littéralement "constitué de deux ou plusieurs matériaux non miscibles". Les matériaux composites se constituent d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue, appelée matrice. La phase discontinue est appelée le renfort ou matériau renforçant.

Dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère. Les résines polymères existent en grand nombre et chacune à un domaine particulier d'utilisation. Dans les applications où une tenue de la structure aux hautes températures est requise, des matériaux composites à matrice métallique, céramique ou carbone sont utilisés. Dans le cas des matériaux en carbone des températures de 2200°C peuvent être atteintes.

La matrice maintient les renforts et assure les transferts de charge, tandis que les renforts apportent principalement leurs caractéristiques mécaniques élevées (modules et limites d'élasticité, résistance mécanique...)

Cette association a pour but d'obtenir un matériau dont les propriétés spécifiques sont supérieures à celles des composants pris séparément. Le concept de matériau composite, par le choix des constituants et de leurs proportions respectives, ainsi que par le choix de la forme, des dimensions et de la disposition des renforts, permet donc de concevoir un matériau présentant les caractéristiques spécifiques recherchées [1, 2].

I.2. Classification des matériaux composites

On distingue deux types de composites: les composites de grandes diffusions et les composites hautes performances.

- **Les composites à grande diffusion (GD) :** peu coûteux et largement utilisés dans l'industrie (près de 95% des CMO), souvent utilisées les résines polyesters

renforcées les fibres de verre avec un taux de renfort avoisinant 30 % dans 90 % des cas [3].

➤ **Les composites à hautes performances (HP)** : beaucoup plus onéreux, ont un emploi restreint mais d'excellentes propriétés mécaniques, les renforts utilisés sont plutôt des fibres longues, avec un taux de renfort supérieur à 50 % [3].

I.3. Type des matériaux composites

Les composites peuvent être classés suivant la forme des composants ou suivant la nature des composants.

I.3.1. Composites à fibres

Un matériau composite est un composite à fibres si le renfort se trouve sous forme de fibres. Les fibres utilisées se présentent soit sous forme de fibres continues, soit sous forme de fibres discontinues : fibres coupées, fibres courtes, etc. L'arrangement des fibres, leur orientation permettent de moduler à la carte les propriétés mécaniques des matériaux composites, pour obtenir des matériaux allant de matériaux fortement anisotropes à des matériaux isotropes dans un plan.

Le concepteur possède donc là un type de matériau dont il peut modifier et moduler à volonté les comportements mécanique et physique en jouant sur :

- La nature des constituants,
- La proportion des constituants,
- L'orientation des fibres, suivant le cahier des charges imposées

L'importance des matériaux composites à fibres justifie une étude exhaustive de leurs comportements mécaniques. En conséquence, le présent ouvrage sera essentiellement consacré par la suite à l'étude de ce type de matériaux.

I.3.2. Composites à particules

Un matériau composite est un composite à particules lorsque le renfort se trouve sous forme de particules. Une particule, par opposition aux fibres, ne possède pas de dimension privilégiée.

Les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la

diminution du retrait, etc. Dans de nombreux cas, les particules sont simplement utilisées comme charges pour réduire le coût du matériau, sans en diminuer les caractéristiques.

Le choix de l'association matrice-particules dépend des propriétés souhaitées. Par exemple, des inclusions de plomb dans des alliages de cuivre augmenteront leur facilité d'usinage. Des particules de métaux fragiles tels le tungstène, le chrome et le molybdène, incorporé dans des métaux ductiles, augmenteront leurs propriétés à températures élevées, tout en conservant le caractère ductile à température ambiante.

Les cermets sont également des exemples de composites métal-céramique à particules, adaptés à des utilisations à températures élevées. Par exemple, les cermets à base d'oxydes sont utilisés pour les outils de coupe à vitesse élevée, et pour les protections à hautes températures.

Également, des particules d'élastomère peuvent être incorporées dans des matrices polymères fragiles, de manière à améliorer leurs propriétés à la rupture et au choc, par diminution de la sensibilité à la fissuration.

Ainsi, les composites à particules recouvrent un domaine étendu dont le développement s'accroît sans cesse [4].

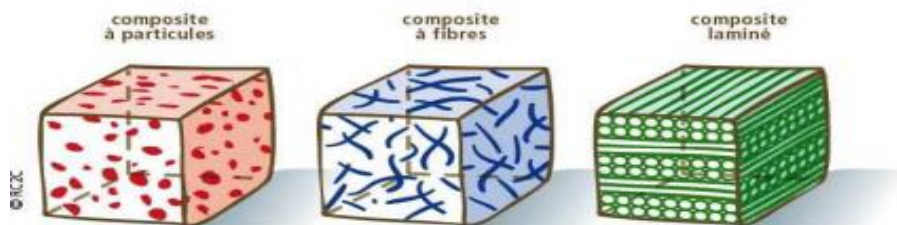


Figure I.1. Schéma d'un matériau composite [4].

I.4. Classification suivant la nature des constituants

Selon la nature de la matrice, les matériaux composites sont classés suivant des composites à matrice organique, à matrice métallique ou à matrice minérale.

Divers renforts sont associés à ces matrices. Seuls certains couples d'association sont actuellement un usage industriel, d'autres faisant l'objet d'un développement dans les laboratoires de recherche. Parmi ces composites, nous pouvons citer

- **Composites à matrice organique (résine, charges), avec:**
 - Des fibres minérales : verre, carbone, etc.
 - Des fibres organiques : Kevlar, polyamides, etc.
 - Des fibres métalliques : bore, aluminium, etc.
- **Composites à matrice métallique (alliages légers et ultralégers d'aluminium, de magnésium, de titane), avec:**
 - Des fibres minérales : carbone, carbure de silicium(SiC),
 - Des fibres métalliques : bore,
 - Des fibres métallo-minérales : fibres de bore revêtues de carbure de silicium (BorSiC).
- **Composites à matrice minérale (céramique), avec:**
 - Des fibres métalliques : bore,
 - Des particules métalliques : cermets,
 - Des particules minérales : carburent, nitrides, etc.

Les matériaux composites à matrice organique ne peuvent être utilisés que dans le domaine des températures ne dépassant pas 200 à 300 °C, alors que les matériaux composites à matrices métallique ou minérale sont utilisés au-delà jusqu'à 600 °C pour une matrice métallique, jusqu'à 1000 °C pour une matrice céramique.

En fonction de la forme des constituants, les composites sont classés en deux grandes classes : les matériaux composites à particules et les matériaux composites à fibres [5].

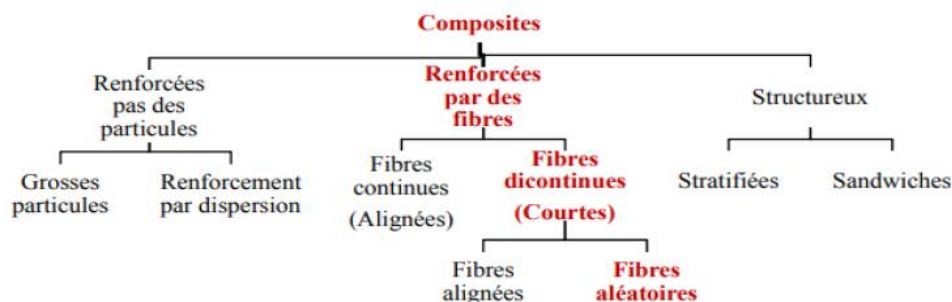


Figure I.2. Classification schématique des différents types de composites [5].

I.5. Les constituants d'un matériau composite

Le matériau composite est constitué principalement d'une phase continue appelée la matrice qui est blindée avec une phase discontinue est le renforcement, ces deux phases sont liées au niveau d'une interface qui assure l'adhésion entre eux, en outre de la charge qui améliore certaines propriétés du composite figure I.3 [6,7].

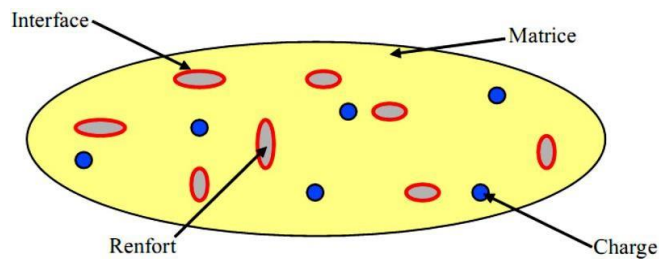


Figure I.3. Les constituants d'un matériau composite [7].

I. 5. 1. Les renforts

Renforcer les constituants dans les composites, comme le mot l'indique, fournir la force nécessaire pour le composite, le but des renforts dans les matériaux composites est essentiellement d'accroître leurs propriétés mécaniques (rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc.) et d'améliorer certaines des propriétés physiques, tels les comportements au feu et à l'abrasion, la tenue en température ou les propriétés électriques. Les caractéristiques recherchées dans les renforts sont une masse volumique faible, une compatibilité avec les matrices et une facilité de mise en œuvre [8].

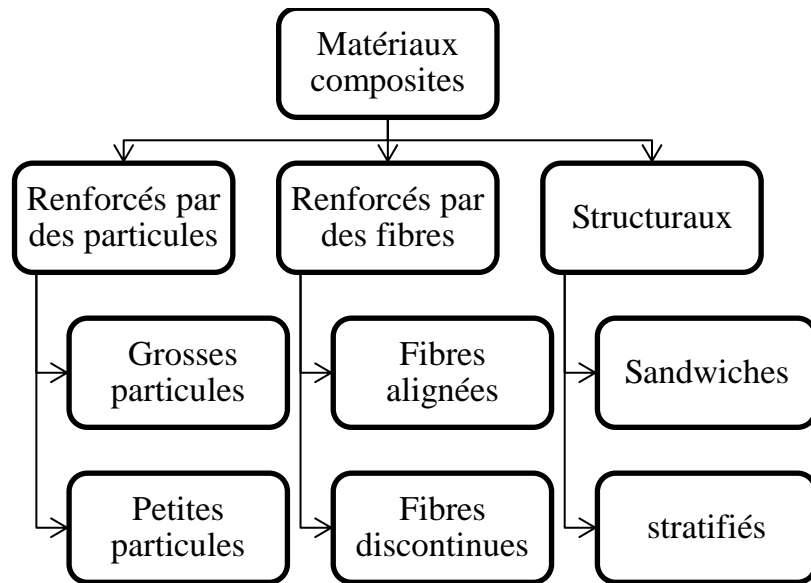


Figure I.4. Les différents types de renforts [9].

I.5.2. Différents types de renforts

1.5.2.1. Renfort en fibres discontinues

Des fibres courtes, ou particules (charges sous forme de microbilles, de fibres broyées, d'écaillés ou de poudre), permettent d'améliorer

Certaines propriétés de la matrice (résistance à l'usure, propriétés thermiques, poids). Celle-ci reste l'élément de base et on obtient alors un « polymère renforcé ».

1.5.2.2. Renfort continu

Sous forme de fibres longues qui sont généralement utilisées pour des composites HP. Cette forme fibreuse offre une résistance à la rupture et souvent un module d'élasticité beaucoup plus élevée que ceux du même matériau massif, avec une augmentation de la longueur de 10000 fois, ou bien pour le même volume, la surface est multipliée par 100 dans le cas des fibres de verre .

Les renforts les plus utilisés aujourd'hui dans l'industrie sont les fibres de carbone et les fibres de verre, ces derniers ont de bonnes caractéristiques mécaniques[10].

I .5.2.3. Les fibres de verre

Les fibres de verre ont un excellent rapport performance-prix. C'est les renforts les plus utilisés actuellement dans la construction de structures composites. On distingue trois types de fibres de verre [11].

- Verre E : pour les composites à grande diffusion.
- Verre S : pour les applications d'électricité.
- Verre R : pour les composites à haute performance.

. Avantages de la fibre de verre

- Compatibilité avec les matrices organiques.
- Bonnes propriétés diélectriques.
- Faible coût.

.Inconvénients de la fibre de verre :

- Faible module d'élasticité (par rapport aux fibres de carbone et l'aramide).



Figure I.5. Fibre de verre sous forme mat [11].

.Fibres de carbone :

Les fibres de carbone sont particulièrement fines -- de l'ordre de 5 à 10 micromètres de diamètre -- et composées presque exclusivement d'atomes de carbone -- plus quelques pourcents d'atomes d'azote, d'oxygène et d'hydrogène. Elles servent notamment à renforcer certains matériaux composites

-Elles conduisent bien l'électricité et la chaleur (avantages qui peuvent aussi devenir des inconvénients selon l'application).

-Elles sont rigides (leur module d'élasticité peut toutefois varier en fonction des

paramètres de mise en œuvre).

-Elles résistent bien à la traction, tout comme à la compression. Elles s'avèrent, en ce sens, même aussi solides que l'acier, voire plus.

-Elles sont près de 70 % plus légères que l'acier [12].

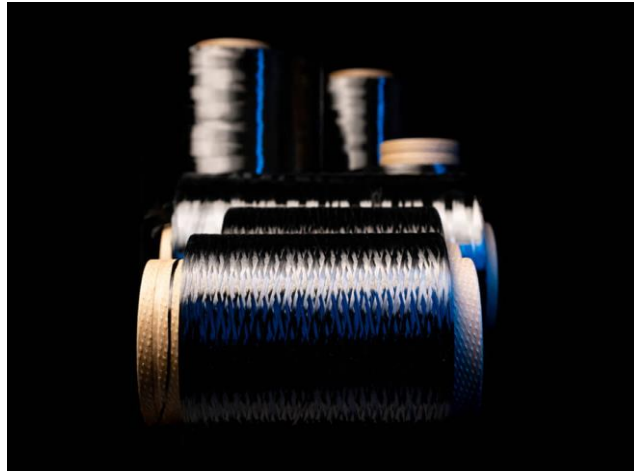


Figure I.6. Bobine de fibre de carbone [12].

.Les fibres d'aramide

Elles sont généralement connues sous le nom de *Kevlar*. Elles ont une bonne résistance aux chocs, à l'impact et à l'abrasion, mais leur utilisation est limitée par leur faible résistance à la compression, à la flexion, au flambement, et elles sont sensibles au cisaillement inter laminaire (l'adhérence entre matrice et fibre est mauvaise ou moyenne).

.Fibres naturelles

Comme le chanvre et le lin, ces fibres ont de bonnes propriétés mécaniques (module de Young peu atteindre celui du verre) pour un prix modeste, elles sont particulièrement écologiques puisque ce sont des produits naturels ; mais ces fibres, présentent plusieurs verrous techniques : elles ne sont pas fabriquées par un processus industriel, la quantité et la qualité des fibres produites dépendent de l'environnement, les fibres naturelles sont difficilement calibré et plus difficilement manipulables[13].

I.6. Les charges et les additifs**I.6.1. Les charge**

Les composites peuvent être renforcés par un autre matériau se présentant sous forme de fines particules, ce sont les charges.

Elles ont pour but de modifier les caractéristiques du produit : dureté superficielle, résistance à la contrainte en flexion ou en choc ou encore diminution du pouvoir calorifique, amélioration du comportement au feu et souvent baisse de prix de revient. Les plus employées sont le carbone de calcium pulvérulent (craie broyée), le kaolin, la silice, le mica, l'hydrate d'alumine et les microbilles de verre [14].

I.6.2. Les additifs

Ils sont nécessaires pour assurer une adhérence suffisante entre le renfort fibreux et la matrice et de modifier l'aspect ou les caractéristiques de la matière à laquelle ils sont ajoutés. Les additifs se trouvent en faible quantité (quelques % et moins) et interviennent comme :

- lubrifiants et agents de démoulage.
- pigments et colorants.
- agents anti-retraits.
- agents anti-ultraviolets.
- accélérateur.
- catalyseur [14].

I.6.3. La matrice

Dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère. Les résines polymères existent en grand nombre et chacune à un domaine particulier d'utilisation. Dans les applications où une tenue de la structure aux très hautes températures est requise, des matériaux composites à matrice métallique, céramique ou carbone sont utilisés. Dans le cas des matériaux en carbone des températures de 2200°C peuvent être atteints. La classification des types de matrices couramment rencontrées est donnée sur la figure 1.4 [16].

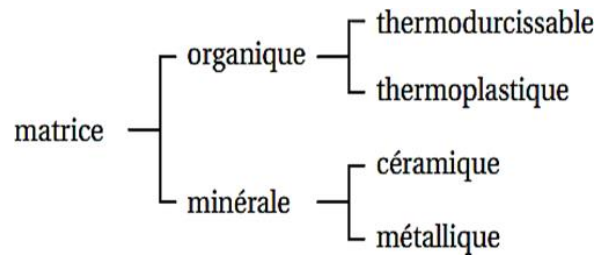


Figure 1.7. Type de matrice [16].

I.7. Mise en œuvre des composites

. Généralement le choix d'un procédé de moulage se fait en fonction de certains paramètres à savoir: - Imprégnation du renfort par le système résineux. - Mise en forme à la géométrie de la pièce.

Durcissement du système :

- Soit par polycondensation et réticulation pour les matrices thermodurcissables,
- Soit par simple refroidissement pour les matières thermoplastiques. Les procédés les plus importants sont :
 - Moulage par contact
 - Moulage par projection simultanée
 - Injection thermodurcissable BMC
 - Compression thermodurcissable SMC
 - Enroulement filamentaire (ou bobinage) [11].

I.7.1. Moulage au contact

. Le principe consiste à disposer dans un moule les renforts (sous forme de mat ou de tissu) imprégnés manuellement d'une matrice thermodurcissable, comme il est montré sur la figure I.8.

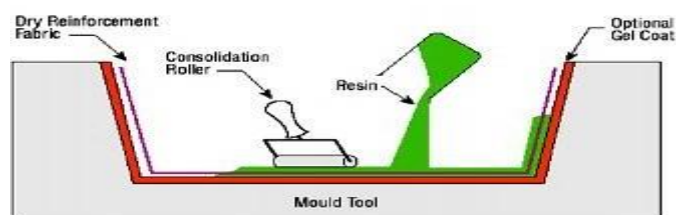


Figure I.8. Moulage au contact [15].

I.7.2. Moulage par projection

Dans cette méthode, la résine et les fibres de renfort coupées sont projetées simultanément au moyen d'un pistolet sur une forme.

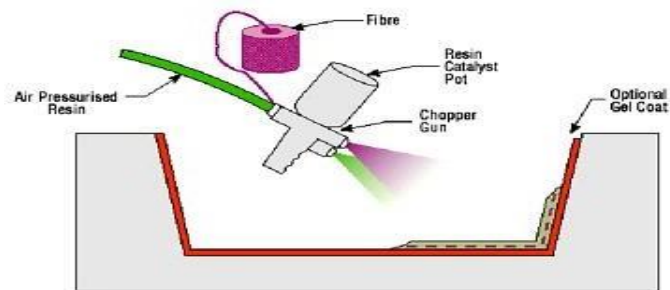


Figure I.9. Méthode de projection simultanée [15].

I.7.3. Moulage par compression

Le moulage par compression est l'un des procédés les plus économiques pour la production de grandes séries de pièces de petites et de moyennes dimensions. Dans ce procédé, on place une préforme de moulage (résine, renfort, catalyseur et additifs déjà pré mélangés) dans la cavité d'un moule chauffé, et ensuite on la presse aux dimensions finales. On utilise des pressions qui vont de 0.5 à 15 MPA.

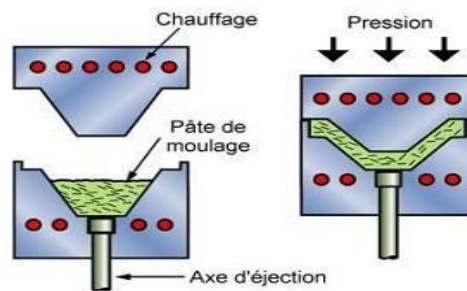


Figure 1.10. Méthode de moulage par compression [15].

I.7.4. Moulage sous vide

Les renforts fibreux sont placés à sec sur un film démoulant qui épouse les formes du moule. Une membrane souple joue le rôle de contre-moule et assure l'étanchéité. Le vide créé permet à la résine de se diffuser dans les renforts fibreux et cavités. Cette méthode pourrait être combinée avec un système de chauffage qui servirait à polymériser la résine. Aux conditions ambiantes, la pression qui fait couler la résine est égale à la pression atmosphérique.

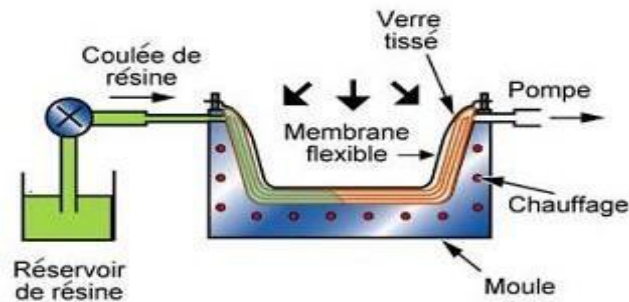


Figure I.11. Méthode du moulage sous vide [15].

I.7.5. Moulage par transfert de résine (RTM- Résine Transfert Molding)

Le moulage par transfert de résine consiste à imprégner un renfort placé à l'intérieur d'un ensemble moule et contre-moule très rigide et fermé. L'alimentation des résines est réalisée par le vide ou par l'injection de la résine. Cette méthode permet d'atteindre des taux volumiques élevés des fibres, d'où l'obtention de pièces à caractéristiques mécaniques élevées. Ce procédé de moulage convient à la réalisation de pièces profondes et de formes complexes.

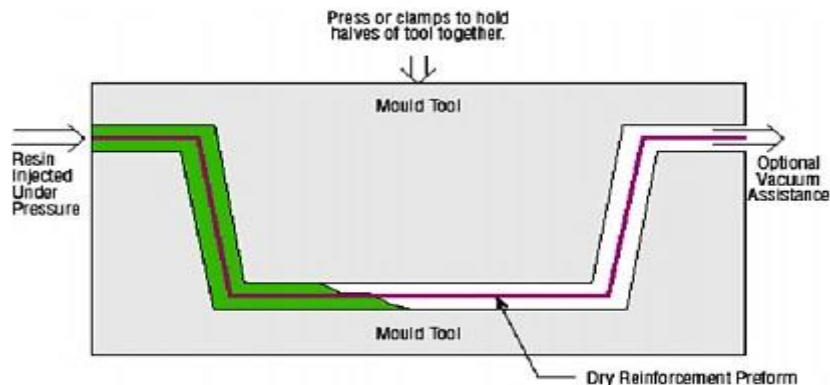


Figure I.12. Principe du moulage par injection de résine [15].

I.8 Architecture du composite

Les structures des matériaux composites peuvent être classées en trois types :

- Les monocouches
- Les stratifiées
- Les sandwiches

I.8.1. Monocouches

Représentent l'élément de base de la structure composite. Les différents types de monocouches sont caractérisés par la forme du renfort : à fibres longues (unidirectionnelles UD, réparties aléatoirement), à fibres tissées, à fibres courtes.

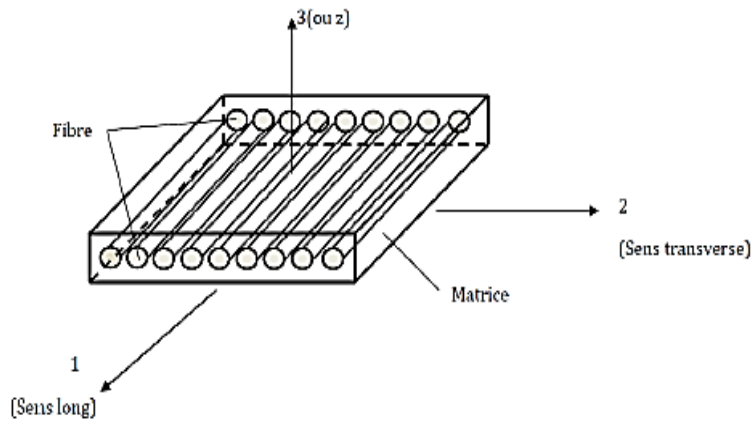


Figure I.13. Composite monocouche

I.8.2. Stratifiés

Un stratifié est constitué d'un empilement de monocouches comme nous le voyons sur la figure I.13 ayant chacun une orientation propre par rapport à un référentiel commun aux couches et désigné comme le référentiel du stratifié. Le choix de l'empilement et plus particulièrement des orientations permettra d'avoir des propriétés mécaniques spécifiques.

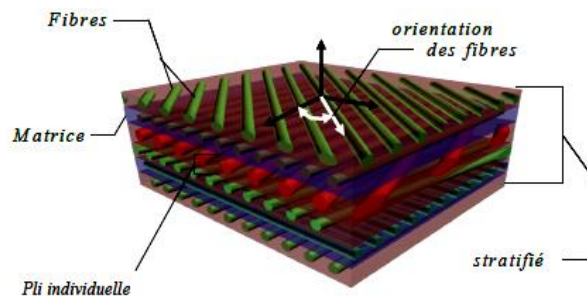


Figure.1.14. composite stratifié

Les stratifiés peuvent être de trois types :

1) **Equilibrés :**

Le stratifié contient autant de couches orientées suivant la direction + 45 que de Couches suivant la direction - 45,

2) **Symétriques :**

Les couches du stratifié sont disposées symétriquement par rapport à un plan moyen (miroir),

3) **orthogonaux :**

Le stratifié comporte autant de couches à 0° que de couches à 90°.

Lorsque la symétrie miroir est réalisée, elle entraîne la symétrie des contraintes et empêche ainsi l'apparition des déformations d'ensembles de la pièce (voilement, Gauchissement).

L'avantage que présentent les composites stratifiés est de permettre de créer des matériaux aux propriétés mécaniques orientées de manière optimale afin de mieux répondre aux sollicitations de la structure [8].

I.8.3. Sandwichs

Matériaux composés de deux semelles (ou peaux) de grande rigidité et de faible épaisseur enveloppant une âme (ou cœur) de forte épaisseur et faible résistance. L'ensemble forme une structure d'une grande légèreté. Le matériau sandwich possède une grande légèreté en flexion et c'est un excellent isolant thermique.

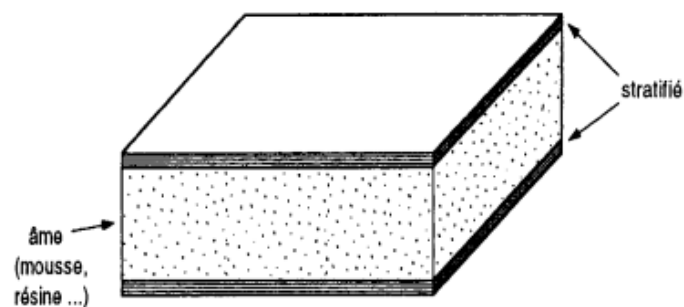


Figure I.15. Composite sandwichs

I.9. Caractéristiques des matériaux composites

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

- des propriétés, de la nature et de la quantité des matériaux constitutifs.
- des constituants, de la géométrie et de la distribution du renfort
- de leurs interactions, de la nature de l'interface matrice-renfort, etc.

Les principales caractéristiques des pièces fabriquées en matériaux composites sont :

- Faible masse,
- Bonne tenue en fatigue (durée de vie augmentée),
- Absence de corrosion,
- Absence de plasticité (leur limite élastique correspond à la limite de rupture)
- Vieillesse sous l'action de l'humidité et de la chaleur,
- Inertie à certains produits chimiques courants (solvants, peinture, huiles, Pétroles,...),
- Tenue aux impacts et aux chocs très moyenne,
- Très forte anisotropie [2].

I.9.1. Domaines d'utilisation des matériaux composites

Les matériaux composites de nos jours prennent une place prépondérante dans différents domaines de par leur simplicité d'élaboration, leur légèreté ainsi que leurs caractéristiques mécaniques.

Aéronautiques

Avec son aspect lisse, et ses caractéristiques mécaniques propres, le composite est le choix des constructeurs aéronautiques. C'est même devenu un enjeu des futurs gros porteurs qui visent 70% de leur poids en composites, principalement à base de carbone. C'est aussi la tendance de l'aviation de tourisme et de loisir avec des ULM de plus en plus carénés de composites.

Agriculture

Dur à la tâche et résistant à tous les temps, le composite figure parmi le matériau de fabrication du matériel agricole : tant sur le matériel roulant (tracteurs, round balleuses, semoirs) que sur le matériel fixe (robots de traite, cuves, abreuvoirs,...). Sa capacité à être réparé est un atout pour ce secteur d'activité.

Automobile carrosserie

Conforme au niveau d'exigence des plus grandes marques de voiture de sport, mais aussi apprécié pour son poids réduit, le composite est présent chez les constructeurs et dans les écuries sportives. Son prix modéré est également l'un des critères de choix chez les carrossiers industriels qui peuvent ainsi proposer à leurs clients des véhicules beaux et économiques.

Batiments

Le monde du bâtiment sait apprécier les beaux produits, et il est également exigeant sur leur robustesse : c'est pourquoi les capots des engins de chantiers, des compresseurs mobiles, ... sont souvent en matériaux composites. L'avenir de certains équipements de nos maisons et immeubles se joue également dans ces matériaux [12].

I.10. Les matériaux composites dans l'industrie de l'automobile**I.10.1. Introduction : Généralités sur la l'industrie de l'automobile**

L'industrie automobile occupe une place à part dans l'activité économique d'un pays. En mesurant ses volumes d'affaires, le montant de ses investissements, le nombre de ses effectifs ou la valeur de son excédent commercial, on ne peut que constater le rôle prépondérant de cette activité. Et cette importance s'accroît encore si l'on tient compte du poids de l'automobile dans les secteurs de l'acier, du verre ou des produits pétroliers. L'automobile est bien l'un des indicateurs les plus pertinents de l'activité d'un pays, et ce, hier comme aujourd'hui. Symbole des activités pionnières de la Belle Epoque, de la modernité des années vingt, image par excellence de la production en grande série, puis plus tard de la consommation de masse, au cours des Trente Glorieuses, l'automobile n'a cessé d'être au cœur des mutations de l'économie nationale.

L'automobile française n'est pas née avec le siècle puisqu'elle a déjà plus de dix ans en 1901. Si la France est à ce moment précis le premier constructeur mondial, elle ne rassemble en fait que des firmes artisanales qui rivalisent bien plus d'innovations pour moderniser leurs tricycles ou quadricycles à moteur, que d'efforts techniques pour transformer cette activité en industrie. Emile Levassor, Armand Peugeot, ou un peu plus tard Louis Renault et Marius Berliet sont d'abord des inventeurs, même si les deux premiers sont à même de s'appuyer sur

une solide expérience industrielle. Faute de marché, la construction automobile française reste artisanale, comme à peu près partout en Europe.

I.10.2. Activités de l'industrie automobile

Le secteur automobile concentre un grand nombre d'activités, offrant des emplois à tous les niveaux de qualification, du CAP à l'ingénieur.

L'industrie regroupe trois grandes familles d'activités:

- construction de véhicules automobiles ;
- fabrication d'équipements automobiles ;
- fabrication de carrosseries, de remorques et de caravanes.

Les services automobiles en comptent davantage, depuis la vente de véhicules jusqu'à leur recyclage : commerce automobile ; réparation automobile ; commerce de détail d'équipements automobiles ; commerce de détail de carburant ; commerce et réparation de cycles et de motocycles ; contrôle technique automobile ; écoles de conduite ; location courte et longue durée ; démolisseurs-recycleurs ; parcs de stationnement ; stations de lavage.

I.10.3. Matériaux de base dans les carrosseries de voiture

Les matériaux qui sont principalement utilisés dans la production de carrosseries au cours des dernières années sont les suivants:

- Alliages de fer: acier et aciers alliés
- Alliages d'aluminium
- Alliages de magnésium
- Plastiques et leurs alliages, même renforcés
- Résines thermodurcissables avec fibre de verre ou carbone
- Verre

Des cinq matériaux utilisés pour les carrosseries de voitures, l'acier est le plus utilisé, suivi du plastique, de l'aluminium et de la fibre de verre, qui sont actuellement moins utilisés sur les vus. De plus, pour certains véhicules haut de gamme, les composants en magnésium et fibre de carbone commencent à s'intégrer [9].

I.10. 4. Les composites dans l'industrie automobile

a) Le marché des composite

En 2009, Frédérique Mutel, présidente du groupe JEC (première organisation dédiée à l'industrie des matériaux composites) présentait ainsi le marché des matériaux composites : « Le marché mondial des matériaux composites représente environ 62 milliards d'euros, pour 8,6 millions de tonnes et emploie 550 000 personnes ».

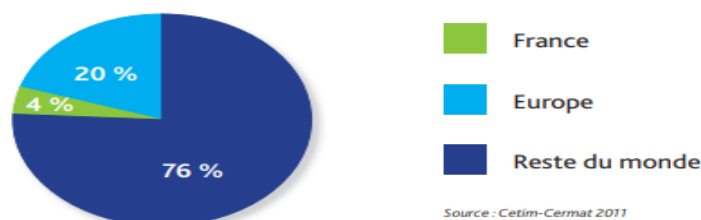


Figure I.16. Répartition géographique des matériaux composite [9].

Les chiffres de 2010, nous indiquent qu'en France 300 000 tonnes de composites ont été produites pour un chiffre d'affaires de 2 milliards d'euros. Cette industrie compte environ 22 000 employés répartis dans plus de 500 entreprises dont 80% sont des PME [9].

Tableau I.1. Répartition du marché en France par type de procédé (en volume)

Moulage par compression (SMC/BMC)	35%
Injection de granulé thermoplastiques (TPR)	25 %
Moulage contact et projection	18 %
Moulage par injection de résine liquide (RTM)	5 %
Imprégnation en continu	4 %
Moulage par injection-réaction (RIM)	3 %
Drapage	3 %
Estampage	3 %
Pultrusion	2 %
Enroulement filamentaire	2 %

b) les contraintes et avantage de l'industrie automobile

Les constructeurs automobiles utilisent de plus en plus les matériaux composites pour faire évoluer leurs offres en prenant en compte les contraintes économiques, concurrentielles mais aussi réglementaires : telles que les réglementations internationales relatives aux émissions sonores émises par le véhicule, à la sécurité lors de chocs ou encore à l'environnement (pollution, véhicules en fin de vie...). Ils doivent aussi limiter la consommation en carburant et la pollution par les gaz d'échappement, la solution passe donc par l'allègement du véhicule.

Tableau I.2. Les critères de choix des composites par rapport aux métaux

Contraintes	Avantages
Caractéristiques mécaniques plus faibles.	Résistant à la corrosion.
Tenue au feu et résistance en température (plus faible que les métaux).	Gain de poids.
Peinture type automobile plus difficile.	Bilan énergétique, réduction des émissions.
Coût plus élevé :	Optimisation des coûts de production.
- Fluctuation des prix des matières premières.	Complexité et diversité des formes possibles :
- Nécessité de nouveaux investissements en production.	- souplesse d'utilisation,
Complexité et difficulté de recyclage des thermodurcissables.	- facilité de mise en forme favorisant l'amélioration de l'aérodynamisme.
	Isolation électrique.
	Faible coefficient de friction

Les caractéristiques mécaniques des composites sont plus faibles que celles des métaux notamment en matière de flexion, de résistance à la rupture, ou encore de températures limites d'utilisation. Mais cette faiblesse va participer à l'amélioration de la sécurité des véhicules grâce à leur destruction progressive (absorption progressive d'énergie) en cas de choc. Les composites présentent aussi une meilleure indentation, c'est-à-dire que suite à des petits chocs urbains, entraînent souvent des investissements faibles et suppriment des usinages de finition tels que découpes ou ébavurages. Les économies se font ainsi sur les autres étapes. Le prix au kilo des matériaux composites est souvent plus élevé (surtout par rapport à l'acier), mais la diversité des technologies de mise en œuvre par moulage (injection, compression...) limite la quantité de matière engagée au juste nécessaire (pour compenser ainsi le coût au kilo). En revanche, en ce qui concerne le recyclage, les composites sont lésés par rapport aux métaux, surtout ceux à base de résines thermodurcissables : en effet, une fois agglomérées, les fibres et

la matrice en polymère sont effectivement difficiles à séparer, surtout à cause de leur grande variété chimiquement incompatible et de la présence d'additifs. Mais ce problème ne constitue pas un frein pour les constructeurs qui intègrent dès le départ ces contraintes dans leur cahier des charges. L'Union européenne leur impose de réduire la masse des déchets à la source lors de la production, de réutiliser des produits, de recycler tout ou partie des matériaux et d'incinérer des déchets avec ou sans valorisation des matières et des énergies [9].

Tableau I.3. Les critères de choix des types de résine

Résines Thermodurcissables	
Avantages	Coût
	Durabilité
Inconvénients	Emission de COV au cours de la mise en œuvre
	Assemblages par collage délicats
	Faible cadences
	Difficultés de recyclage des déchets industriels
Résines Thermoplastiques	
Avantages	Absence d'émission de COV au cours de la mise en œuvre
	Facilité d'assemblage
	Temps de cycle court (en fonction des procédés)
	Potentialités de recyclage
	Possibilité de formage à chaud
Inconvénients	Choix limité de résines disponibles à l'échelle industrielle
	Vigilance sur la qualité de l'interface fibre-matrice

c) Applications et domaines d'utilisation des composites dans l'automobile

Les matières plastiques font partie intégrante de :

- l'habillage intérieur des véhicules,
- l'habillage extérieur des véhicules,
- la carrosserie entière éventuellement,
- l'équipement électronique,
- certaines pièces mécaniques.

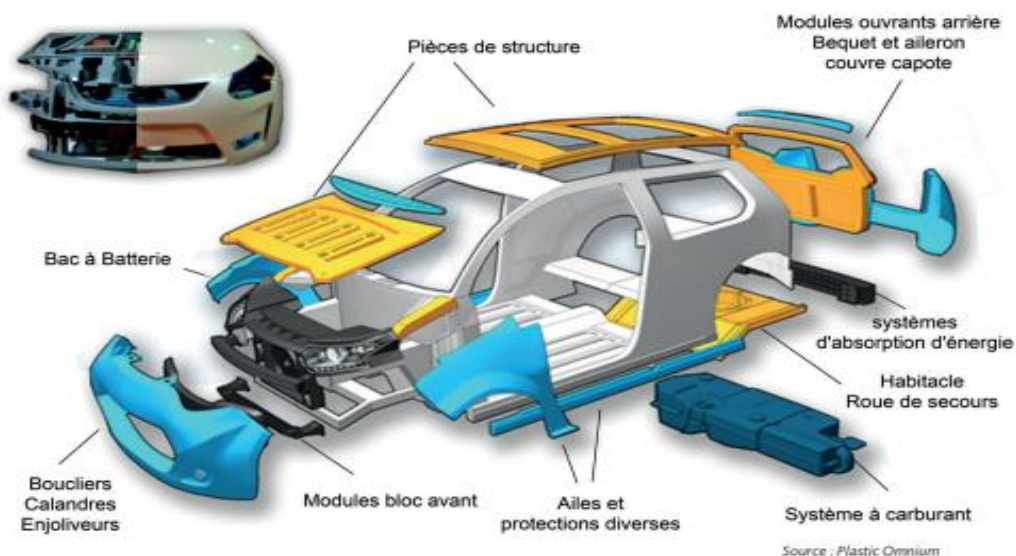


Figure I.17. Les matières plastiques dans l'automobile [9].

Suivant les domaines d'utilisation, les pièces seront fabriquées soit en matières thermoplastiques (garnitures d'habitacle, planche de bord, boucliers, ailes, baguettes de protection...), soit en matières thermodurcissables (ailes, capot, portes, hayon, ressort à lame, arbres de transmission...) [9].

I .11. Enjeux et défis des matériaux composites

Les enjeux sont aujourd'hui de recourir à des matériaux composites et/ou des combinaisons de matériaux aux performances mécaniques, physico-chimiques, environnementales toujours plus élevées et en maîtriser leur mise en œuvre et leur assemblage. Techno campus Composites accueille donc des activités s'étendant de la recherche fondamentale jusqu'à la pré-industrialisation autour de projets pour

- simuler et développer de nouveaux procédés permettant la fabrication de pièces de grandes dimensions, à géométrie complexe, sous fortes contraintes mécaniques ;
- automatiser des procédés afin de suivre les augmentations de cadence ;
- développer de nouveaux procédés pour fabriquer des pièces composites fonctionnelles, plus légères, plus compétitives et durables ;
- découvrir de nouvelles techniques d'assemblage de pièces en composites de grandes dimensions ;
- développer l'utilisation de technologies de simulation numérique pour modéliser et concevoir différemment ;
- créer des outils de contrôle de pièces en composites complexes ;
- développer des solutions écologiquement et économiquement viables pour recycler les matériaux composites [10].

I .12. Conclusion

Le présent chapitre constitue une synthèse générale sur les matériaux composites comme matériaux réunissant les propriétés de leurs constituants. La recherche bibliographique réalisée nous a permis de connaître les différentes classifications des matériaux composites selon la nature des constituants ou leur taille géométrique.

Nous avons vu leur domaines d'application, les différentes techniques de leur élaborations, ce qui nous donne le privilège de fabriquer ou de composer des caractéristiques spécifique à nos besoins, ces dernières peuvent donner une bonne résistance aux matériaux grâce à leurs propriétés ce qu'on va voir dans les chapitre suivant.

Chapitre II

Les matériaux d'étude : le polyuréthane, le carbone-graphite et le polyamide 6

II.1. Introduction

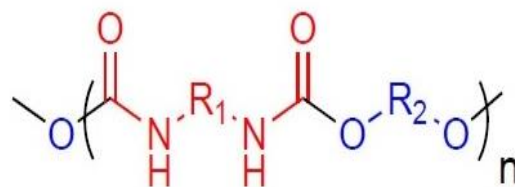
Dans ce chapitre nous allons présenter les matériaux de base utilisés dans nos matériaux composites et leurs propriétés mécaniques, chimiques, physiques, leur structure, les méthodes de recyclage et leur domaine d'application, ces derniers sont composés d'une résine polyuréthane (matrice), du graphite en poudre (charges), du polyamide 6 en poudre comme renfort et nous allons parler du comportement des matériaux composites.

II.2. Résine polyuréthane (PU)

Constituée d'une molécule organique appelée encore polymère uréthane. On nomme ainsi uréthane tout composé produit par une réaction avec un alcool et un isocyanate. Les peintures polyuréthanes du marché sont généralement bi-composantes avec une résine de base et un durcisseur à incorporer.

Il faut toujours réaliser une homogénéisation soignée des différents composants avant d'appliquer la peinture. Cependant, le mélange a une durée de vie limitée dans le temps. On appelle encore pot life ce délai d'utilisation. En effet, on met en route une réaction de durcissement plus ou moins longue selon le type de résine employée.

C'est un polymère dont le motif répétitif est uréthane. Les polyuréthanes commerciaux sont des polymères de structure $-(O-R-O)-(CONH-R'-NH-CO)-$, où R et R' représentent des groupes organiques de type alkyle ou aromatique [17,22].



Polyuréthane

Figure II.1. Structure chimique polyuréthane [17]

II.2.1. Production du PU

La réaction de formation du **polyuréthane** fut mise au point par **Charles Adolphe Wurtz** en 1849. Otto Bayer et ses collègues découvraient le polyuréthane en 1937 chez Bayer/I.G.

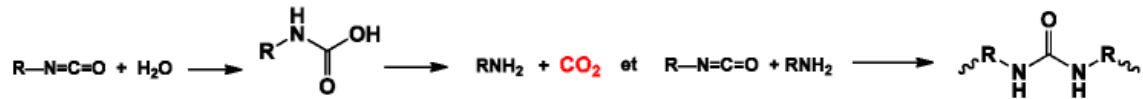


Figure .II.2. Réaction de synthèse polyuréthane [18]

Le polyuréthane est produit en faisant réagir des **dis cyanates** avec des **polyols** (produits dérivés du pétrole). Une série d'additifs est également nécessaire pour produire des polyuréthanes de bonne qualité. Les polyols HO-R-OH sont tels que le polypropylène glycol (PPG), le poly-tétraméthylène glycol (PTMG), le poly-caprolactone (PCL), le polybutylène adipate (PBA), des polyéthers ou polyesters. Les diisocyanates OCN-R'-NCO sont le MDI (di-isocyanate de diphenylméthane) et le TDI (toluène di-isocyanate). La production sans eau produit des polyuréthanes non-mousses. La production de mousse polyuréthane est réalisée par addition d'eau. L'utilisation de l'eau seule n'affecte pas la qualité ou la durabilité du produit pour la plupart des applications. Des liquides organiques à bas point d'ébullition ont été trouvés pour produire de meilleurs résultats, avec l'avantage supplémentaire d'améliorer les propriétés isolantes de la mousse [18].

II.2.2. Propriétés physico-chimiques du PU

Ce plastique peut être présent sous forme de **mousses souples, mousses rigides ou produits non-mousse**. Il possède un caractère **thermodurcissable**. La mousse rigide composée de fines cellules fermées emprisonnent un gaz à faible conductivité thermique. Ce matériau est un excellent isolant thermique. On peut signaler que la conductivité thermique de la mousse de polyuréthane se situe entre 0,023 et 0,028 W/m.K [18,22].

II.2.3. Propriété mécanique du PU

Les principales propriétés des polyuréthanes

- capacité de charge élevée
- faible déformation résiduelle
- excellente tenue à l'abrasion 4 à 10 fois supérieure à bien d'autres matériaux
- large plage d'utilisation à la température
- résiste aux radiations
- bonne tenue à l'hydrolyse
- grand choix de dureté
- durée de vie élevée au regard d'autres matériaux
- excellente tenue à l'entaille, à l'impact et au déchirement,
- excellente résilience
- idéal pour amortir les bruits et vibrations
- Excellente résistance aux produits chimiques
- Ne marque aucune surface [19].

II.2.4. Domaine d'application PU

Les polyuréthanes sont à la base de la fabrication de colles, plus particulièrement pour assembler le bois ou le collage des semelles de chaussures. L'avantage principal de ce type de colle est sa résistance à l'eau. Ils sont largement utilisés dans les enduits, laques, peintures et vernis, que cela soit dans le bâtiment, l'ameublement ou la protection du bois. Les combinaisons poly hydroxylées conduisent à des matériaux employés pour les peintures hautes performance.

Enfin, le Lycra et de nombreux vêtements sont fabriqués à base de polyuréthane pour ses propriétés extensibles qui en font un produit très adapté aux vêtements de sport [20].

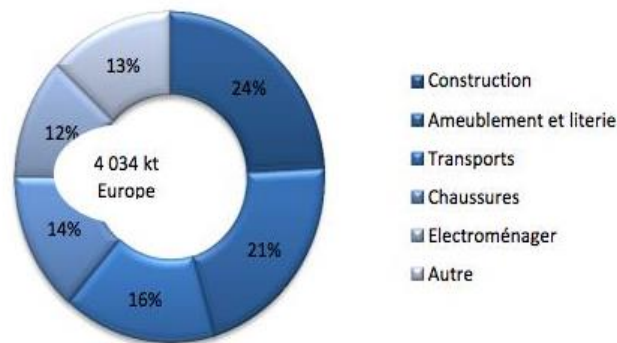


Figure II.3. Domaine d'applications PU en Europe 2011[20].

II.2.5. Avantages du PU

Parfaitement stable de par sa résistance à la compression et au tassement, très peu sensible à l'humidité, le polyuréthane présente également une résistance thermique (R) des plus élevées. Cinq fois plus léger et deux fois moins épais que ses concurrents, c'est l'un des isolants les plus fins du marché à performance équivalente [21].

II.2.6. Recyclage, dégradation et traitements des déchets PU

On distingue deux techniques de recyclage, à savoir

1– Le recyclage chimique qui regroupe la glycolyse, l'hydrolyse, l'aminolyse et les procédés thermochimiques

2– Le recyclage mécanique qui regroupe l'agglomération, le broyage et pulvérisation, le moulage par compression et la pression adhésive.

Les non-mousse sont difficilement collecte-ables et difficile à rendre pure (revêtements de peintures, adhésifs, mastics et colles pour lesquels il n'y a pas de technologie de recyclage). En 2011, Il est estimé que 210 kT sont à recycler. Ces étapes de décomposition altèrent la qualité des produits obtenus et quelle que soit la technologie de recyclage utilisée, le polyuréthane recyclé a des propriétés de moindres qualités que le polyuréthane vierge : le recyclage chimique permet d'obtenir des produits ré incorporables de l'ordre de 20 %. En 2011 on recycle 3 kt de polyuréthane [22].

II.3. Charge/carbone

II.3.1. Définition

Le carbone est unique dans ses propriétés chimiques parce qu'il forme un nombre de composants supérieurs au nombre résultant de l'addition de tous les autres éléments en combinaison les uns avec les autres.

Le plus grand groupe de tous ces composants est celui constitué par le carbone et l'hydrogène. Nous connaissons un minimum d'environ 1 million de composants organiques et ce nombre augmente rapidement chaque année. Bien que la classification ne soit pas stricte, le carbone forme une autre série de composés considérés comme inorganiques, dans un nombre nettement inférieur à celui des composés organiques [23].

II.3.2. Historique

Le carbone a été découvert dès la préhistoire et était produit par la combustion incomplète des matières organiques produisant du charbon. C'est un élément chimique de la famille des cristallogènes : ambre, encre de Chine, carbure, graphite, noir animal, charbon actif, diamant, crayon, etc... [23].

II.3.3. Informations générales

Le carbone était déjà connu dans l'antiquité. Il fallut néanmoins attendre le XIX^{ème} siècle pour en connaître les multiples formes (diamant, graphite, etc.)

II.3.4. Propriétés du carbone

a. Propriétés chimiques

Le carbone est unique dans ses propriétés chimiques parce qu'il forme un nombre de composants supérieurs au nombre résultant de l'addition de tous les autres éléments en combinaison les uns avec les autres [23].

D'un diamètre moyen d'une dizaine de microns, leur faible densité leur procure des caractéristiques physiques intéressantes par comparaison aux composés minéraux plus traditionnels. Plusieurs travaux ont démontré que leurs propriétés physiques sont étroitement liées à la texture transverse et à la morphologie associée

b. Propriétés physiques

Il résulte des caractéristiques du cortège électronique que l'atome de carbone est un peu moins facilement ionisable que l'atome d'un quelconque des éléments de la même colonne de la classification périodique (silicium, germanium, étain et plomb) et que cet atome est plus petit que ceux des autres éléments de cette colonne [24].

Tableau II.1. Propriétés physique du carbone [24]

État ordinaire	Solide diamagnétique
Point d'ébullition	3825°C sublimation
Énergie de vaporisation	355.8 KJ.mol ⁻¹
Volume molaire	5.29 X 10 ⁻⁶ m ³ mol ⁻¹

c. Propriétés atomiques

Il résulte de son numéro atomique que le cortège électronique de l'atome de carbone correspond, dans son minimum d'énergie, au symbolisme : $1s^2, 2s^2, 2p^2$, c'est-à-dire que la couche la plus profonde des électrons (couche K) est complète avec deux électrons et que quatre électrons sont sur la couche externe L. Deux de ces électrons occupent l'orbitale $2s$, les deux autres occupant chacun une orbitale différente parmi les trois orbitales $2p$ disponibles [24, 25].

II.4. Le polyamide 6 (PA6)

II.4.1. Présentation de la matrice polyamide 6

Numéro CAS: 25038-54-4

Famille du polymère: Polyamides,

Synonymes: -Poly (ϵ -caprolactame)

-Poly-caprolactame

Le polyamide 6, également appelé poly-caprolactame, est obtenu par polymérisation du ϵ -caprolactame. C'est un thermoplastique blanc, semi-cristallin.

Il est également appelé Nylon 6, cette désignation indiquant une fabrication extrudée.

Il est majoritairement utilisé pour la fabrication de fibres, des pièces d'ingénierie et de films.

Le PA 6 trouve une application dans une large gamme de produits nécessitant des matériaux de haute résistance.

Il est largement utilisé pour les engrenages, les raccords et les roulements, dans l'industrie automobile pour les pièces sous-jacentes, et en tant que matériau pour les boîtiers d'outils électriques. Il est également utilisé dans la fabrication d'une grande variété de fils, de cordes, de filaments, de filets et de cordons de pneus, ainsi que de bonneterie et de vêtements tricotés [26].

II.4.2. Synthèse du polyamide 6

La transformation caprolactame en poly caprolactame (PA6) est donnée comme c'est montré dans la figure II.5 ci-dessous.

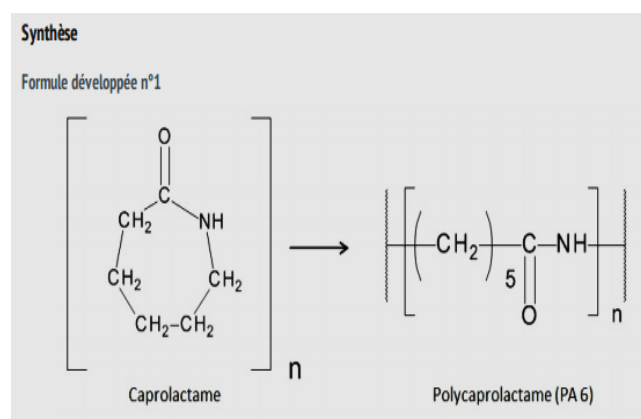


Figure II.5. Synthèse polyamide 6

II.4.3. Caractéristiques du polyamide 6

Les polyamides usinés peuvent être obtenus en coulé les PA6 G ou extrudé PA6 E. Les polyamides sont communément appelés «nylon» ou «ertalon»

a. Caractéristiques principales

- Haute résistance mécanique,
- Rigidité
- Dureté et ténacité,
- Bonne résistance à la fatigue,
- Haut pouvoir amortissant,
- Bonne propriétés de glissement, en particulier pour PA6G,
- Excellente résistance à l'usure,
- Hygroscopique, reprise d'humidité (variation dimensionnelle).
- Tous les polymères sont soumis aux variations de température

b. Transformation et mise en œuvre du PA6

Les polyamides en granulés peuvent être mis en œuvre par pratiquement tous les procédés existants: injection, injection-soufflage, moulage par rotation, extrusion de tubes, de profilés, de feuilles, de films, extrusion-soufflage de gaines et de pièces diverses, usinage, thermoformage, thermo rétraction.

Sous forme de poudre, les polyamides sont mis en œuvre par projection électrostatique et en bain fluidisé pour revêtir des pièces métalliques.

Le caprolactame (monomère du PA6) et le lauroactame (monomère du PA2) peuvent aussi être polymérisés directement à l'intérieur de moules (polyaddition *anionique*), ce qui permet la réalisation d'objets de très grande dimension [26].

Tableau.II.2. Transformations et mise en œuvre PA6 [26].

Procédé	Gamme de température (°C)	Informations complémentaires
Injection-Moulage	230-260 °C	Moulage par coulée : ce procédé est utilisé pour fabriquer des pièces massives, avec des résines polyamides polymérisées en masse dans le moule, notamment directement à partir du monomère caprolactame pour le PA 6.
Extrusion	220-260 °C	
Usinage		Ne présente pas de difficulté particulière.
Assemblage		<ul style="list-style-type: none"> - Par collage : On a recours à des produits spécifiques dont les principaux sont : phénol, alcools lourds, acide formique, solvants chlorés. Certaines colles sont à base de résine phénol-formol, de résorcine-formol, pré-condensées et polymérisées à chaud ; il existe également des colles époxydiques et des colles de polyuréthane. - Par soudage : Possible par friction, par vibrations, par impulsions thermiques et à haute fréquence plus rarement ou par ultra-sons.

II.4.4. Propriétés du polyamide 6

a. Propriétés mécaniques

Le PLA semi-cristallin a un module de Young compris entre 3 et 3,5 GPA, une résistance à la traction comprise entre 50 et 70 MPA, un allongement à la rupture variant de 2 à 10 %, une résistance à la flexion de 1 000 MPA et un module de flexion de 4 000 à 5 000 MPA [27].

b. Propriétés chimiques

Les polyamides ont une bonne résistance à l'action d'un grand nombre de produits chimiques et sont insensibles aux huiles de lubrification, graisses, fluides hydrolytiques et de transmission, hydrocarbures, fuels, peintures, laques, produits cosmétiques ou alimentaires, aldéhydes, cétones ou esters. Cependant, ils sont solubles dans l'acide formique, les phénols,

les acides minéraux et les alcools fluorés (2.2.2-trifluoroéthanol). Les PA sont fortement attaqués par des sels métalliques [28].

c. Propriétés électriques et thermiques des PA

Les PA sont utilisés comme isolants pour des tensions allant jusqu'à 600 volts et des fréquences inférieures à 400 Hz. La teneur en humidité affecte les pertes diélectriques. La fusion des PA est franche et à l'état fondu ils sont très fluides. Les PA sont classés auto extinguibles et sont largement utilisés dans l'industrie automobile malgré des tests et contrôles drastiques. Les points de fusion élevés de PA6 (225°C) et PA66 (255°C) sont fonction de la force de la liaison d'hydrogène entre les chaînes. Le PA6 et le PA66 sont des isomères ayant la même formule, la même densité ainsi que d'autres propriétés mais les températures de fusion sont différentes [28].

d. Propriétés physiques du polyamide 6

Les PA possèdent une densité allant de 1,04 à 1,18. Sous certaines conditions de fabrication et pour une faible épaisseur, ils peuvent être transparents. Les polyamides sont hygroscopiques et l'hydrogène contenu dans l'eau sur l'amide polaire. L'absorption est plus importante dans les phases amorphes à cause d'une plus grande disponibilité des groupes amides. Les PA6 et PA66 reprennent 2,5% d'eau dans les conditions normales à 50% d'humidité relative (HR) et jusqu'à 8,5% dans une ambiance saturée (100% HR). L'eau joue le rôle d'un plastifiant pour les polyamides, ce qui signifie que la température de transition vitreuse est déplacée vers les basses températures (figure II.7) dès que la concentration en eau dans le PA augmente ($T_g = 50^\circ\text{C}$ pour 50% HR, $T_g = 0^\circ\text{C}$ pour 100% HR).

Une trop grande absorption d'eau altère les propriétés mécaniques, thermiques et électriques ainsi que la stabilité dimensionnelle (gonflement) du PA. La plage des températures de fusion est étroite (10°C) et toute augmentation de la température au-delà d'une limite maximale entraîne la dégradation du matériau. Les PA fondus sont d'une grande fluidité [28].

Les polyamides sont parmi les thermoplastiques les plus résistants et sont de plus en plus utilisés pour des applications techniques. Ils possèdent de bonnes propriétés d'endurance en fatigue et d'excellentes propriétés contre le frottement. Les facteurs de frottement sont à peu près constants pour une utilisation entre 23 et 120°C. Au PA, peuvent être ajoutées des charges autolubrifiantes telles les huiles, le graphite ou le bisulfure de molybdène (MoS_2).

e. Influence du taux de conversion de monomères sur les propriétés

L'augmentation de la concentration en monomères résiduels provoque d'importantes réductions des viscosités, mais aussi de la température de fusion du polymère. Ceci est dû au fait que la mobilité des chaînes augmente ; de plus, la perturbation du réseau cristallin sera favorisée [27].

f. Influence de la masse molaire sur les propriétés

En règle générale, les propriétés des polymères dépendent principalement de leur masse molaire moyenne en nombre (MW). Il sera donc important d'établir la corrélation entre la structure et les propriétés notamment mécaniques du matériau. La masse molaire (MW) a une influence aussi sur l'amortissement mécanique et la capacité du matériau à absorber de l'énergie. Dans la gamme des MW faibles, le polymère peut présenter une certaine souplesse. En général des caractéristiques mécaniques telles que la rigidité par exemple dépendent étroitement de MW, mais cette relation est fortement affectée par les enchevêtrements inter-chaînes [27].

g. Cristallinité

Typiquement, les polyamides commencent à cristalliser lors du refroidissement de 20 à 30°C en dessous de leur T_m . Aux températures proches de T_m le taux de cristallisation est lent et des sphérolites de grande taille peuvent être obtenus. A des températures bien en dessous de T_m la cristallisation devient plus rapide mais les sphérolites formés sont de plus petites tailles. Dans les polyamides à forte densité de groupes amides, l'histoire thermique a plus d'effet sur la vitesse de cristallisation au cours du refroidissement ; en effet, certaines liaisons hydrogènes persistent même à l'état fondu et seront à l'origine d'une nucléation efficace des sites. L'influence du temps de résidence à l'état fondu sur la cinétique de cristallisation a été étudiée pour le PA6 ; il a été constaté que le chauffage isotherme au-dessus de T_m peut éliminer de manière irréversible tous les noyaux. De plus, les résultats des études menées sur la cristallisation des PA6 sont difficiles à comparer, car pour le même échantillon, il s'est avéré que la nucléation présente des mécanismes distincts ; cela est dû à la difficulté de séparer la nucléation de la croissance, notamment dans le cas d'une cristallisation rapide [27].

h. Influence de cristallinité sur les propriétés

Certaines propriétés des polymères dépendent fortement de la structure cristalline ou la morphologie. Pour obtenir des polymères présentant un module d'élasticité élevé, il est préférable d'avoir un matériau hautement cristallin. Avec l'augmentation du module et de la limite d'élasticité, il s'ensuit une réduction de l'allongement à la rupture, malgré l'accroissement de la cristallinité. Les propriétés mécaniques du PA6 sont essentiellement fonctions des degrés aussi bien de cristallinité que de conversion et, avec une moindre proportion, du degré de ramification ou de MW. Il a été mis en évidence que les propriétés physiques, chimiques et mécaniques des polymères cristallins dépendent de la morphologie, de la structure cristalline et du degré de cristallinité. Tuzum a remarqué que la résistance à la traction, la dureté et l'allongement à la rupture diminuent régulièrement avec l'augmentation du rapport (catalyseur / activateur) ; ceci, en raison de son effet sur la variation de MW [26].

II.4.5. Utilisations du PA6:

Le **PA6** trouve une application dans une large gamme de produits nécessitant des matériaux de haute résistance. Il est largement utilisé pour les engrenages, les raccords et les roulements, dans l'industrie automobile pour les pièces sous-jacentes, et en tant que matériau pour les boîtiers d'outils électriques.

- **Construction automobile**
 - **Pièces sous capots:** collecteurs d'admission d'air, pompes à eau, boîtes à eau de radiateur, éléments de thermostats, divers réservoirs, couvre-culasse, phares, etc.
 - **Pièces extérieures:** enjoliveurs de roues, cendriers, pare-chocs, spoilers, grilles de calandres, etc.
- **Électroménager:** éléments de programmeurs, barrettes de connecteurs, clips, carcasses de bobinages électriques, etc.

- **Électrotechnique:** boîtiers de contacteurs, sectionneurs, carcasses de bobines, interrupteurs, connecteurs, plaques à bornes, serre-câbles, colliers, agrafes, etc.
- **Mécanique:** cages de roulements à billes, coussinets, bagues etc.
- **Sports et loisirs:** berceaux de selles de vélos, embouts de wishbones (planche à voile) composants de skis, rollers, etc.
- **Divers:** biens de consommation, flaconnages, etc.

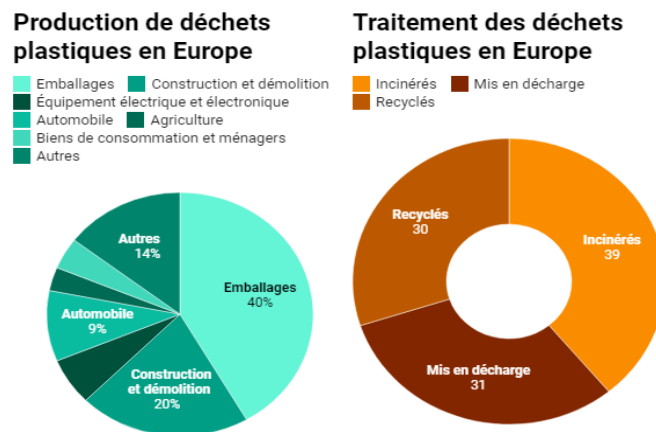


Figure II.6. Production des déchets plastiques et leurs traitements en Europe [25].

II.4.6. Dégradation thermique du PA6

Le polyamide 6 commence à se dégrader à 320°C. Il est faiblement dégradé entre 100 et 320°C où il subit une perte en masse de 2%. A 450 °C, il est dégradé à 79 % [26].

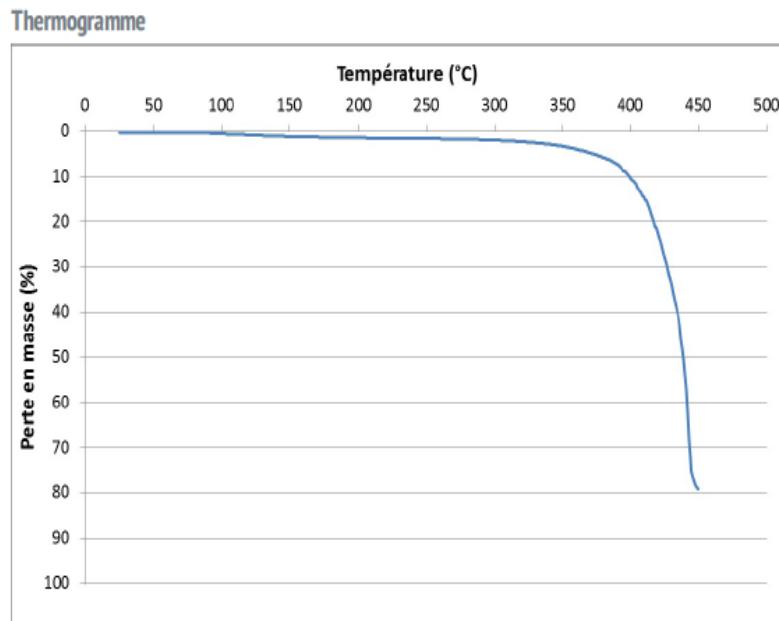


Figure II.7. Courbe perte de masse en fonction de la température [26]

II.4.7. Résistance chimique:

Les polyamides ont une bonne résistance chimique, à l'exception des acides et des alcools qui peuvent causer l'hydrolyse. L'effet des produits chimiques sur les PA augmente avec la température. Cet effet peut être dû à la réaction de produits chimiques avec les groupes fonctionnels du polymère ou à la diffusion du fluide dans le polymère, ou aux deux à la fois.

La cristallinité du PA a une forte influence sur la diffusion et l'interaction des produits chimiques avec le polymère. En général, l'augmentation de la cristallinité des PA entraîne aussi bien une réduction des interactions qu'un abaissement du taux de diffusion des substances chimiques. Cependant, la perméabilité des PA augmente avec la teneur en humidité contenue dans le polymère ; ceci, en raison de l'augmentation de la mobilité de chaîne notamment dans la phase amorphe du matériau [27].

II.4.8. Intérêt du recyclage du PA6

Le secteur possédant la plus forte consommation en polyamides est l'automobile. La demande n'a cessé durant ces vingt dernières années vu qu'on remplace de plus en plus le métal. Ainsi les collecteurs d'admission d'air des véhicules, autrefois fabriqués en métal, sont

désormais réalisés en PA6 renforcé par 30 à 35 % en fibres de verre, ce qui permet une réduction des coûts de production de 30 %. Le cache du moteur est également réalisé en PA6. A cause d'une masse molaire relativement faible comparée à celles des polyoléfines, les PA ont une viscosité faible à l'état fondu. Cette faible viscosité est favorable pour les procédés de moulage, puisque cela permet d'obtenir des parois plus fines, un meilleur aspect de surface et une large gamme des processus de mise en œuvre. Les airbags sont maintenus par un cadre en PA6 qui s'intègre bien dans l'habitacle et son faible poids par rapport au métal est un avantage. Des parties extérieures des véhicules sont également fabriquées en PA6, en particulier les portières, les rétroviseurs, le bouchon d'essence et les enjoliveurs. La demande mondiale dans ce secteur devrait donc continuer à croître jusqu'à 4 % par an, même dans les cas de la stabilité de l'industrie automobile [27].

II.5. Propriétés physique et mécaniques des composites

II.5.1. Propriétés physiques

Les propriétés physiques et mécaniques des composites sont complexes car ils sont directement liées au comportement d'un mélange fortement anisotrope.

a. loi des mélanges

La loi des mélanges permet sous certaines conditions de déterminer certaines caractéristiques du composite en fonction de la fraction volumique du renfort. Par exemple si on prend :

- P_M Propriétés de la matrice
- P_R Propriétés du renfort
- P_C Propriétés du composite
- V_R Fraction volumique(%) du renfort[28].

La propriété du composite est :

$$P_C = V_R P_R + (1-V_R) P_M$$

b. la densité du composite

À partir de la loi énoncé ci-dessus on peut calculer la densité moyenne du composite.

Si : ρ_M densité de la matrice et ρ_R densité du renfort, alors la densité du composite ρ_C est :

$$\rho_C = V_R \rho_R + (1 - V_R) \rho_M$$

II.5.2. Propriétés mécaniques

Les essais mécaniques sont des expériences dont l'objectif est de caractériser les lois de comportements des matériaux (mécanique des milieux continus). La loi de comportement établit une relation entre les contraintes (pression=force/surface) et les déformations (allongement unitaire sans dimensions). Il ne faut pas confondre une déformation avec un déplacement ou une dilatation [30].

a. Essai de traction

Essai le plus classique, il consiste à exercer sur une éprouvette normalisée (pièce de dimensions normalisées fabriquée dans le matériau à tester), cylindrique ou parallélépipédique (plate), deux actions mécaniques et opposées qui vont la déformer progressivement puis la rompre [31].

a.1. Le module de Young du composite E_c , R_{e_c} et R_{m_c}

Lorsqu'on mélange deux matériaux au comportement élastique linéaire et de module de Young différent, le produit est encore élastique et linéaire.

Le calcul de module de Young est possible à partir de la loi des mélanges si la force est parallèle aux fibres. Dans ce cas sous l'effet d'une force F , la matrice, les fibres et le composite subissent une déformation unitaire identique, ce qui se traduit par :

$$\varepsilon_c = \varepsilon_M = \varepsilon_R$$

Par application de la loi des mélanges on obtient :

➤ Pour le module de Young :

$$E_c = V_R E_R + (1 - V_R) E_M$$

De la même manière on peut déterminer :

-La limite d'élasticité du composite

$$R_{e_c} = V_R R_{e_R} + (1 - V_R) R_{e_M}$$

-La résistance maximale à la traction du composite :

$$R_{m_c} = V_R R_{m_R} + (1 - V_R) R_{m_M}$$

Pour une force perpendiculaire au sens des fibres, les contraintes dans la matrice, dans les renforts et dans le composite sont identiques. Cela se traduit par :

$$\sigma_R = \sigma_M$$

L'essai de traction ne permet pas toujours d'avoir les caractéristiques exactes à cause de la présence des contraintes de contact qui sont dû à la fixation de l'éprouvette [31].

a.2. Courbe conventionnelle

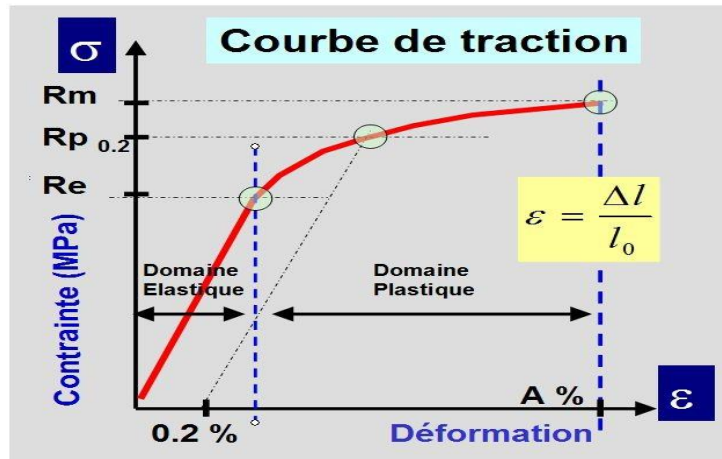


Figure II.8. Courbe de traction conventionnelle [30].

L'essai de traction donne plusieurs valeurs importantes

Le module de Young E ou module d'élasticité longitudinale ;

La limite élastique R_e ou σ_e qui sert à caractériser un domaine conventionnel de réversibilité ;

La limite à la rupture R_m ou σ_m ;

L'allongement à la rupture A, qui mesure la capacité d'un matériau à s'allonger sous charge avant sa rupture, propriété intéressante dans certaines applications ;

Le coefficient de Poisson, qui chiffre la variation de volume induite par la déformation des matériaux dans le domaine élastique.

C. Essais de dureté

La dureté d'un matériau définit la résistance qu'oppose une surface de l'échantillon à la pénétration d'un corps plus dur, par exemple la bille ou la pointe d'un duro mètre. À la différence des minéraux dont la dureté est caractérisée par rayage (voir Échelle de Mohs), on utilise généralement des essais de rebondissement ou de pénétration pour caractériser la dureté des métaux, des matières plastiques et des élastomères. Ces essais ont l'avantage d'être

plus simples à réaliser et de donner des résultats reproductibles. Il existe une grande variété d'essais de dureté possibles, ils sont très utilisés en contrôle qualité pour comparer ou estimer la résistance ou la rigidité des matériaux [28].

C.1. Mesure de dureté par rebondissement

Cet essai est principalement utilisé pour tester la dureté des élastomères. Pour cela on laisse chuter bien verticalement et d'une hauteur fixe une petite masse d'acier terminée par un diamant arrondi. La masse est guidée dans sa chute par un tube lisse. La dureté est évaluée ensuite d'après la hauteur du rebond. Cet essai mesure l'énergie de déformation élastique absorbée par les matériaux. Pour bien comprendre cela il faut observer les courbes de traction d'un élastomère avec cycle de charge et de décharge dans le domaine élastique. On remarque donc que dans le cas des élastomères, la charge et la décharge élastique n'empruntent pas le même chemin comme cela peut être le cas avec un matériau cristallin. Il existe aussi une variante de cet essai pour les alliages métalliques. Le mode opératoire reste identique mais l'interprétation est différente. Il s'agit dans ce cas de mesurer l'énergie de déformation plastique absorbée par le matériau. Si le choc est parfaitement élastique (pas de déformation plastique, pièce à tester très dure), la pointe rebondit théoriquement jusqu'à sa hauteur de lâcher (en négligeant les frottements) ; on peut relier la différence de hauteur h à l'énergie cinétique ΔE_c absorbée lors du choc :

$$\Delta E_c = m \cdot g \cdot h$$

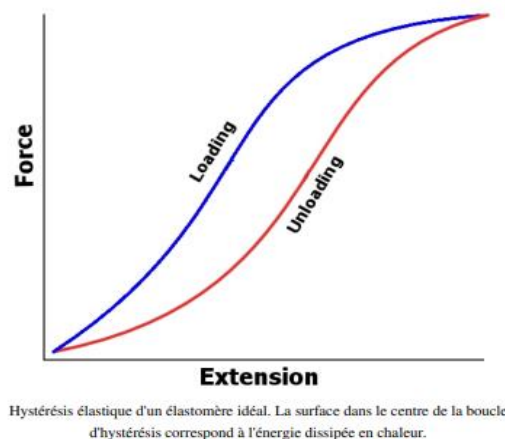


Figure II.9. Mesures de dureté par pénétration intense [31].

Il s'agit des essais les plus couramment pratiqués. Le principe est toujours identique : un pénétrateur indéformable laisse une empreinte dans le matériau à tester. On mesure les

dimensions de l'empreinte et on en déduit la dureté. Dans une première approche, on peut relier de manière assez simple la limite d'élasticité R_e avec la surface de l'empreinte : plus l'objet pénétrant s'enfonce, plus la surface S de pression s'agrandit, donc la force F étant constante, plus la contrainte diminue. Lorsque la contrainte n'est plus suffisante pour déformer plastiquement le solide à tester, l'objet pénétrant s'arrête, et on a donc Formule fondamentale de la pression :

$$p = \frac{F}{S}$$

Il existe une grande variété d'essais de dureté possibles

- Dureté Vickers (HV), qui a l'échelle la plus large ;
- Dureté Brinell (HB) ;
- Dureté Knoop (HK), pour des mesures de petite surface ;
- Dureté Janka, pour le bois ;
- Dureté Rockwell (HR), principalement aux États-Unis d'Amérique ;
- Dureté Shore, surtout pour les polymères ;
- Dureté Barcol, surtout pour les matériaux composites[29].

C.2. Essai de Dureté Brinell

Principe de la dureté Brinell

L'essai consiste à faire pénétrer en appliquant une force F un pénétrateur ayant une forme de bille diamètre D , généralement du carbure poli, dans un métal afin d'en déduire la dureté du matériau.

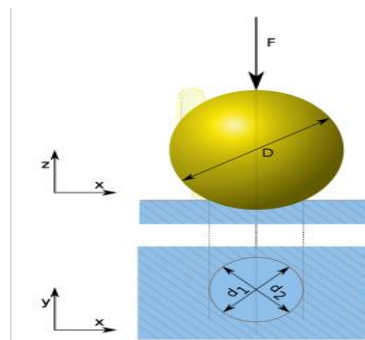


Figure II.10. Principe essai brinell [29].

$HB = \frac{2 \cdot m}{\pi \cdot D \cdot (D - \sqrt{D^2 - d^2})}$	HB = Dureté Brinell. m = Masse appliquée. [kgf] / [kgf] = 9,806 65 [N] D = Diamètre de la bille. [mm] d = Diamètre de l'empreinte laissée par la bille. [mm]
---	---

C.3. Essai de dureté Rockwell

Principe de la dureté Rockwell (échelle B, bille en acier) Les essais de dureté Rockwell sont des essais de pénétration. Il existe en fait plusieurs types de pénétrateurs qui sont constitués d'un cône en diamant ou d'une bille en acier trempé polie. Pour obtenir une valeur de dureté Rockwell, on mesure une pénétration rémanente du pénétrateur sur lequel on applique une faible charge. L'essai se déroule en trois phases :

- application sur le pénétrateur d'une charge initiale $F_0 = 98 \text{ N}$ (soit 10 kgf). Le pénétrateur s'enfonce d'une profondeur initiale I. Cette profondeur étant l'origine qui sera utilisée pour mesurer la dureté Rockwell ;

- application d'une force supplémentaire F_1 . Le pénétrateur s'enfonce d'une profondeur de P ;
- relâchement de la force F_1 et lecture de l'indicateur d'enfoncement [29].

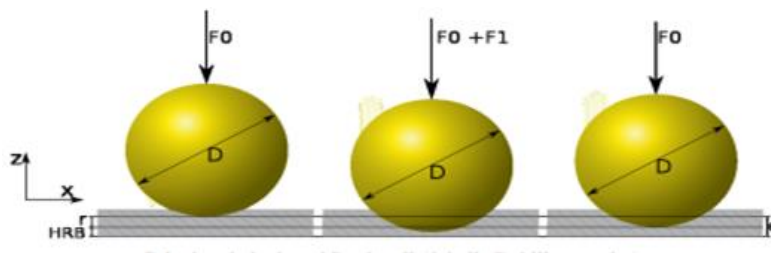


Figure II.11. Principe de la dureté Rockwell [29].

c.4. Comment choisir la méthode d'essai

Le type d'essai de dureté à utiliser doit être déterminé par la microstructure – c.-à-d. l'homogénéité – du matériau testé ainsi que par le type de matériau, la taille de la pièce et son état.

Lors du choix de la méthode d'essais de dureté, les considérations suivantes sont importantes :

- La taille de la pièce
- La nécessité de procéder à un enrobage
- Le nombre d'échantillons à tester
- La précision requise du résultat

c.6. Comparaison entre les différentes méthodes d'essai de dureté

Le tableau II.3 résume les principales différences entre les essais de dureté

Tableau.II.3. Comparaison entre les différentes méthodes d'essai de duretés [29].

Type d'essai	Préparation de la pièce	Utilisation Principale	Commentaire
Brinell	La surface de la pièce ne nécessite pas une préparation extrêmement soignée (tournage ou meulage).	En atelier	La méthode ayant la mise en œuvre la plus facile des trois méthodes.
Rockwell	Bonne préparation de surface (au papier de verre OO par exemple). La présence de rayures donne des valeurs sous estimées.	En atelier	L'essai est simple et rapide. Convient bien pour des duretés plus élevées (supérieures à 400 Brinell). Elle est plutôt utilisée pour les petites pièces (il est nécessaire que la pièce soit parfaitement stable).
Vickers	État de surface très soigné (on obtient de petites empreintes, la présence d'irrégularité gêne la lecture).	En laboratoire	C'est un essai assez polyvalent qui convient aux matériaux tendres ou très durs. Il est utilisé généralement pour des pièces de petites dimensions.

II.6. Conclusion:

En conclusion, de nombreux paramètres influent sur la résistance des matériaux. Les principaux objectifs de ce travail est d'optimiser le recyclages des déchets du PA6 et des composites (chapitre III) et d'avoir un matériau résistant avec des caractéristiques optimale et afin de bien mener cette étude nous étions menées à fabriquer des éprouvettes 250*25*5mm (échantillons) comme nous allons voir dans le (chapitre IV) dont les composant sont comme suit 80%PU en matrice renfoncer par des fibres de PA6 en poudre et 1%C , PU100% ,PU 90% PA6 10% ,20% granuler vierges et 80%PU. Et en fin soumettre les composites a des essais de caractérisation pour déduire, connaître les différents avantages de nos matériaux utilisés et leur propriétés.

Chapitre III

Le recyclage des matériaux composites

III. Le recyclage des composites thermodurcissables

Dans le futur proche toutes les grandes entreprises devraient opter pour des matériaux recyclés vu les caractéristiques qu'offre le produit et le coût et d'un point de vue écologique

Notre objectif à travers l'étude qu'on a effectuée était les revalorisations des déchets plastiques, nous a permis d'explorer des techniques optimisant les propriétés et caractéristique nous avons optez pour des techniques les moins couteuse du point de vue économique, le recyclage de matériau et la réutilisation reviens moins chère que le produit non recyclé et ont presque les mêmes caractéristiques qu'on peut bénéficier en matériaux composite a base de recyclage dans ce travaille on s'est basé sur des matériaux de récupération et même du matérielles comme le moule fabriquer et utilise pour la fabrication des éprouvette comme on l'explique dans le **Chapitre IV**

III.1. Les différents types de déchets**III.1.1. Déchets inertes**

Les déchets inertes, par leurs caractéristiques physico-chimiques, ne sont pas susceptibles d'être source de mobilisation de polluants dans l'environnement proviennent de certaines activités d'extraction minière ou de déblais de démolition (terre, gravats, sable, stériles....)

III.1.2. Déchets dangereux ou Déchets Industriels Spéciaux (DIS)

Les déchets industriels spéciaux sont des déchets qui font courir un risque (risque physique, risque lié à des réactions dangereuses, risque biologique, risque pour l'environnement, etc....) et qui nécessitent un traitement spécifique dans des installations adaptées. Ils ne doivent pas être mis dans une filière commune à celle des ordures ménagères [32].

III.1.3. Déchets Industriels Banals (DIB)

Les déchets banals sont les déchets non dangereux et non inertes produits par les industries et les entreprises de commerce, d'artisanat et de services. Ils peuvent être regroupés en grandes familles : bois, cartons, métaux, plastiques, verres, caoutchoucs, textiles, cuirs ; organiques.

Les **DIB** suivent des filières de traitement similaires à celles mises en œuvre pour les ordures ménagères : recyclage, stockage en centre d'enfouissement technique.

III.1.4. Déchet Ultime

Un déchet, résultant ou non du traitement d'un déchet, est dit ultime s'il n'est plus susceptible d'être traité dans les conditions techniques et économiques du moment, notamment par extraction de la part valorisable ou par réduction de son caractère polluant ou dangereux ». Il est à noter qu'à partir du 1er juillet 2002, seul ce type de déchet a pu être mis en décharge [32].

III.2. Valorisation des matériaux

La **valorisation** consiste dans « le réemploi, le recyclage ou toute autre action visant à obtenir, à partir des déchets, des matériaux réutilisables ou de l'énergie » [32]

- Valorisation matière : réemploi, réutilisation, recyclage, régénération,
- Valorisation énergétique : incinération avec récupération d'énergie.

Récupérer un déchet, c'est le sortir de son circuit traditionnel de collecte et de traitement. La récupération, qui suppose une collecte séparée ou un tri, se situe en amont de la valorisation qui consiste, d'une certaine façon, à redonner une valeur marchande à ces déchets. La valorisation s'effectue par divers moyens.

Le **recyclage** est la réintroduction directe d'un déchet dans le cycle de production dont il est issu, en remplacement total ou partiel d'une matière première neuve.

Le recyclage peut intervenir dans le même cycle de production que le produit d'origine (cas du verre ou des métaux) ou dans un cycle différent, pour une production généralement "moins noble".

Le **réemploi** est un nouvel emploi, en l'état, du déchet pour un usage analogue à son premier emploi. Par exemple, le réemploi des bouteilles de verre (par lavage et remplissage). Le réemploi est à distinguer de la consigne qui est un outil économique indépendant du réemploi.

La **réutilisation** consiste à utiliser un déchet pour un usage différent de son premier emploi.

La **régénération** consiste en un procédé physique ou chimique qui redonne à un déchet son état et ses qualités initiales, permettant de l'utiliser en remplacement d'une matière première vierge.

La **valorisation énergétique** consiste à utiliser les calories contenues dans un déchet en le brûlant et en récupérant l'énergie ainsi produite sous forme de vapeur ou d'électricité. La valorisation énergétique peut être réalisée en usine d'incinération, en cimenterie, etc.,

III.2.1. Valorisation des matériaux utilisés dans l'industrie de l'automobile

La matière recyclée est issue d'éléments en thermoplastiques (ABS, PVC), de composites thermoplastiques, d'« alliages de polymères », de composites thermodurcissables, de multi matériaux [33].

III. 3. Valorisation des composites

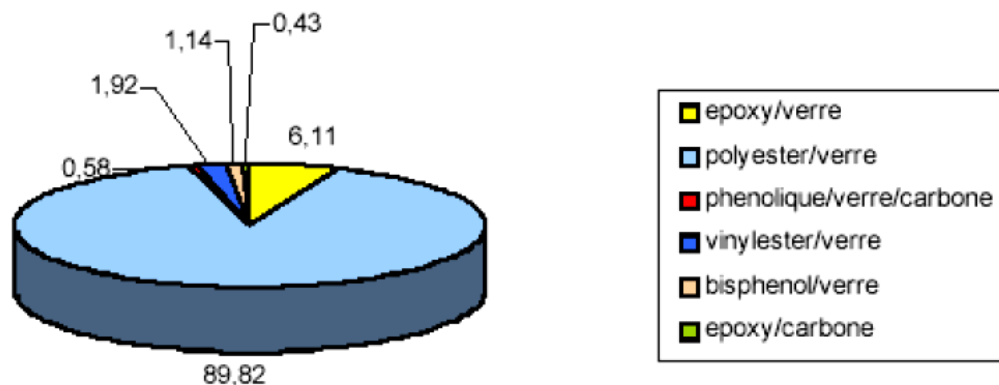


Figure.III.1. Composition des déchets composites par couples matrice/renfort [33].

La nature des composites à traiter en fin de vie est de deux types :

- **Les matériaux pré-consommation** : pièces défectueuses et chutes issues des découpes. Si elles ne sont pas mélangées, les pièces peuvent être identifiées. La part de ces matériaux est estimée grossièrement en moyenne à 7% de la production totale soit environ **112000 T** par an en Europe (19000 T par an en France). Ce taux est lié à la technique de production utilisée et au type de pièces fabriquées. On peut l'estimer de 2 à **3%** pour les SMC, de l'ordre de **5%** pour les plaques et de l'ordre de **10%** pour les produits longs.

III.3.1. La récupération des matériaux composites

Ce paragraphe aborde le thème de la récupération : collecte, tri et transport de la matière.

Les éléments généraux relatifs au sujet seront fournis avant de présenter deux situations de gestion globale : une unité mobile de broyage et la préparation de combustibles.

L'étape de tri sera traitée plus particulièrement dans le cadre des bateaux de plaisances et des véhicules hors usage.

III.3.1.1. Collecte

La collecte comprend l'ensemble des opérations d'évacuation des déchets depuis leur lieu de production (entreprise) jusqu'au lieu de prise en charge par un éliminateur. Elle regroupe donc les opérations de manutention, chargement et transport sur courte distance du producteur au centre de valorisation ou d'élimination du déchet.

Les coûts de collecte sont très variables et sont constitués de **10 à 50%** du coût des contenants et de **90 à 50%** des coûts de transport (véhicule et personnel). Le coût peut être influencé par la fréquence de la collecte, la performance horaire, l'organisation des équipes [34].

Les **DIB** étant assimilés aux ordures ménagères, ils peuvent être collectés soit par la municipalité soit par un opérateur privé. Dans le cadre du traitement des **DIB** d'une exploitation industrielle, d'autres redevances vont s'ajouter. Les hypothèses retenues ont permis de déterminer un coût proche de la réalité.

Le coût de la collecte est exprimé par tonne. Ce coût dépend du facteur limitant : le volume ou le poids. Dans le cas des composites, le facteur limitant considéré est le volume. La location d'une benne de **25 à 30 m³** coûte environ **13650 DA/mois** et le coût d'enlèvement est d'environ **11400 DA**.

La fourchette retenue est de **16050 à 18300 DA/m³** pour la matière composite enlevée en fin de vie soit un équivalent de **9150 à 13650 DA/T**.

On peut estimer que le coût de collecte pour les matériaux composites se situe entre **11400 et 22800 DA/T**.

III.3.1.2. Tri

Le tri tient une place importante dans le cas de la régénération de matériaux en mélange tels que peuvent se présenter les produits de fin de vie, notamment les résidus de broyage automobile.

Le coût du tri dépend de plusieurs facteurs :

- la composition du flux à trier
- la performance horaire de tri par trieur (les coûts de personnel représentent 50% à 60% du coût brut)
- le taux de refus (la gestion des refus représente environ 10% du coût brut)
- le taux d'utilisation de l'installation

L'investissement représente environ 20% du coût brut.

Le coût du tri varie dans une plage importante pouvant aller de 92 à 213 EUR/T [34]. [Les données sont exprimées en tonne entrante].

On peut aussi s'interroger sur les conditions d'hygiène et de sécurité du personnel. Le travail en centre de tri est un métier dur qui présente outre l'aspect psychologique deux risques non négligeables : les lésions musculaires et la contamination [35].

III.3.1.3. Le transport

Le coût du transport sur route est estimé de **0.17 à 0.20 EUR/T/km** pour des distances dans un rayon inférieur à **100 km** [36].

Les composites étant de faible densité, il vaut mieux retenir un coût de l'ordre de **0.30 EUR/T/km**. Il faut également prendre en compte des coûts externes estimés à au moins 12 centimes par tonne et par kilomètre de distance **0.018 EUR** sans compter les accidents imputables.

III.3.2. Le recyclage des composites

Les solutions actuelles de recyclage ne sont pas toutes utilisées à grande échelle car elles sont en cours d'approfondissement et méconnues de la plupart des transformateurs de thermoplastiques.

Etant donné l'évolution des réglementations sur le stockage en CET ou en décharge, de plus en plus de partenariats entre chercheurs et industriels se mettent en place pour rechercher de nouvelles techniques de recyclage mais aussi d'approfondir les techniques existantes. Le recyclage des composites se heurte au problème de la séparation de la matrice et des fibres. La présence de renforts dans les composites complique le recyclage, le type de résine est aussi une limite.

Il existe trois principaux types de recyclage des déchets des composites à matrice thermodurcissable :

- le recyclage mécanique
- le recyclage thermique
- le recyclage chimique

La première étape est commune aux trois méthodes de recyclage. Elle consiste à effectuer un broyage des déchets afin de les réduire à une taille restreinte.

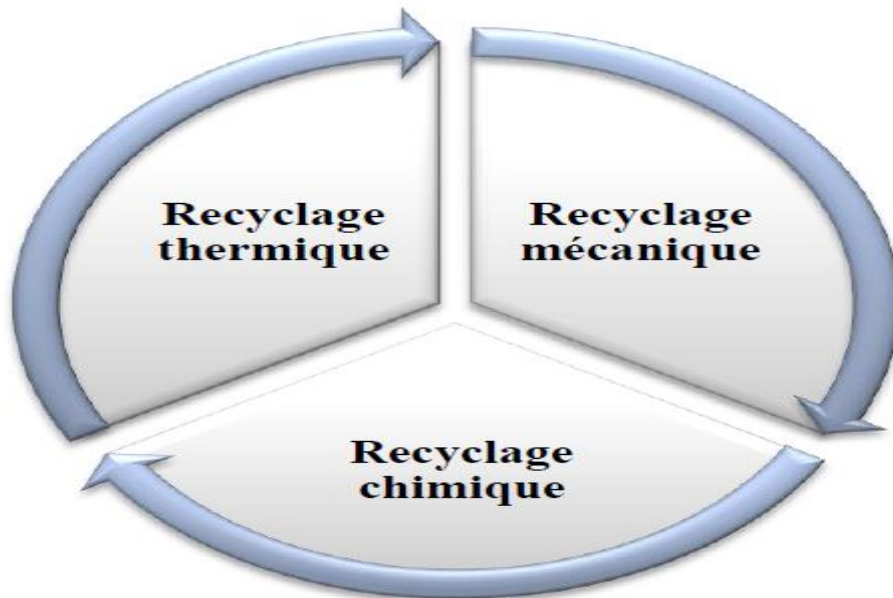


Figure.III.2. Les principaux types de recyclage [37].

III.3.2.1. Le recyclage mécanique**• Définition**

Le recyclage mécanique, aussi appelé "valorisation matière" est un cycle d'opérations mécaniques mis en œuvre dans le but de transformer les matériaux usagés en nouveaux produits, soit pour de nouvelles applications, soit pour la même utilisation que précédente [37].

Aujourd'hui, il n'existe dans aucun pays au monde de régime obligatoire pour l'élimination des bateaux de plaisance hors d'usage, qui mettrait en cause la responsabilité des constructeurs. Toutefois, l'industrie nautique et les constructeurs européens et japonais ont réalisé plusieurs projets pilotes afin d'aborder cette problématique. Des études récentes conduites en France [38].

Installation de MCR (Mixt Composit Recycling), installations opérationnelles de broyage .

Le traitement de la matière est réalisé dans une installation constituée de plusieurs broyeurs. Le **broyeur primaire** permet d'obtenir un premier broyat constitué de fibres et de poudres (entre 10 et 15 mm). Les fibres peuvent être récupérées par le tamisage de ce premier broyat. **Un second broyage** permet d'obtenir des produits sous forme pulvérulente par micronisation ou des fibres courtes après tamisage.

Trois gammes de produits peuvent être obtenues :

•**Des poudres micronisées** avec une granulométrie moyenne comprise entre 10 et 350 μ m.

•**Des fibres composites courtes** : fibres de verre partiellement enrobées d'une matrice thermodurcissable, de longueur moyenne 400 à 800 μ m.

•**Des fibres composites longues** : fibres de verre partiellement enrobées d'une matrice thermodurcissable, de longueur moyenne 4 à 15 mm



Figure.III.3. Les produits issus du broyage [38].

Les fibres sont obtenues par tamisage du premier broyat. On récupère environ un tiers de fibres et deux tiers de passant. MCR produit essentiellement des fibres longues.

Un déchetage est réalisé avant le broyage pour les pièces volumineuses. Dans l'installation de MCR, la taille maximale des pièces pouvant être déchetées est d'environ **1m50**.

III.3.2.2. le recyclage thermique

Les matériaux composites, en raison de leur teneur en polymère, ont un pouvoir calorifique permettant leur valorisation par production d'énergie. Ils sont constitués d'éléments combustibles et non combustibles (verre, ignifugeant), et leur **PCI** (pouvoir calorifique inférieur) est en fonction de leur composition. On peut faire une estimation de ces valeurs pour les composites à base de polyester :

- Polyester/fibres de verre (30%) : ~ **4000 kcal/Kg**
- Polyester/fibres de verre (70%) : ~ **2000 kcal/Kg**

La présence d'ignifugeants semble peu répandue dans ces types de matériaux. Pour les produits en composites thermoset utilisés dans le secteur de l'électrotechnique et du bâtiment, et nécessitant une résistance au feu, l'ignifugation est assurée par les charges minérales (carbonate de calcium) et par l'ajout de certaines charges en quantité importante notamment de l'alumine trihydratée.

Les déchets en matériaux composites thermoset peuvent être incinérés dans des Unités d'Incinération des Ordures Ménagères (UIOM) ou dans des unités spécialisées dans le traitement de déchets industriels. Ils pourraient également servir de combustible de substitution dans les cimenteries.

Fibres courtes

Renfort dans les thermoplastiques

Poudre micronisée

Introduction comme charge dans des

SMC/BMC

Renfort dans les thermoplastiques

III.3.2.2.1. Incinération en UIOM (unité d'Incinération d'Ordures Ménagères)

Les déchets composites pourraient être valorisés en mélange avec les OM. Le PCI des OM est compris entre 1800 et 2200 Kcal/kg et dépend de la présence ou non de verre et du pourcentage de plastique. La proportion de plastique a tendance à augmenter.

La taille des installations est très variable : elle peut aller de 2 à 6 T/h pour un four avec de 1 à 5 fours. Les grosses unités sont divisées en lignes, chaque ligne correspondant à un four.

Les grosses installations (four >6 T/h) sont moins sensibles aux hétérogénéités des combustibles que les installations de petites dimensions.

La technologie la plus utilisée est celle du four à grille. Les déchets sont introduits dans le four et brûlés pendant une durée de deux à trois heures à une température maximale de 400°C pour les solides et de 1000°C pour les gaz. La grille permet le passage de l'air à travers la couche en ignition.

Les fours à grille peuvent travailler dans une gamme de PCI assez large : 1700 à 2300 Kcal/kg. Les nouvelles générations de four permettent de traiter des PCI plus élevés.

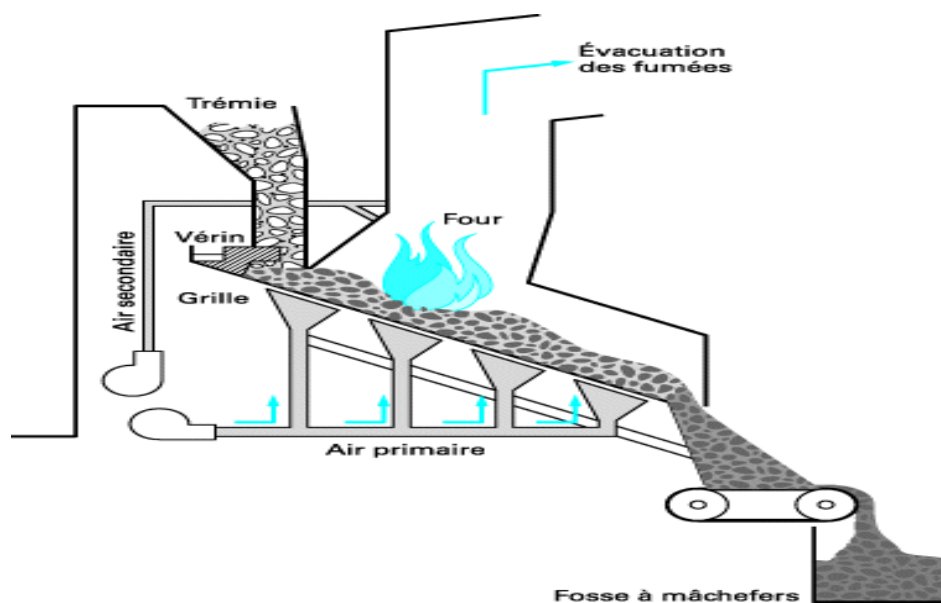


Figure.III.4. Principe de l'incinération en UIOM [38].

L'incinération en UIOM génère des MIOM (Mâchefer d'Incinération des Ordures

Ménagères) et des REFIOM (Résidus d'Épuration de Fumée d'Incinération des Ordures Ménagères). Les mâchefers peuvent être dans certains cas valorisés dans le génie civil. La présence de verre dans les composites pourrait permettre d'améliorer leur qualité.

III.3.2.3. Le recyclage chimique

• Définition

Le recyclage chimique est un ensemble de techniques chimiques permettant deux procédés différents :

- D'une part, la chaîne polymérisée est cassée pour revenir aux matériaux de base, c'est-à-dire aux monomères qui ont servi à les fabriquer.
- D'autre part, le matériau est dissout grâce à un solvant sélectif, libérant par précipitation les additifs et matériaux secondaires [37].

III.3.2.3.1. Dépolymérisation chimique

De nombreuses études ont été réalisées sur la dépolymérisation chimique des polymères. Elles concernent principalement les polymères thermoplastiques. La structure chimique très stable des polymères thermodurcissables rend leur dépolymérisation plus difficile. Les procédés les concernant n'en sont qu'au stade laboratoire. Le procédé de solvolysé appliqué au traitement des composites thermodurcissables consiste à traiter un polymère par un solvant réactif capable de le dépolymériser et de dissoudre les produits de dépolymérisation.

Elle est pour le moment principalement utilisée avec des polymères thermoplastiques. Appliqué pour le recyclage des composites, un procédé performant de solvolysé permet, de par la perte de propriétés mécaniques de la matrice, de désassembler le composite. Il devient donc possible de récupérer par filtration les fractions inorganiques (fibres de verre, charges minérales) dépourvues de résidus de matière organique. La fraction liquide, constituée par les produits de dépolymérisation en solution dans le solvant réactif, pourrait devenir une matière première utilisable dans l'industrie chimique. Il faut noter que pour les composites usuels, contrairement aux thermoplastiques, il est impossible de revenir au monomère de départ après dépolymérisation. Les produits obtenus possèdent des groupements chimiques qui sont en fonction du solvant utilisé. Un recyclage en boucle fermée n'est donc pas

envisageable. Cependant il existe plusieurs utilisations possibles pour ces produits, par exemple comme composant d'un système thermodurcissable.

Des essais de recyclage par solvololyse ont été réalisés sur différents composites. Les résultats divergent selon la nature de la matrice. De bons résultats sont obtenus sur des composites à base d'époxydes durcis par des anhydrides de diacide et renforcés par 70% de fibres de verre et permettent d'envisager une voie de recyclage réaliste. Pour d'autres composites tels que ceux à base de polyuréthane, la solvololyse est plus difficile. La solvololyse devient complexe voir difficilement réalisable avec des produits à base de phénoplastes, de polyesters insaturés et d'époxydes durcis amines.

La dépolymérisation chimique des composites thermodurcissables n'est encore qu'au stade expérimental. Pour le moment elle n'est techniquement efficace que sur des composites spécifiques qui ne représentent pas la majorité des déchets produits.

Ce traitement nécessitera donc un tri très sélectif des déchets à la source. Enfin la viabilité économique de cette solution est loin d'être démontrée. Il s'agit donc d'une voie de recherche dont les applications industrielles éventuelles ne sont pas à attendre avant plusieurs années.

III.4. Exemple de traitement du polyamide 6

Le recyclage du polyamide 6 a surtout été motivé à la fin des années 1990 par l'industrie du textile et du tapis. Des incitatifs financiers et des contraintes environnementales plus sévères ont stimulé une réelle course aux brevets sur les procédés de recyclage du nylon

[40, 41, 42].

Le recyclage chimique et thermique du polyamide 6 est surtout documenté d'exemples de recyclage de tapis. Voici une revue des principaux procédés soulevés dans ces études.

Ces procédés sont résumés dans le tableau où l'on retrouve les éléments suivants : le type de solvant, les catalyseurs, conditions d'utilisations ainsi que le produit de dépolymérisation. Les chiffres entre parenthèses renvoient aux procédés dans le tableau III.1.

Tableau III.1.Résumé des procédés industriels de traitement chimiques et thermiques du polyamide 6.

Hydrolyse				
N°	Élément réactionnel	Catalyseur	Conditions	Produits
1	Vapeur surchauffée	Acide phosphorique	340 – 370 °C	CL (aq.)
2	Vapeur surchauffée	Catalyseurs	–	CL (aq.)
3	Acide nitrique (aq.)	Oxydants	40 – 100 °C	Diacides
4	Vapeur surchauffée	Aucun	300 °C, 3 atm	CL (gaz)
5	Vapeur surchauffée	Acide phosphorique	230 – 325 °C	CL (gaz)
6	Phase aqueuse	Acide phosphorique	–	CL (aq.)
7	Phase aqueuse	Acide phosphorique	–	CL (aq.)
Ammonolyse et aminolyse				
N°	Élément réactionnel	Catalyseur	Conditions	Produits
1A	Ammoniac (gaz)	Dihydrogénophosphate d'ammonium	315 °C, 1 atm	mélange
1B	Propylamine (gaz)	Dihydrogénophosphate d'ammonium	315 °C, 1 atm	mélange
Glycolyse				
N°	Élément réactionnel	Catalyseur	Conditions	Produits
1	Éthylène-glycol	Acide phosphorique	275 °C, 1 atm	mélange
Pyrolyse				
N°	Élément réactionnel	Catalyseur	Conditions	Produits
1	Carbonate de potassium	Aucun	320 °C, < 1 atm atm inerte	CL

III.4.1. Solvolyse

Le processus de solvolyse consiste à immerger un déchet dans un solvant en vue d’obtenir sa décomposition. Ce processus permet la dépolymérisation des composés plastiques et c’est utile dans le cas des matériaux composites, car il peut être mis en œuvre « sans tri préalable des inertes ». Les paramètres du processus dépendent du type de polymère à décomposer. Ainsi, la décomposition d’un polymère très cristallin nécessitera une température d’opération suffisante, c’est à dire au-dessus des températures de fusion T_f , pour contrer l’énergie de liaison. De même, le solvant doit être adapté au polymère selon ses propriétés à la chaleur ainsi que selon qu’il est polaire ou non. Le solvant sert à transmettre la chaleur au produit, à attaquer les chaînes macromoléculaires du polymère et à dissoudre les produits de réaction [1]. Les chaînes macromoléculaires, selon les conditions du processus de dépolymérisation, se trouvent à être divisées par des agents de transfert de chaîne. Les agents de transfert, dans le processus de polymérisation, ont pour rôle de libérer les radicaux nécessaires à la réaction de polymérisation. Ceci a pour effet de briser les

chaines macromoléculaires et, par conséquent, de réduire la taille des chaînes lors de la polymérisation [40,42].

III.4.2. Dissolution

La dissolution se situe à cheval entre le recyclage chimique et la valorisation matières. Elle fait intervenir l'utilisation de solvants sans pour autant provoquer la dépolymérisation. Une fois dissout, le polymère peut être récupéré à l'état pur par précipitation. Ceci permet de réutiliser le polymère dans des procédés qui permettent l'utilisation directe du polymère et non du monomère, c'est le cas de l'injection plastique. Ce procédé peut certainement servir de prétraitement avant recyclage chimique ou la valorisation matières afin de dissocier la matrice de la fibre et des impuretés.

III.4.3. Hydrolyse

La dépolymérisation par hydrolyse se fait en présence d'eau, généralement sous forme de Vapeur surchauffée, et de catalyseurs. Le produit de dépolymérisation est le caprolactame, précurseur du poly caprolactame ou polyamide 6. L'hydrolyse, ainsi que les autres types de solvolyses, se pratique généralement à des températures au-dessus du point d'ébullition du caprolactame (270 °C), et par conséquent, au-dessus de la température T_f de fusion du polyamide (220 °C). Le catalyseur le plus utilisé est l'acide phosphorique, il a pour rôle d'accélérer la réaction et de réduire la viscosité du mélange. La vapeur surchauffée est injectée sous la masse de polymère en fusion dont s'échappe le monomère en ébullition. Le produit récupéré sera ensuite purifié par distillation. La dépolymérisation est sensible aux conditions de pression pour une température donnée, un compromis doit être fait entre la solubilité à l'eau (hautes pressions) et la séparation des monomères (basses pressions) [43].

III.4.4. Ammonolyse et aminolyse

Des procédés d'Ammonolyse du polyamide 6 ont été développés afin de récupérer le nylon issu des tapis par plusieurs entreprises lors des 10 dernières années. Ces procédés sont utilisés pour la récupération des monomères de différents polymères, mais peu d'exemples traitent le polyamide 6. Le procédé d'Ammonolyse de DSM comporte une variante dans laquelle le solvant est de l'ammoniac (1A) et une autre où l'on remplace ce gaz par de la propylamine (1B). Le gaz d'ammoniac passe dans le système et entraîne avec lui le caprolactame, il contient par contre une

certaine, mais faible, concentration d'autres produits de dépolymérisation : l'acide Amin caproïque, l'aminocaproamide et l'aminocapronitrile. Le caprolactame peut être directement extrait de ce mélange par simple condensation. L'aminolyse nécessite le recours à la distillation pour séparer les éléments du mélange. L'aminocaproamide et l'aminocapronitrile peuvent être transformés en caprolactame par des opérations subséquentes.

III.4.5 Glycolyse

Le solvant utilisé par la glycolyse est l'éthylène-glycol. Le procédé de glycolyse DSM (1) utilise l'acide phosphorique comme catalyseur. Il en résulte finalement un mélange de caprolactame, d'oligomères, de dérivés glycoliques du caprolactame et d'acide Amin caproïque. Ce mélange doit être séparé pour la récupération du caprolactame.

III.4.6 Dépolymérisation par pyrolyse

La pyrolyse est ici considérée comme recyclage chimique et tertiaire, car le procédé permet de briser le polymère en fractions chimiques plus petites, donc de le dépolymériser [40]. La pyrolyse consiste à chauffer une substance à haute température en absence d'oxygène, en présence de catalyseurs. Les produits de la pyrolyse sont le caprolactame, un dimère du caprolactame ainsi que différents oligomères. L'utilisation de catalyseurs permet de réduire le temps de réaction ce qui empêche les impuretés de se dissoudre et de contaminer le caprolactame. L'ajustement des paramètres de pression et de température permet d'optimiser la concentration de caprolactame dans le produit de réaction. La dépolymérisation par pyrolyse du polyamide 6 à une échelle de laboratoire implique la mise en œuvre de réactions à haute température, en présence ou non de catalyseurs. Un soin particulier doit être porté à la récupération des fumées de pyrolyse, à la séparation des particules et à l'analyse du recyclage contenu dans ces fumées.

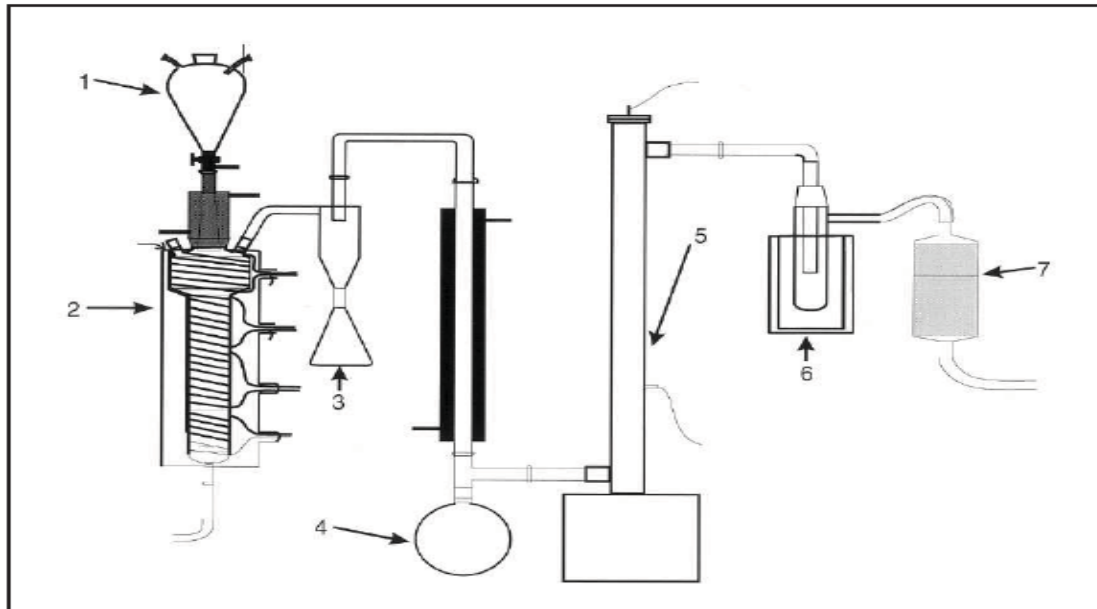


Figure III.5. Montage de pyrolyse du polyamide 6 en caprolactame [44].

- (1) Distributeur,
 - (2) réacteur a lit fluidise,
 - (3) cyclone,
 - (4) condensateur,
 - (5) precipitateur électrostatique,
 - (6) piège à froid,
 - (7) membrane de verre.
- Tirée de Czernik (1998, p. 55)

Chapitre IV

Techniques d'élaboration et de caractérisation

Chapitre IV Techniques d'élaborations et de caractérisations

IV.1. Introduction

Dans ce chapitre nous présentons les constituants choisis des matériaux utilisés pour l'élaboration de matériaux composites à base de résine PU renforcée par, PA6 en poudre recyclée, graphite en poudre C, techniques et méthodes expérimentales utilisées pour la caractérisation physique, microstructurale et mécanique de notre matériau, au cours de notre étude nous avons élaboré des matériaux à différents composants pour déterminer la valeur ajoutée aux différentes caractéristiques de notre résine vierge cela est déduit à partir des résultats des essais effectués.

IV.2. Matériaux

Le matériau composite élaboré pour notre étude est constitué d'une matrice, résine polyuréthane, renforcée par du PA6 en poudre obtenue à partir de recyclage, du graphite et des granulés de PA6 vierge.

a) Résine

La résine utilisée est une résine de coulé polyuréthane convient pour la réalisation de pièces complexes ou simples. Elle durcit très rapidement, ne dégage pas d'odeurs, les deux composants se mélangent très rapidement et facilement, le mélange doit être utilisé rapidement car la résine durcit vite.



Figure IV.1. Résine polyuréthane utilisée

b) Durcisseur

C'est une substance qui augmente la vitesse d'une réaction chimique sans être consommée et sans modifier la position finale on met 50% du liquide A et 50% liquide B (durcisseur) comme c'est montré dans la figure IV.1.

Chapitre IV Techniques d'élaborations et de caractérisations

c) Les renforts

- 1) Fibre de PA6 en poudre utilisé après recyclage par avec une lime $0,5\text{mm} < G < 3\text{mm}$ la figure IV.2

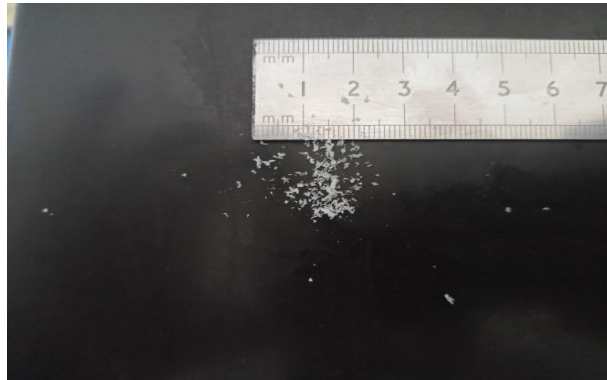


Figure IV.2. Fibre de PA6 en poudre

- 2) Granulé PA 6.6 (vierge).

Les granuler utilisé au sein de nos matériaux composites de l'ordre de 4mm

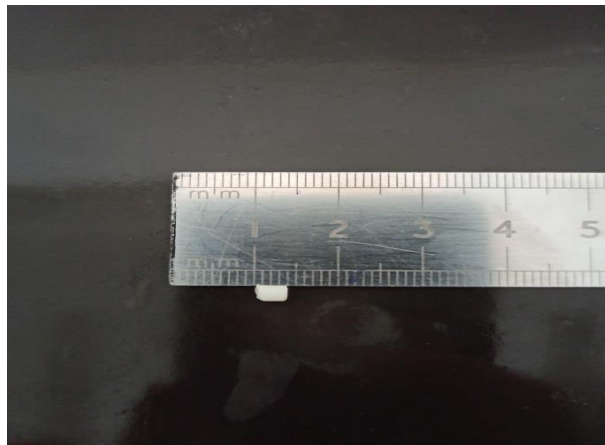


Figure IV.3. Granulé du PA6.6 vierge

Chapitre IV Techniques d'élaborations et de caractérisations

d) Renforts

Carbone en poudre (graphite) Figure IV.4



Figure IV.4. Carbone-graphite en poudre

IV.3. Le matériel utilisé

a) La Balance analytique

Nous avons utilisé une balance analytique de précision, pour peser nos mélanges.



Figure IV.5. Balance analytique de précision

Chapitre IV Techniques d'élaborations et de caractérisations

b) Le moule

Les moules ont été fabriqués au laboratoire des sciences des matériaux de la faculté de génie mécanique pour les besoins de notre travail. Il est fabriqué à partir de planche usée récupérée dans l'objectif de notre travail favoriser le recyclage, afin d'avoir des éprouvettes normalisées de dimension 250*25*5(mm) Figure IV.6

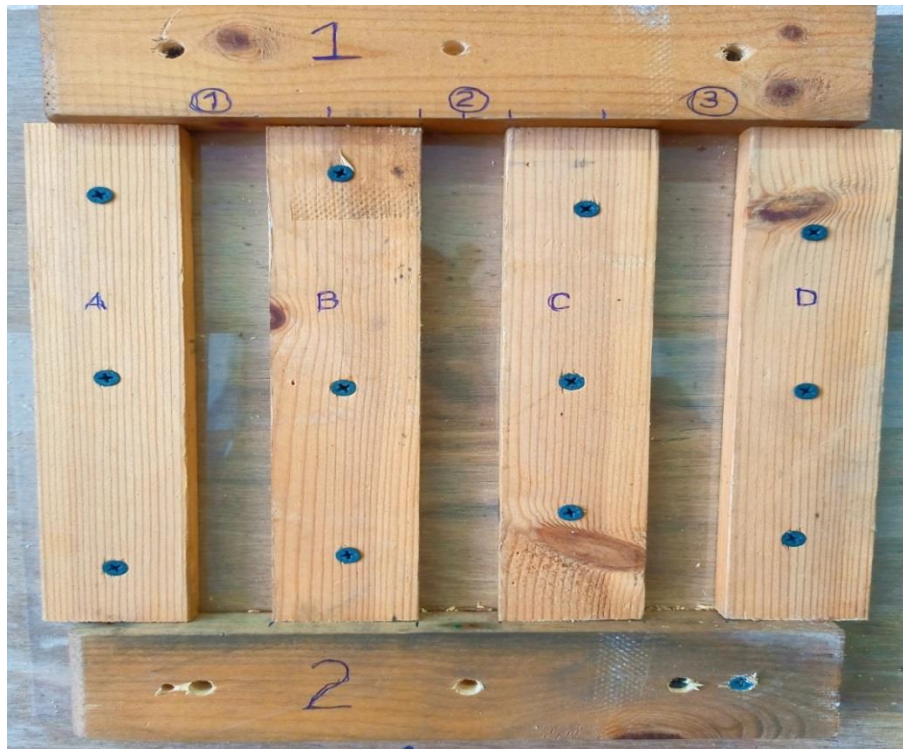


Figure IV.6. Moule fabriqué pour nos éprouvettes
250*25*5 mm

IV.4. Étapes suivies pour l'élaboration du matériau à étudié

Pour la préparation de notre matériau, nous avons suivi les étapes mentionnées ci-dessous :

- Préparation des moules.
- Versement d'une quantité de 50% la résine polyuréthane comme c'est montré dans la **Figure IV.1** avec 50% durcisseur pour le matériau sans renfort.
- Mélangeage soigneux de la résine plus durcisseur.
- calcul du taux de renfort (Pa6 poudre, graphite poudre, granulé).

Chapitre IV Techniques d'élaborations et de caractérisations

Masse = masse volumique*volume total*le pourcentage de charge

Tableaux IV.1. Calcule du taux de renfort en masse pour chaque composite.

Échantillons	mPU (g)	mPA6(g)	mC (g)
100% PU	34	0	0
20% Pa(g) +80% PU	27.5	7.8	0
10% Pa(p) +90% PU	3.9	30.9	0
10% Pa(p) +1% C+89% PU	3.9	30.8	0.68

- Versement d'une quantité de résine 50% avec durcisseur 50 % pour le matériau composite à différentes composition Secouer le matériau composite manuellement pour une meilleure homogénéité Figure IV.7.



Figure IV.7. Versement de notre matériau dans le moule.

- Laisser le matériau composite ainsi élaboré durcir le temps nécessaire.
- Polissage des échantillons (finitions) Figure IV.8



Figure IV.8. Polissage de nos éprouvettes.

Chapitre IV Techniques d'élaborations et de caractérisations

IV.5. Techniques de caractérisation

Pour connaître le comportement mécanique du matériau, on lui fait subir plusieurs tests:

- l'essai de traction pour déterminer son module d'élasticité, sa résistance à la traction sa déformation en fonction de la contrainte de traction appliquée
- l'essai de compression pour déterminer sa résistance a la compression et sa déformation en fonction de la contrainte de compression
- l'essai de dureté pour connaître la dureté générale du matériau composite

IV.6. Caractérisation microstructurale physique

IV.6.1. Infra-rouge transformée de Fourier

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) est une technique analytique efficace pour identifier rapidement la «famille chimique» d'une substance. Généralement, organique et composés polymères (et, dans une moindre mesure, les composés inorganiques) produisent un spectre IR « d'empreintes digitales »

Le IRAffinity-1S est un spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier compact et élégant. L'interféromètre est continuellement optimisé par un mécanisme d'alignement dynamique et un système desséchant automatique intégré qui facilitent l'entretien. L'IRAffinity-1S offre un ratio S/N élevé (30000:1, accumulation de 1 minute, quartier de 2100 cm^{-1} , détection automatique de pic), une résolution maximale de $0,5\text{ cm}^{-1}$ et des dimensions compactes. En outre, le logiciel lab Solutions haute performance IR, qui met l'accent sur l'opérabilité et les programmes de soutien d'analyse (programme d'analyse des contaminants et des programmes Rapport Pharma). Grace à celui-ci, il est plus facile d'effectuer le traitement et l'analyse des données. [45]

IV.6.2. Principe

Vous pourrez identifier les contaminants avec un degré élevé de précision. Les rapports sont automatiquement créés après analyse, réduisant ainsi le temps de post-traitement à quelques secondes.

Chapitre IV Techniques d'élaborations et de caractérisations

Avec ses rapports automatisés, ce programme facile à utiliser permet aux opérateurs ayant peu de connaissances en FTIR d'effectuer une analyse facilement [45].



Figure IV.9. Spectromètre infrarouge à transformée de Fourier
Shimadzu IRAffinity-1s.

IV.7. Caractéristiques microstructurale

IV.7.1. Observation au microscope optique

Le microscope est un instrument optique qui donne une image grandie d'un objet. Il est constitué d'un banc optique dont une partie se trouve devant l'objet : l'éclairage, l'autre partie derrière l'objet pour l'observation. Ce banc doit être rigide et posséder tous les organes de centrage des pièces optiques. (Voir figure IV.10)

L'objet est transformé en une image réelle à l'aide d'un objectif. L'image se forme au plan focal d'un oculaire qui va pouvoir en donner ensuite une image virtuelle située à l'infini. On peut déduire de ce simple schéma que le grossissement de l'appareil dépend non seulement des objectifs et des oculaires mais aussi des distances qui séparent les composants [45].

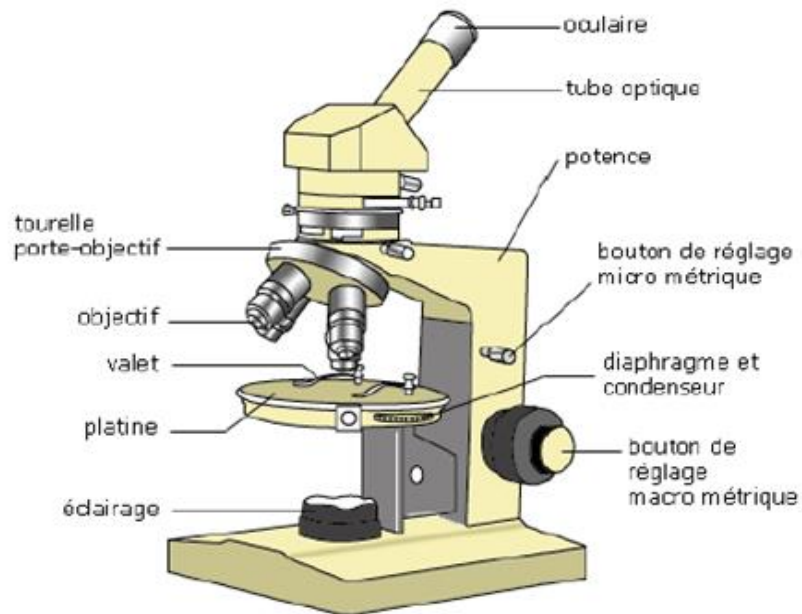


Figure IV.10. Dessin d'un microscope optique monoculaire [45].

IV.8. Caractérisation mécanique

IV.8.1. Essai de traction

Nous avons utilisé l'appareil de traction pour les polymères ZWICK capacité 10 KN piloter par ordinateur pour l'acquisition des données (laboratoire Boumerdes), les essais consistent en deux actions mécaniques et opposées qui vont déformer l'éprouvette progressivement puis la rompre comme il est montré sur la figure IV.11.

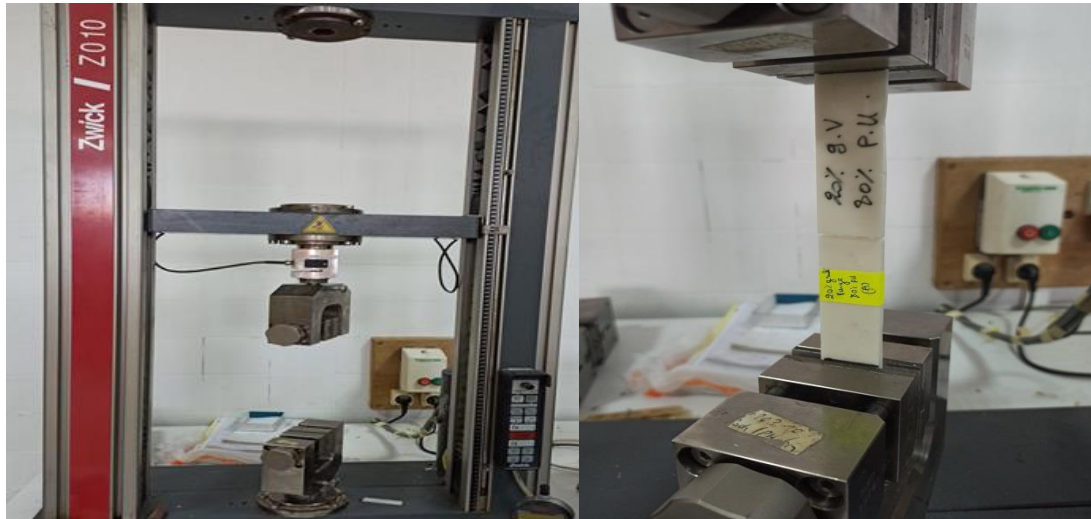


Figure IV.11. Machine de traction utilisée

IV.8.2. Essai de Dureté Vickers

IV.8.2.1. Principe

La mesure de dureté Vickers se fait avec une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre faces égal à 136°. L'empreinte a donc la forme d'un carré ; on mesure les deux diagonales D1 et D2 de ce carré à l'aide d'un appareil optique. On obtient la valeur d en effectuant la moyenne de d1 et d2. C'est d qui sera utilisé pour le calcul de la dureté. La force et la durée de l'appui sont également normalisées.

$HV = \frac{2F \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g \cdot d^2}$	<p>HV = Dureté Vickers. F = Force appliquée [N] d = Moyenne des diagonales de l'empreinte [mm] g = Accélération terrestre. [m s⁻²] (9.80665)</p>
--	---

Le degré de dureté, noté Hv, est ensuite lu sur un abaque (une table) ; il y a un abaque par force d'appui.

Norme Européenne pour la dureté Vickers:

- EN ISO 6507-1 - Essai de dureté Vickers - Méthode d'essai
- EN ISO 6507-2 - Essai de dureté Vickers - Entretien de l'équipement

Pour cet essai nous avons fixé quelques paramètres comme la force appliquée qu'on a mis sur 0.01 kg la méthode de lecture *40 et le temps d'application de la force qui est de 15 S l'appareil que nous avons utilisé est celle de la figure IV.12.



Figure IV.12. Appareil utilisé pour l'essai de dureté

Chapitre V

Résultats et discussion

V.1. Introduction

Nous avons élaboré des éprouvettes en matériaux composites à partir d'une résine polyuréthane, comme matrice, et polyamide 6 comme renfort sous différentes formes (granulé vierge, poudre obtenue après recyclage) et des charges de poudre de graphite. L'élaboration est faite par moulage en contact. Nous avons élaboré des éprouvettes normalisées pour des essais de traction et d'autres pour des essais de compression.

Pour la caractérisation mécanique, en plus des essais de traction, nous avons fait des essais de micro dureté (Vickers). D'un point de vue microstructurale, les échantillons ont été observés au microscope optique pour bien mettre en évidence leurs microstructures et des analyses au spectromètre infrarouge à transformée de Fourier « caractérisation microstructurale physique » est faite. Dans ce chapitre nous allons exposer les résultats de ces différents tests ainsi que les discussions qui en découlent et déduire la valeur caractéristique ajoutée valorisant le composite à base de polyamide 6 recyclé.

V.2. Éprouvettes élaborées

Des éprouvettes en matériaux composites à base de polyuréthane et de polyamide 6 sont élaborées comme décrit dans le chapitre précédent (cf. Section IV.4). Dans un premier lieu, on s'est intéressé à l'influence des renforts PA6 recyclé obtenu par abrasion avec une surface lime rugueuse d'un morceau de PA6 jusqu'à obtention d'une poudre fine et PA6 vierge fourni sous forme de granulés d'un diamètre de l'ordre de 4 mm sur le comportement mécanique du matériau composite.

En un deuxième lieu, on s'intéresse à l'influence du renfort sur le comportement du matériau composite ; on élabore l'éprouvette composé de PA6 en poudre en ajoutant 1% poudre de graphite.

Dimensions utilisé pour éprouvette de traction **250 X 25 X 5 mm**

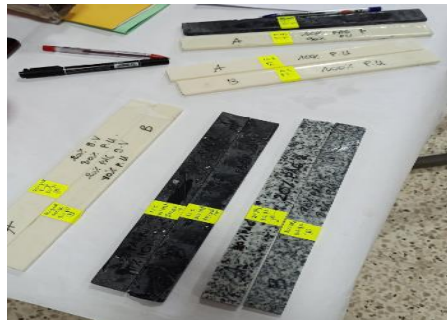


Figure V.1. Éprouvette élaboré pour la traction

V.3. Résultats de la caractérisation mécanique

Nous allons présenter dans ce qui suit les résultats des essais de traction, compression et micro dureté.

V.3.1. Résultats des essais de traction

a. Analyse des courbes contraintes déformations

Les éprouvettes de matériau composite sont élaborées par procédé de moulage au contact, les dimensions des éprouvettes de traction normalisées 250*25*5 (mm).

Nous allons considérer dans ce qui suit les courbes contraintes /déformations obtenues après les essais de traction sur nos éprouvettes.

Les essais de traction sont effectués à température ambiante sur tous nos matériaux composites élaborés.

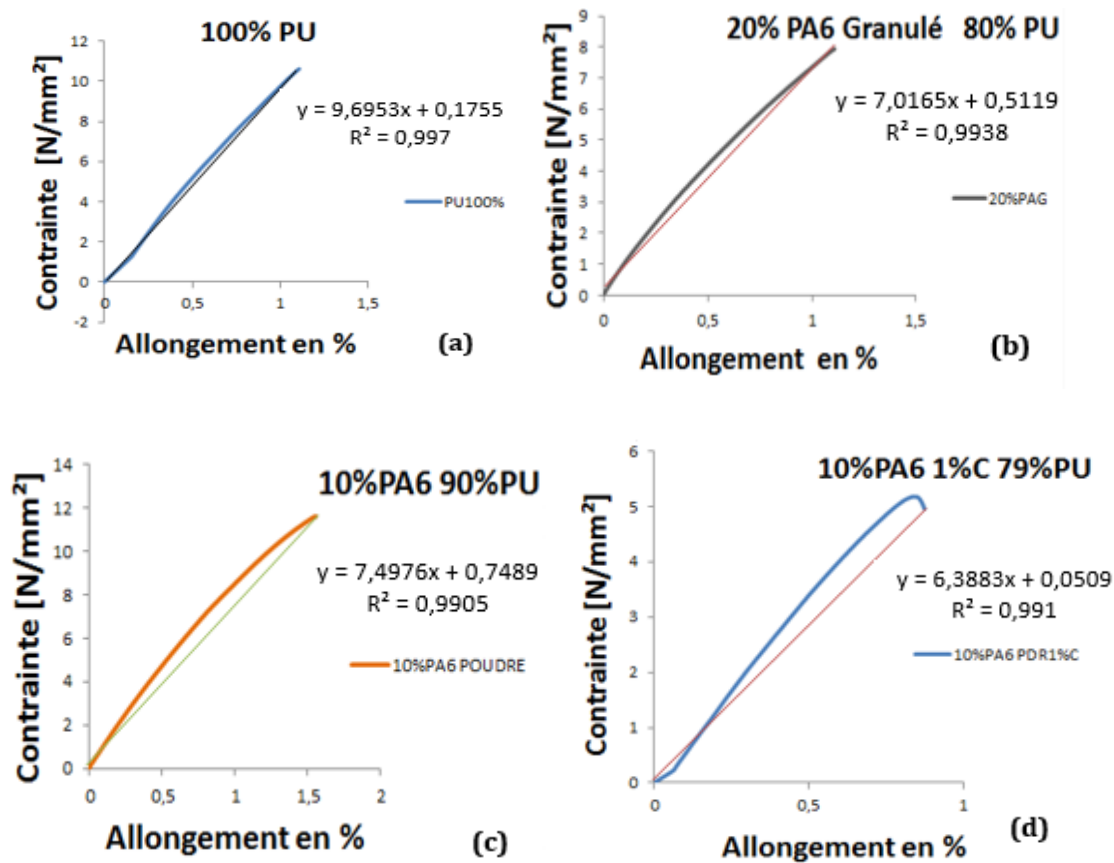


Figure V.2. Les courbes contraintes /déformations obtenues après les essais de traction

b. Analyse des modules d'élasticité en traction

On s'intéresse à la partie linéaire des courbes contraintes déformations précédentes et on tire les modules d'élasticité, comme montré dans la figure IV.3 ; les résultats sont regroupés dans le tableau V.1 qui suit.

Tableau V.1. Les modules d'élasticité de nos éprouvettes

Matériau composite	Module d'élasticité (MPa)
100%PU	12,57
10%PA6 1% C	7,57
10%PA6 90% PU	10,16
20% G.V 80% PU	9,94

On remarque que l'éprouvette (c) 10% PA6 poudre 90% PU donne de bon résultat vis-à-vis de l'essai de traction comparé aux autres éprouvettes 10%PA6 1% C, 20% G.V 80% PU.

V.3.2. Résultats des essais de dureté

On a utilisé l'appareil IRAffinity-1S de la gamme Shimadzu.

Tableau V.2. Les résultats de dureté pour nos échantillons

Echantillon	Nombre de test	HV	D1 (μm)	D2 (μm)
PU100%	1	1,1	129,58	128,11
10%PA6 p 1% C 89%PU	1	3,1	78,14	76,35
	2	3,87	69,06	69,36
20%G /80%PU	1	2,7	79,68	85,91
	2	2,89	83,23	76,84
10%PA6 p/ 90%PU	1	1,76	105,33	99,53
	2	3,39	64,01	83,86
	3	1,6	114,43	100,71

D'après le tableau V.2, on remarque que les compositions : 10%PA6 p 1% C 89% PU et 10% PA6 p 90% PU présente les deux meilleures valeurs de dureté, avec une légère augmentation de la dureté dans le mélange contenant 1 % de C.

On peut dire alors que l'ajout d'une quantité de PA6 au PU augmentent la dureté et favorise l'utilisation des composites 10% PA6 p 1% C 89% PU et 10% PA6 p 90% PU dans les applications où la résistance à la compression, sont requises.

V.4. Observation au microscope optique

Nous avons observé les surfaces de nos différents échantillons au microscope optique X40, X100 et X200 nous avons choisi les photos les plus claires et significatives afin de commenter l'état microstructurale.

On observe sur la figure V.3 une résine qui est de couleur clair et du PA6 en grain de couleur sombre et nous remarquons une zone sombre qu'on interprète comme étant des crevasses probablement dû à l'interaction chimique entre les deux composants.

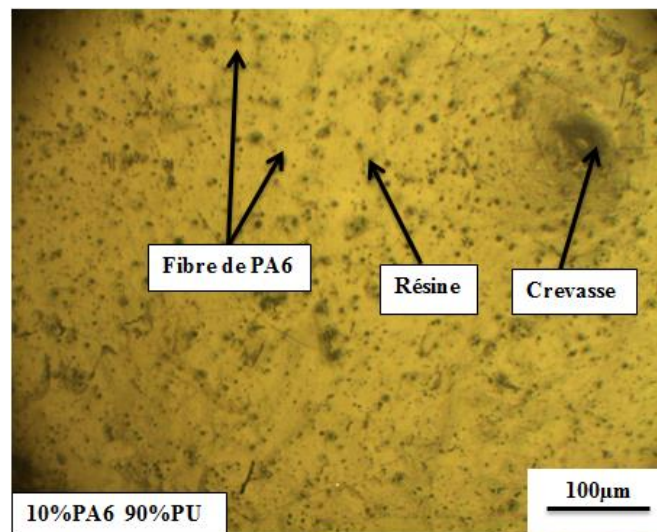


Figure V. 3. Micrographie de l'échantillon 10%PA6 90%PU

On constate sur la micrographie du PU et PA6 (figure V.4) granulé une surface lisse qui ne contient pas des défauts apparents comme sur les autres échantillons.

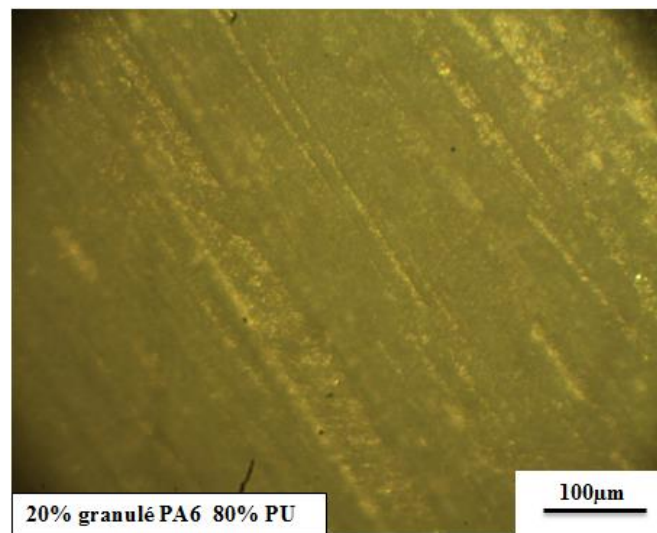


Figure V. 4. Micrographie de l'échantillon 20% granulé 80% PU

On présume que sur la micrographie (10% PA6 poudre 1% C 89% PU) comme c'est montrée sur la figure V.5 la présence d'agglomérats de graphite et des crevasses à l'échelle micrométrique est formé d'une partie claire représentant la résine dans laquelle sont incrustées des zones sombres représentant le graphite.

Nous observons, en plus de la résine et du graphite, des points micrométriques aléatoires, ce sont les fibres de PA6 avec leurs différentes granulométries $0.5\text{mm} \leq G \leq 3\text{mm}$.

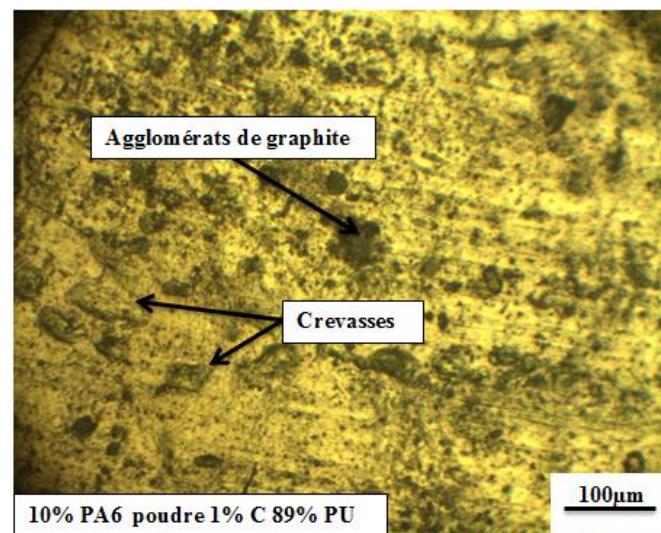


Figure V.5. Micrographie de l'échantillon 10% PA6 1% C 89% PU

La figure V.6 montre une micrographie au microscope optique de l'échantillon 100%PU. Nous constatons que la microstructure est celle d'un matériau homogène comportant quelques

pores de tailles micrométriques. Ces micropores sont fort probablement formés lors de la polymérisation du polyuréthane.

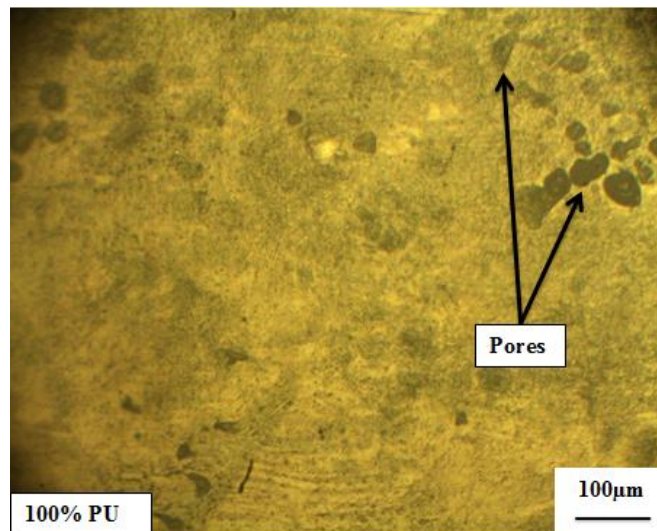


Figure V.6. Micrographie de l'échantillon 100%PU

V.5. Discussion des résultats de l'infrarouge à transformée de Fourier

Les principaux pics d'absorption IFTR de nos matériaux D'après une étude pour caractériser les films de polyamide 6 faite par Chaker El Mazari [46], des principaux pics de PA6 ont été attribués à partir des données de la bibliographie. Des pics correspondent ont été indiqués dans les spectres obtenus et rapportés dans le tableau V.3 ci-dessous.

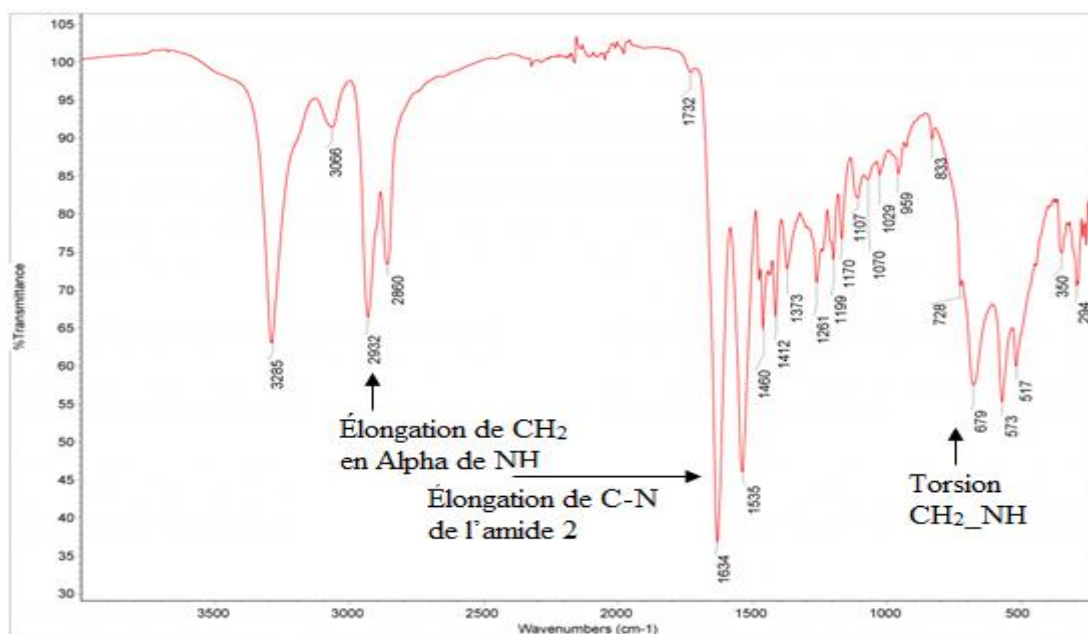


Figure V.7. Spectre IRTF de polyamide 6 [46]

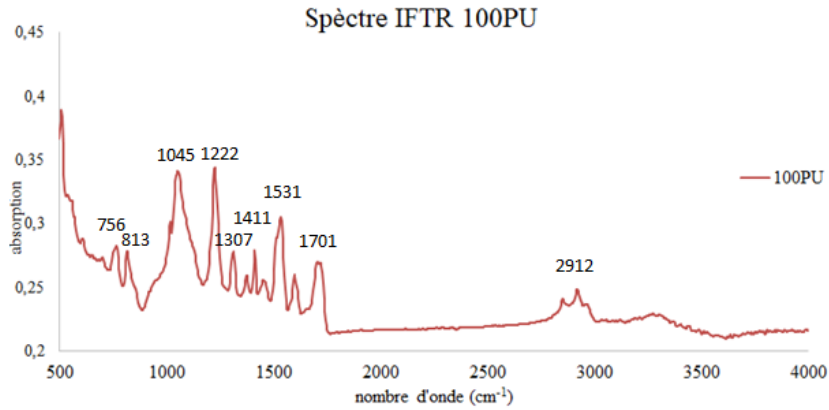


Figure V.8. Spectre IRTF de notre matrice PU sans renforts

L'analyse de la figure V.11 montre une ressemblance des spectres de nos matériaux élaborés avec le spectre du polyamide 6 vierge et la présence d'une elongation de c-c=O à la bande [1000 à 1200] dans tous les spectres ça dépend du taux de charge PA6.

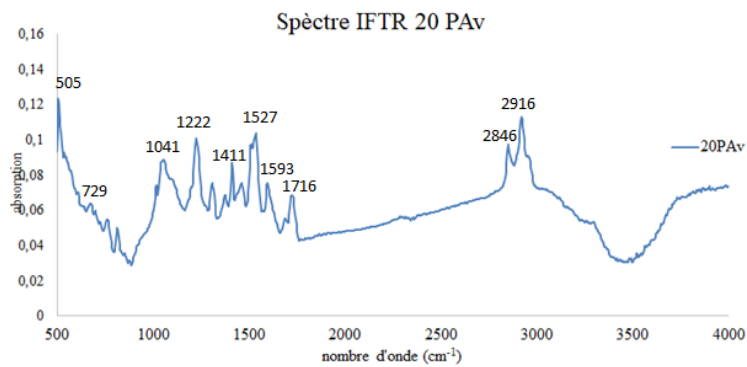


Figure V.9. Résultats IRTF composite 20% PA6 granule 80%PU

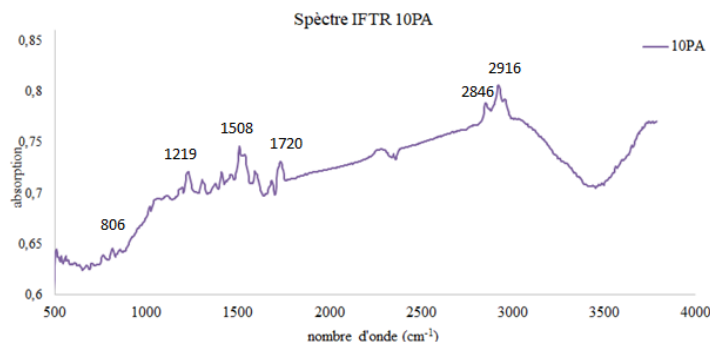


Figure V.10. Résultats IRTF composite 10% PA6 90%PU

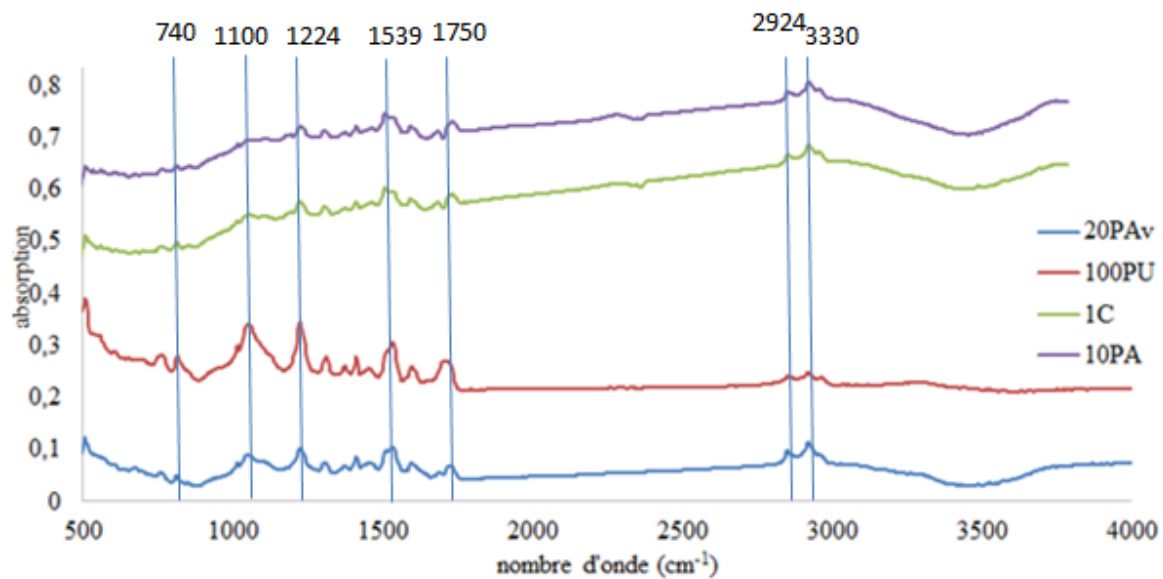


Figure V.11. Superpositions de nos résultats IRTF

L'analyse de la figure V.11 qui superpose tous les spectres IRTF montre une ressemblance des spectres des matériaux élaborés avec le spectre de polyamide 6.6 vierge.

- La présence d'une Torsion $\text{CH}_2\text{-NH}$ à la bande [700] dans tous les spectres ça dépend du taux de charge PA6.
- La présence d'un pic de déformation de C_O (Phase amorphe) de polyamide à la [1100].
- Élongation de C-N de l'amide $_2$ à la bande [1500]
- Élongation de CH_2 en Alpha de NH à la bande [2900].
- La présence d'un pic d'amide $_3$, $\text{C}_\text{N}_\text{H}$ et CH_2 de polyamide à la bande [1200 à 1500]. Beaucoup plus en ajoutant une quantité de 1% de graphite que dans les composites sans graphite.
- Élongation de CH_2 de NH A la bande [1800 à 3000].

Tableau V.3. Références pour définir les compositions de pics d'absorption IRTF [46]

Bande IR (cm ⁻¹)	Attribution	Réf
3330	Déformation N—H	[7]
3300	Elongation N—H	[8]
3080	Déformation N—H et élongation C—N (amorphe et cristallin)	[9]
2950	Elongation CH ₂ en α de NH	[7]
2858	Elongation CH ₂ en β de NH et en γ de NH	[7]
1740	Elongation liaison C=O de l'imide	[8]
1640 ± 10	Elongation C=O de l'amide I	[10]
1555 ± 10	Déformation N—H dans le plan de l'amide II	[7]
1535 ± 5	Elongation C—N de l'amide II	[6]
1470	Déformation symétrique de CH ₂	[9]
1440	Déformation de scission symétrique CH ₂ à coté de C=O (présence de la phase γ) (phase cristalline)	[7]
1420	Déformation symétrique de CH ₂ à coté de N	[9]
1370	Déformation C—N—H et déformation dans le plan de N—H Amide III.	[7]
1224	Torsion de CH ₂ couplé avec l'élongation de HN-C=O (phase cristalline)	[10]
1200	Amide III et squelette hydrocarboné (phase cristalline)	[10]
1180	CH ₂ —NH (phase amorphe)	[10]
1140	Déformation de C—O (phase amorphe)	[10]
936	Elongation de C—C=O amide (phase cristalline)	[11, 12]
922	Elongation de C-C=O amide (phase amorphe)	[10, 13]
906	Elongation de CH ₂ (phase cristalline)	[8]
700	Torsion CH ₂ —NH de l'amide V	[6]

Conclusion générale

Conclusions générale et perspective

L'objectif de ce travail était d'étudier le comportement mécanique, microstructurale et physique d'un composite à matrice résine polyuréthane chargée de polyamide6 recyclé auquel on a ajouté du graphite avec un faible pourcentage. Après la recherche bibliographique effectuée sur les matériaux composites ses différentes méthodes d'élaboration et leurs domaines d'application avec des exemples particuliers dans le domaine de l'industrie automobile, nous avons choisi de recycler le polyamide 6 en le transformant en poudre et/ou en petits copeaux.

Dans la deuxième partie on s'est intéressé aux propriétés de nos matières PU, PA6 et C, utilisé pour l'élaboration de nos éprouvettes et leurs comportements mécaniques.

La troisième partie de notre travail consiste à la valorisation des déchets et des différents types de recyclage des polymères, plusieurs procédés de recyclage mécanique, chimique et thermique existent pour la récupération du monomère du polyamide 6, ce qui permettrait un recyclage en boucle fermée, la présente étude porte sur un recyclage mécanique par broyage/moulage au contact.

En premier lieu dans la 4ème partie élaborations et caractérisations, on a élaboré 4 matériaux composites (10%PA6 p, 90%PU), (100% PU), (20% granulé vierge, 80%PU) et (10%PA6 p, 90%PU, 1%C) dans des moules normalisés de l'ordre de 250X25X5 mm avec différents composition de fibre/matrice pour nos essais de traction.

La fin de notre étude -la cinquième partie- a été consacrée aux résultats des essais, calculs effectués et les commentaires-interprétations.

Les différentes techniques de caractérisation utilisées dans notre travail nous ont permis de connaître le comportement de nos échantillons en traction et micro dureté.

L'observation des échantillons à l'échelle microscopique et les essais IRTF sont effectuées pour définir la composition des liaisons chimiques de la microstructure composite.

Le PA6 recyclé en poudre de granulométrie variant entre $0.5\text{mm} < G < 3\text{mm}$ a montré un comportement optimale en traction mais reste inférieur à la valeur d'élasticité de la résine seule, Par contre l'ajout du graphite n'a pas de grande influence sur le comportement mécanique de nos matériaux composites.

Les microscopies nous ont montré les défauts existants dans chaque composite et après l'analyse des images nous pouvons aussi présumer que lors du mélange une légère réaction chimique ce produit forment des trous et crevasse de taille micrométrique.

Dans l'essai de dureté (Vickers) on remarque que les compositions : 10%PA6 p 1 % C 89 % PU et 10% PA6 p 90 % PU présentes les deux meilleures valeurs de dureté, avec une légère augmentation de la dureté dans le mélange contenant 1 % de C et de cela on peut dire que l'ajout d'une quantité de PA6 au PU augmentent la dureté et favorise l'utilisation des composites 10 % PA6 p 1 % C 89 % PU et 10% PA6 p 90 % PU dans les applications où la résistance à la compression est recherchée.

Perspectives

Nous n'avons pas pu réaliser certaines analyses pour nos échantillons, faute de disponibilité de matériels et équipements scientifiques. Nous suggérons de poursuivre ce travail en réalisant des analyses par calorimétrie différentielle à balayage pour bien cerner les éventuelles interactions entre le PA6 et le PU ainsi que le graphite.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] J.M. Berthelot. Composite Materials: Mechanical Behavior and Structural Analysis. Springer New York. 1999.
- [2] Diabi Ahlem « Contribution à l'étude de phénomène du fluage de polyamide 6 sous l'effet des contraintes échelonnées », Mémoire de fin d'étude, Université Mohamed Khider de Biskra 2020
- [3] J.M. BERTHELOT « Matériaux composites : Comportement mécanique et analyse des structures », Ed. MASSON, Paris, 1992.
- [4] Gharbi, A., Analyse des fissurations des matériaux composites et détermination de leur délaminage utilisant des capteurs piézo-électriques.
- [5] Daniel Gay. Matériaux composites. 3eme édition Hermès, Paris 1991p569.
- [6] Maurice René. Les plastiques. Edition Hermès, Paris, 1990p189.
- [7] Klárová, M., Composite materials, 2015, VSB.
- [8] Boudenne, A., Etude expérimentale et théorique. Des propriétés thermophysiques de matériaux composites à matrice polymère, 2003, Paris 12.
- [9] Marc Marzano - Action Composite Pascal Celle – GNFA, 2014 ' exemple industrie automobile'
- [10] <http://www.technocampus-composites.fr/defis-technologiques>.
- [11] Anis Hamoudi, Elaboration et caractérisation d'un matériau composite « Matrice polyester chargé en PET recyclé » master, UMMTO, 2020
- [12] Spécialiste de la fabrication de pièces techniques et d'aspect en composites <https://www.pag-composites.fr/domaines-application/>
- [13] Nathalie Mayer, <https://www.futura-sciences.com/sciences/definitions/physique-fibre-carbone-16081/> 2011
- [14] Zaidi A. Etude du comportement de matériaux composites à matrice polymère en fatigue (Effet du vieillissement). Mémoire de Magistère, Université Mouloud Mammeri de Tizi.

Références bibliographiques

- [15] Glossaire Matériaux Composites. Carma Actualisation octobre 2006.
- [16] Laurent Gornet. Généralités sur les matériaux composites. Engineering school. 2008.
- [17] Arcane-industries, page web: <http://www.arcane-industries.fr/details-polyurethane+et+urethane+mastic+polyurethane+etancheite+joint+mousse+pu-122.html>
- [18] Marie-Charlotte Cottereau et Clotilde Saint-Denis, page web: https://docs.google.com/document/d/15siVI2Zpq-3qBwvskrUtTun_Oe4cJ1GEPySbQxwRSGw/edit; 5 mai 2017
- [19] Marie-Charlotte Cottereau et Clotilde Saint-Denis, page web: <http://www.societechimiquedefrance.fr/polyurethanes.html> 5 mai 2017
- [20] Marie-Charlotte Cottereau et Clotilde Saint-Denis, page web: http://www.allize-plasturgie.org/ressources/plugin/filemanager/userfiles/Developpement_durable/2014_05_15_Etude_recyclage_polyurethane.pdf 5 mai 2017
- [21] Caractéristiques générales du polyuréthane données par le fournisseur RPIB, page web: <https://www.rpib.fr/nos-gammes/le-polyurethane/>
- [22] Fiche techniques PU fourni par UNILININSULATION qui est un acteur industriel majeur <https://www.unilininsulation.com/fr-fr/avantages-du-polyurethane>
- [23] Lenntech Water Treatment solutions est une entreprise de conception et de fabrications page web: <https://www.lenntech.fr/#ixzz7HIWKLcW3> <https://www.lenntech.fr/periodique/elements/c.ml>
- [24] Dr. Mokhenane A, cours de chimie organiques <https://fmedecine.univ-setif.dz/Cours/Carbone&Liaisons.pdf>
- [25] Henry BRUSSET article, <https://www.universalis.fr/encyclopedie/carbone/>
- [26] fiche technique du PA6 donné par l'INRS qui est une association gérée par commission page web: www.Inrs.fr/plastiques

Références bibliographiques

- [27] Said Lotfi Hafsaoui, Etude et modélisation de la stabilité thermique et des propriétés des polyamides au cours du rotomoulage, thèses en ligne de Paris Tech <https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-0087182> 2013
- [28] <https://www.struers.com/fr-FR/Knowledge/Hardness-testing#>
- [29] Dureté (matériau) Source:
[http://www.lyrfac.com/soutiens/knbase/pdf/durete%20\(materiau\).pdf](http://www.lyrfac.com/soutiens/knbase/pdf/durete%20(materiau).pdf)
- [30] Michel Dequatremare Thierry Devers, Matériaux parcours IUT, Dunod, paris ,2012.
- [31] J.P. Bailon, JU-M-Dorlot, Des Matériaux, presses internationales polytechniques ,2007.
- [32] Textes législatifs, http://www.cercle-recyclage.asso.fr/biblio/textes_legislatifs/frtextes.htm
- [33] Jean-Pierre GAVALDA, I.U.F.M. de Créteil (93) Dossier technique LE RECYCLAGE ET LA VALORISATION DES DECHETS EN REPARATION CARROSSERIE PEINTURE page web :
http://www.educauto.org/sites/www.educauto.org/files/file_fields/2013/11/18/recyclage.pdf
- [34] SOFRES CONSEIL « Analyse des coûts de gestion des déchets municipaux » Etude 75 ADEMEAMF <http://www.ademe.fr/collectivites/dechets/couts/etude-complete/>
- [35] GERARD MIQUEL « Recyclage et valorisation des déchets ménagers » Rapport 415 (1998-1999) – Office parlementaire des choix scientifiques et technologiques
- [36] HENRI PREVOT « La récupération de l'énergie issue du traitement des déchets » Ministère de L'économie des finances et de l'industrie – Juillet 2000 –
- [37] M. COULIBALY « Modélisation micromécanique et caractérisation expérimentale du Comportement des matériaux hétérogènes élasto-viscoplastiques. Application à la valorisation des Polymères recyclés » Thèse de Doctorat, 2008.
- [38] Fédération des Industries Nautiques–FIN:La filière BPHU (France, janvier 2006)
- [39] Matthieu Combe article dans Matériaux, Bio Tech & chimie <https://www.techniques-ingenieur.fr/actualite/articles/lindustrie-automobile-peine-a-augmenter-la-quantite-de-plastique-recycle-77546/13> avril 2020
- [40] Erdynconsultants,.Recyclage chimique des matières plastiques. Rapport final,Ademe, 2002.59 p.

Références bibliographiques

- [41] Martin Booij. Sustainable closed loop system for Recycling of Carpet Materials. Rapport de synthèse pour publication BE-95-1337, RECAM, Carpet Recycling for Europe, 1999. 16 p.
- [42] M. Braun, A.B. Levy et S. Sifniades. « Recycling nylon 6 carpet to caprolactam ». Polymer-Plastics Technology and Engineering, vol. 38, no 3, pages 471–484, 1999.
- [43] C. Mihut, D.K. Captain, F. Gadala-Maria et M.D. Amiridis. « Review : Recycling of nylon from carpet waste ». PolymEngSci, vol. 41 numéros 9, pages 1457–1470, 2001.
- [44] Alain Guyot. Polymérisation. In traité Génie des procédés, no J 5 830. Techniques de l'Ingénieur, juin 2000. 24 p.
- [45] Article sur direct industry lien de la page web :
<https://www.directindustry.fr/prod/shimadzu-europa/product-25210-1591552.html>.
- [46] Chaker el Mazari durabilité de produits innovants de robinetterie de polyamide6 2013.