

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

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



UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA – BOUMERDES

Faculté des Sciences de L'ingénieur

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

En vue de l'obtention du diplôme de Master en Génie des Procédés

Option : Matériaux Polymères

**Elaboration et caractérisation de composites à base
de résine polyester insaturée et de renfort
synthétique polyéthylène téréphtalate recyclé**

Présenté et soutenu par

AOUAITIAAbdelhai

BOUDRAAAymen

Devant les jurys :

M ^{me} N. OUSLIMANI	M.C.A	UMBB	Président
M ^{me} A. SERIER	M.C.A	UMBB	Examineur
M ^{elle} L. TIMHADJALT	M.C.B	UMBB	Examineur
M ^{me} K. LAOUBI	M.C.B	UMBB	Examineur
M ^{me} N. BELLOUL	M.C.B	UMBB	Encadreur
M ^r A. ZERRIOUH	Doctorant	UFAS	Co-encadreur

Année universitaire : 2016/2017

REMERCIEMENTS

Premièrement, nous remercions DIEU tout puissant d'avoir veillé sur nous tout au long de ses années et de nous avoir donné la force et le courage de finir ces Cinq années.

Nous voulons remercier nos parents pour leur soutien et pour leur confiance inébranlable.

*Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à Madame **BELLOUL Nabila** M.C.B à l'Université de Boumerdès pour avoir bien voulu nous encadrer dans notre travail de master.*

*Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à Monsieur **ZERRIOUH Ali** doctorant à l'Université de Sétif pour avoir bien voulu nous encadrer dans notre travail de master.*

*Nous adressons nos sincères remerciements à Mme le professeur **OUSLIMANI Nassira** d'avoir bien voulu être président du jury. Nous souhaitons également, exprimer toute notre gratitude à nos enseignants qui on acceptés d'être dans cet honorable jury.*

*A tous les membres du laboratoire Revêtement, Matériaux et environnement (LRME de l'UMBB). Nous citons, madame **N. GROUNI**, et monsieur **KOUROUGLI**. N'oublions pas l'équipe de recherche, docteurs et doctorants. Chacun a contribué à sa manière à la réalisation de ce travail. Nous souhaitons une bonne continuité de thèse pour tous les doctorants du laboratoire. Veuillez trouver ici le témoignage de nos remerciements les plus sincères*

*A monsieur le professeur **BENMOUNAH Adelbaki** et à tout le personnel de l'unité de recherche de L'UMBB. Votre aide dans la réalisation des différents tests de caractérisation et votre esprit scientifique nous ont propulsés vers l'avant. Soyez tous assuré de notre reconnaissance et de notre profonde considération. (Particulièrement à **AMI SAID**)*

Pour finir nous remerciant notre famille pour leur soutien et nos amies qui ont été de formidables campaniens tout au long de ces années.

DEDICACES

Je dédie ce travail à :

Mes chers parents :

*Aucune dédicace, aucun mot acte ne saurait exprimer à sa juste équitable valeur, le
dévouement et l'amour que je vous porte,*

votre

tendresse, bonté, grandeur d'âme restent toujours gravés dans

mon

esprit et mon cœur.

Que Dieu le tout puissant vous garde et vous procure longue vie,

Et bonheur, puisse-t-il m'aider pour que je sois signe de votre

confiance

et à la hauteur de vos espérances.

Mon chère frère

Haithem

Mes chères sœurs :

Choubeila et chaima

L'amour fraternel que je vous porte est sans égal, vos conseils et

*Votre amour m'ont soutenu tout au long de mes études et vos encouragements ont été
pour moi d'un grand réconfort.*

BOUDRAA Aymen

Sommaire

Sommaire

	Page
Liste des figures	i
Liste des tableaux et équations.....	iii
Liste des abréviations utilisées.....	iv
<i>Introduction générale</i>	1
<i>Chapitre I : Etude bibliographique</i>	
I.1. Introduction.....	3
I.2. Présentation du polyéthylène téréphtalate (PET).....	3
I.3. Propriétés physiques du PET.....	3
I.3.1 Viscosité	3
I.3.2 Cristallisation	4
I.3.3 Hygroscopie	4
I.3.4 Dégradation.....	4
I.4. Recyclage et valorisation du PET	5
I.4.1. Le recyclage chimique.....	5
I.4.2. Valorisation énergétique.....	5
I.4.3. Le recyclage mécanique.....	6
I.5. Contaminants avant recyclage du PET et leurs problèmes.....	7
I.6. Valorisation mécanique des bouteilles en PET en fibres de polyester	7
I.6.1. Diagramme de valorisation du PET	7
I.6.2. Préparation des paillètes du PET (recyclage de PET).....	8
I.6.2.1 Collection	8
I.6.2.2 Déballage (ouverture des balles) et déchiquetage	8
I.6.2.3 Tri manuel des bouteilles.....	8
I.6.2.4 Prélavage des bouteilles	8
I.6.2.5 Broyage	9
I.6.2.6 Prélavage par friction	9

I.6.2.7 Première séparation par densité (flottation)	9
I.6.2.8 Lavage	10
I.6.2.9 Deuxième séparation par flottation	10
I.6.2.10 Rinçage.....	10
I.6.2.11 Essorage, tamisage et séchage	11
I.6.3 Propriétés nécessaires au PET recyclé.....	11
I.6.4 Transformation des paillettes du PET en fibres de polyester.....	12
I.6.4.1 Déshumidification (séchage).....	12
I.6.4.2 Extrusion (extrudeuse mono vis).....	12
I.6.4.3 Filage	13
I.6.4.4 Refroidissement sous filière	13
I.6.4.5 L'ensimage textile	14
I.6.4.6 Etirage	14
I.6.4.7 Frisage (Crêpage), séchage et coupe.....	15
I.6.4.8 Mise en balle	15
I.6.5. L'orientation des fibres par étirage.....	15
I.6.6 Caractéristiques et propriétés des fibres de PET	16
I.6.7 Applications industrielles des fibres de PET.....	16
I.6.8 Incorporation des fibres PET comme renfort pour matériaux composites	17
I.7. Conclusion.....	17

Chapitre II : matériau et techniques de caractérisation expérimentales

II.1. Introduction.....	18
II.2. Présentation des matériaux.....	18
II.2.1. La matrice.....	18
II.2.2. Le renfort.....	19
II.3.Elaboration des matériaux.....	20
II.3.1. Préparation des Mats.....	20
II.3.2.Elaboration des éprouvettes de résine.....	21
II.3.3.Préparation des éprouvettes composites.....	22
II.3.3.1.Préparation de plaques composite à froid.....	22

II.3.3.2.Préparation des plaques composite à chaud.....	22
II.3.3.3. préparation des films.....	24
II.4.Méthode de caractérisations.....	24
II.4.1. Analyse chimique par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier.....	24
II.4.2. Essai mécanique de traction.....	25
II.4.3. Essai mécanique de flexion trois points	25
II.4.4. Essai mécanique de choc type CHARPY	26
II.4.5.Test de dureté.....	27
II.4.6Essai de vieillissement hygrothermique.....	27
II.4.7Observation par microscopie électronique à balayage (MEB).....	28

Chapitre III : Résultats et discussions

III.1. Introduction.....	29
III.2. Caractérisation des composites fibres PET/UPR par analyse IRTF	29
III.3. Essais de traction.....	31
III.4. Essais de flexion trois points.....	35
III.5. Essais de choc Charpy.....	39
III.6. Essais de dureté SHORE D	40
III.7. Essais de vieillissement hygrothermique.....	41
III.8. Morphologie des composite UPR/fibres PET.....	43
III.9. conclusion	44
Conclusion générale	47
Perspectives	50

Référence bibliographie**Résumé**

*Liste des figures, équations et
des tableaux*

Liste des figures

	Page
Figure I.1 : Motif de répétition du PET.....	3
Figure I.2 :Collecte des bouteilles PET en Europe.....	5
Figure I.3 : Schéma de principe de la valorisation.....	6
Figure I.4 : Diagramme de valorisation mécanique du PET en fibre.....	7
Figure I.5 :Stock de balles des bouteilles PET collectées.....	8
Figure I.6 :Densité de quelques impuretés qui perturbent le recyclage du PE....	9
Figure I.7 : Cuve de lavage	10
Figure I.8 :Tank ou se déroule le séchage	12
Figure I.9 : Schéma de principe d'une extrudeuse monovis.....	13
Figure I.11 : Dispositif de machine de frisage de fibre (Crimper).....	14
Figure I.12 :Schématisation de l'effet de l'étirage sur la structure des chaînes d'un polymère semi-cristallin	15 16
Figure II 1 : Les types des mats préparés par fibre de PET recyclé de masse surfaccique (a) 300 g/m ² ; (b) 600 g/m ²	21
Figure II.2 : Epreuves d'essais en résine seule, (a) éprouvette de traction avec h=3mm, (b) éprouvette de flexion avec h=4mm, (c) éprouvette de choc CHARPY avec h=3 mm.....	23
Figure II.3 : Epreuves d'essais en matériau composite, (a) éprouvette de traction avec, (b) éprouvette de flexion et (c) éprouvette de choc CHARPY.....	24
Figure II.4 : Epreuve de composite à des fissures.....	24
Figure III.1 : Spectre IRTF de la fibre PETR.....	29
Figure III.2 : Spectre IRTF de la résine polyester insaturé.....	30
Figure III.3 : Spectres IRTF de : UPR, composite UPR/fibre PETR, fibre PET.	31
Figure III.4 : Courbes contrainte/déformation en traction de : résine seul (c) et composite de type : F600 (a), F300×2 (b), C600×2 (d), C1200 (e).....	32
Figure III.5 : Evolution des propriétés mécaniques en traction des différentes types de composites: module d'élasticité (a), contrainte à la rupture (b), déformation à la rupture (c)	33
Figure III.6 :Courbes charge-déplacement en flexion trois points de : résine seul (c) et composite de type : C600×2 (a), C1200 (b), F300×2 (d), F600 (e).....	36

Figure III.7 : Evolution des propriétés mécaniques en flexion trois points des différents types de composites: module d'élasticité en flexion (a), contrainte à la rupture (b), déformation de flexion (c).....	37
Figure III.8 : Evolution des résistances au choc Charpy des différentes composite polyesters insaturés/PETR	39
Figure III.9 : Résultat du test de dureté SHORE D des différents types de composites.....	40
Figure III.10 : Cinétique d'absorption du composite en immersion dans l'eau distillé à différentes températures : à température ambiante, à 20°C et à 60°C.....	41
Figure III.11: Micrographies électroniques des composites fibres PETR/UPR : préparés à froid (a), préparés à chaud (b).....	44

Liste des tableaux

	Page
Tableau I.1 : Application du PET en fonction de sa viscosité	4
Tableau I.2 : Minimum requis pour la transformation à l'état fondu de paillettes de PET recyclé	11
Tableau II.1 : Caractéristiques de la résin PES O 35N	18
Tableau II.2 : Caractéristiques de l'accélérateur	19
Tableau II.3 : Caractéristiques du catalyseur P MEC 50	19
Tableau II.4. : Paramètres de qualité de la fibre de PET utilisé.....	20
Tableau II.5 : Les caractéristiques des plaques de composite.....	23
Tableau III.1 : Valeurs des constantes de l'ingénieur obtenues par traction	34
Tableau III.2 : Valeurs des constantes de l'ingénieur obtenues par flexion trois points..	38
Tableau III.3 : Les valeurs de résistance au choc de différentes éprouvettes.....	40
Tableau III.4 : Les caractéristiques de diffusion fickienne des différents types de composite à temperature ambiante (20°C).....	42
Tableau III.5 : Les caractéristiques de diffusion fickienne des différents types de composite à temperature (60°C).....	42

Liste des équations

Equation II.1. : La force d'impact.....	26
Equation II.2. : La prise en masse au cours du vieillissement	27

LISTE DES ABREVIATIONS UTILISEES

PET	polyéthylène téréphtalate
Tg	la température de transition vitreuse
TPA	l'acide téréphtalique
DMT	diméthyle téréphtalate
MEG	monoéthylène glycol
PVC	chlorure de vinyle
UPR	résine polyester insaturée
UP	polyester insaturé
PEHD	polyéthylène haute densité
PP	polyoléfines
PPM	partie par million
PETR	polyéthylène téréphtalate recyclé
µm	micro mètre
PMEC	Peroxyde de méthyléthylcétone
Tf	température de fusion
IRTF	infrarouge à transformée de Fourier
E	module de Young
σ_{rup}	contrainte maximale
ϵ_{rup}	déformation à la rupture
IS	Résistance aux chocs
θ	L'énergie d'impact
m_0	Masse initiale de l'échantillon.
m_t	Masse de l'échantillon après un temps t de vieillissement.
M_t	Prise en masse au temps t (en %).
MEB	microscopie électronique à balayage

Introduction générale

Introduction général

Le recyclage est devenu au fil des ans une nécessité écologique et un enjeu économique important, parce que l'utilisation actuelle d'emballage alimentaire, entre autres, est en constante augmentation et qu'elle engendre la production d'une grande diversité de déchets [1]. Le développement de procédés de transformation de matériaux de grande consommation, comme les bouteilles alimentaires, permettra de pallier aux problèmes environnementaux de stockage des déchets.

Le polyéthylène téréphtalate (PET) est un polymère semi-cristallin connu surtout pour son utilisation dans la fabrication de bouteilles de grande consommation. Son intérêt est qu'il présente de bonnes propriétés mécaniques et chimiques. Le recyclage de ce matériau par transformation à l'état fondu a fait l'objet de nombreuses recherches, afin de limiter les processus de dégradation qui conduisent à une perte des propriétés macroscopiques du polymère. Malgré l'intérêt porté à ce matériau, sa reconversion dans le domaine de l'emballage alimentaire reste encore très limitée, puisque ses propriétés après mise en œuvre ne sont pas satisfaisantes pour ce type d'application, la législation régissant la production d'emballages alimentaires étant très stricte notamment pour des raisons de sécurité sanitaire puisque la migration de contaminants issus de la dégradation du matériau par exemple peut nuire à la qualité de l'aliment emballé [1]. C'est pourquoi, d'autres pistes d'exploitations du PET de décharges ont pu voir le jour spécialement sous forme de fibres.

L'Algérie accuse un retard énorme en matière de récupération des déchets. En chiffres, seuls 5% des 13,5 millions de tonnes de déchets produits annuellement sont recyclés, essentiellement pour récupérer du plastique, alors que 60% sont potentiellement recyclables [2].

Notre pays à mis en place une stratégie de préservation de l'environnement au début des années 2000, soutenue par une batterie de lois et de mesures coercitives. Mais, sur le terrain, ces mesures tardent à prendre forme. A cet effet, nous voulons, entant qu'universitaires, contribuer à la prise de conscience et le changement des cultures concernant la protection de l'environnement.

Dans la présente étude, nous voulons développer des matériaux composites à base de résine polyester insaturé synthétisée et de renforts issus du recyclage mécanique de bouteilles en polyéthylène téréphtalate (PET) (l'un des plus grandes sources de déchets plastiques). En sachant que, la résine polyester insaturé est l'une des résines les plus

utilisées dans le domaine des composites en Algérie et il s'avère nécessaire d'offrir de nouvelles perspectives pour ce secteur et cela, du point de vue écologique, économique ou encore applications.

Ce travail comprend trois chapitres :

Dans le premier chapitre, on mettra l'accent sur la valorisation mécanique des bouteilles en PET en fibres de polyester. et l'incorporation de ces fibres comme un renfort pour les matériaux composites à base de résine polyester insaturée.

Dans le deuxième chapitre seront présentées les propriétés des matériaux, leur mode d'élaboration, ainsi que les différentes techniques de caractérisation et les moyens utilisés.

Quant au troisième chapitre, il sera consacré aux résultats d'essais expérimentaux. Il contiendra les résultats des essais préliminaires sur la résine et les charges pour arrêter le processus d'élaboration. Il contiendra, aussi, tous les autres résultats obtenus sur la résine et les matériaux composites correspondant ainsi que leur discussion.

Enfin, nous terminerons par une conclusion générale et des perspectives.

Etude bibliographique

I.1. Introduction

Ce chapitre rassemble les éléments de la bibliographie nécessaire à la réalisation de ce travail, qui consiste à étudier des matériaux composites à base de résine polyester insaturé et de renforts (fibre de PET) synthétisée à partir du recyclage mécanique des bouteilles en polyéthylène téréphtalate (PET)

La première partie de ce chapitre porte sur la présentation de PET et la valorisation mécanique des bouteilles en PET en fibres de polyester.

La deuxième partie est consacrée pour un rappel sur les matériaux composites et l'incorporation des fibres de polyéthylène téréphtalate recyclé (PETR) comme un renfort.

I.2. Présentation du polyéthylène téréphtalate (PET) :

Le poly (oxy-ethanediyl-1,2 oxycarbonyl phenylène carbonyle) est une matière plastique du groupe des polyesters aromatiques. Il est couramment appelé poly éthylène téréphtalate (PET). Le PET est produit entièrement à partir du pétrole ou du gaz naturel [3-4]. La structure chimique du PET est donnée par la figure I-1 suivant:

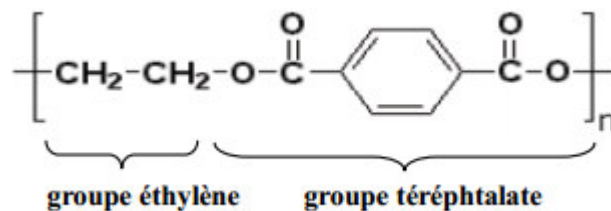


Figure I-1 : Motif de répétition du PET [3].

Le PET est un polymère de grande diffusion utilisé dans de nombreuses applications. La présence d'un groupement rigide dans le squelette de la chaîne a une importance capitale sur la cohésion du polymère. Sa structure chimique lui confère ainsi une grande rigidité. [5-6].

I.3. Propriétés physiques du PET

I.3.1. Viscosité Une des propriétés importante du PET est sa viscosité intrinsèque. Elle dépend de la longueur des chaînes de polymère. Plus les chaînes sont longues, plus le matériau est dur et donc sa viscosité augmente. Selon sa viscosité, le PET ne va pas être utilisé dans le même domaine. Le Tableau I.1 représente les applications du PET en fonction de sa viscosité.

Tableau I.1 : Application du PET en fonction de sa viscosité [7].

Application	Indice de viscosité (ml/g)
Fibres	55-68
Films	57-66
Bouteilles	72-85
Fils industriels	80-90

I.3.2. Cristallisation

La cristallisation du PET est un autre facteur qui a son importance pour la fabrication de fibres. La température de cristallisation du PET est variable (160 – 180°C) et peut dépendre de certains facteurs [8]. Li a montré par exemple, que la température de cristallisation augmentait si le PET est branché, en comparaison avec un PET linéaire, et peut alors atteindre 190°C. D'autre part, les propriétés barrière du PET augmentent avec le taux de cristallinité. Il se situe en général autour de 20-50 %. Il est cependant possible d'obtenir des taux de cristallinité allant jusqu'à 90 % grâce à des traitements sous pression [9].

I.3.3. Hygroscopie

Le PET absorbe naturellement l'eau à hauteur de 0,16 % (Techniques de l'ingénieur). Ce phénomène est d'importance lorsque l'on dépasse la température de transition vitreuse du polymère ($T_g = 75^\circ\text{C}$) : il se produit des réactions d'hydrolyse de la fonction ester au sein du polymère ce qui entraîne une chute du poids moléculaire et de la viscosité, et donc la dégradation partielle du PET.

I.3.4. Dégradation

A des températures élevées (au dessus de la T_g), l'oxygène et l'humidité sont les principaux facteurs qui entraînent pour le PET la réduction de son poids moléculaire et la formation d'un plus grand nombre de groupements terminaux -OH et -COOH. A l'état fondu, le PET subit différents types de dégradation : des dégradations hydrolytiques ou thermiques [10].

I.4. Recyclage et valorisation du PET

Par définition la valorisation est une opération conduisant à la réintroduction d'un déchet dans un circuit de production d'énergie, d'une nouvelle matière, d'un nouvel objet, mais également, de toute opération visant la réutilisation d'un produit fini considéré comme un déchet, dans une application pouvant être différente de celle d'origine.

Au niveau mondial, la fabrication de bouteilles en PET requiert chaque année 2,7 millions de tonnes de ce polymère. [11]. La nécessité de recycler cette matière est devenue une priorité à cause du coût élevé de la matière première. La collecte et le recyclage de ces bouteilles connaissent un taux de croissance étonnant [1]. C'est ce que présente la figure ci-dessous **figure I.2**.

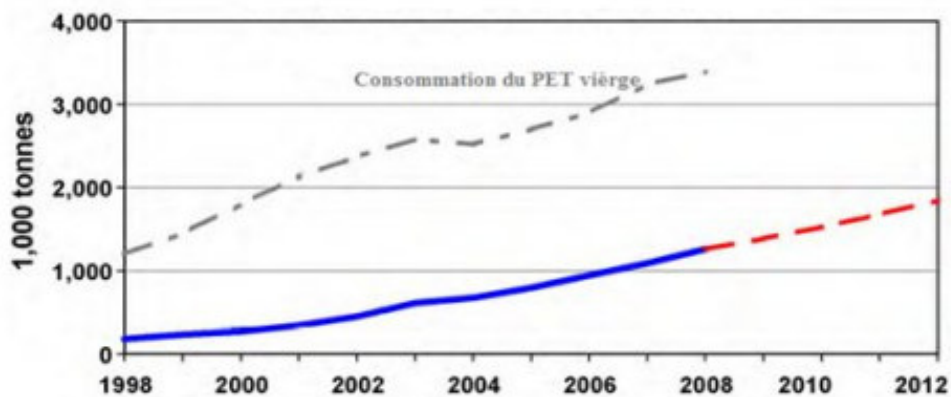


Figure I 2 : Collecte des bouteilles PET en Europe [12].

La valorisation des plastiques est possible par trois méthodes bien distinctes :

I.4.1. Le recyclage chimique

Cette méthode consiste à dépolymériser le PET afin de récupérer ses monomères qui sont principalement l'acide téréphtalique (TPA), le diméthyle téréphtalate (DMT) et le monoéthylène glycol (MEG). La méthode permet aussi d'obtenir des oligomères ($n \leq 8$) par une dépolymérisation partielle du polymère. Le recyclage chimique du PET peut se faire suivant plusieurs procédés: l'hydrolyse, la méthanolyse, ou la glycolyse. En effet, la dépolymérisation du PET est possible mais le gros désavantage de ce mode de valorisation est son coût élevé qui en fait pour le moment une méthode peu utilisée [1]

I.4.2. Valorisation énergétique

Le PET étant produit uniquement à partir de gaz naturel ou de pétrole, sa combustion complète ($800 - 1000^{\circ}\text{C}$) a pour effet de produire de l'oxygène, de l'eau et du dioxyde de

carbone. L'incinération de matières plastiques permet de produire de la chaleur qui est ensuite transformée en énergie électrique ou en vapeur. Le pouvoir calorifique inférieur (PCI) du PET varie entre 13 MJ/Kg (déchets d'emballage) et 45 MJ/Kg (matériau pur), contre 44 MJ/Kg pour le fuel et 29 MJ/Kg pour le charbon [13].

I.4.3. Le recyclage mécanique

Le recyclage matière a pour but d'utiliser les matières plastiques usagées dans la production d'un nouvel objet. Le processus consiste à identifier les différentes sources de déchets du plastique à recycler (en général leurs domaines d'applications), à les collecter, à les trier, à les broyer, puis à les régénérer. La séparation est nécessaire à l'obtention de lots de matière purifiés. Le plastique peut être ensuite transformé en produits finis [14].

Dans cette mode de valorisation, il n'y a pas de destruction majeure de la structure chimique du polymère, tout au plus quelques modifications de ses propriétés physiques. L'inconvénient majeur du recyclage mécanique est la présence d'eau et de contaminants dans le matériau pendant la mise en œuvre, qui engendre ou catalyse les réactions de dégradation responsable de la diminution de masse molaire de la résine recyclée. Les scissions de chaînes sont responsables de la diminution de viscosité du matériau et donc de la perte de ses propriétés mécaniques, du blocage de l'extrudeuse dû à l'oxydation des chaînes dans certaines conditions de mise en œuvre [1-15].

Le schéma suivant représente les trois méthodes de valorisation des matières plastiques citées précédemment :

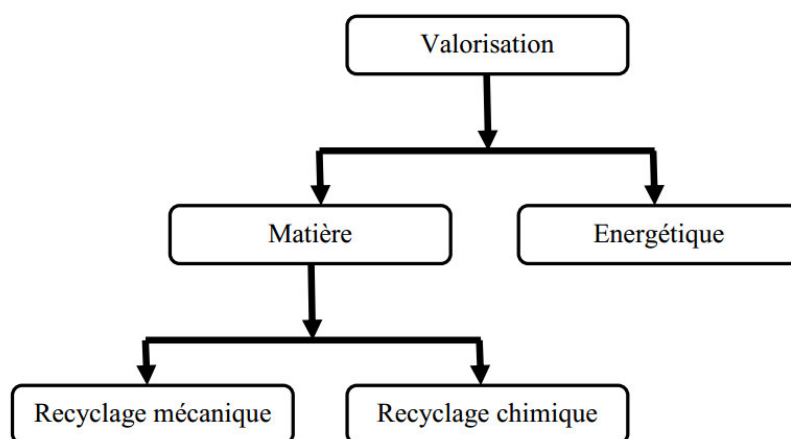


Figure 1.3 : Schéma de principe de la valorisation.

I.5. Contaminants avant recyclage du PET et leurs problèmes

Le problème de contamination constitue l'une des barrières à surmonter lors du recyclage du PET. En effet, la présence de contaminants tels que les traces de poly (chlorure de vinyle) (PVC), les colles, le papier, l'encre, les colorants, les traces des métaux (issus des catalyseurs de synthèse), l'acétaldéhyde et enfin les traces de détergents contribuent largement à la coloration, l'altération des propriétés et enfin à la génération de composés indésirables dans les produits recyclés [16].

I.6. Valorisation mécanique des bouteilles en PET en fibres de polyester

L'unité RETPLAST assure la valorisation des bouteilles en PET collectées en fibres de polyester, l'objet de cette partie est de décrire, le procédé et les différentes étapes de transformation du PET. [17]

I.6.1. Diagramme de valorisation du PET

Le diagramme suivant représente les différentes étapes de procédé de transformation de PET en fibres de polyester.

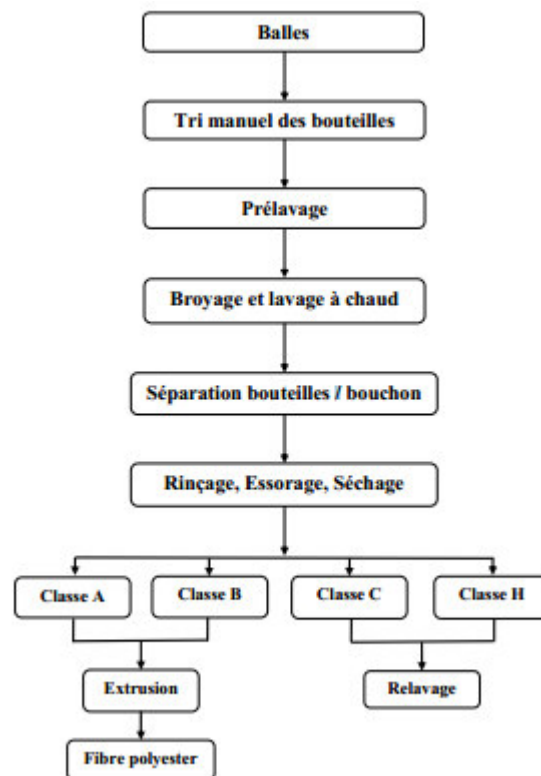


Figure I.4 : Diagramme de valorisation mécanique du PET en fibre. [17]

I.6.2. Préparation des paillètes du PET (recyclage de PET)

I.6.2.1. Collection

Les bouteilles en plastique sont collectées de plusieurs endroits. Elles peuvent provenir des centres de collecte sélective, des chutes de production dans les industries et de points d'apports volontaires. Ces bouteilles en plastique sont rassemblées sous forme d'un grand cube compacté (balles).



Figure I.5 : Stock de balles des bouteilles PET collectées.

I.6.2.2. Déballage (ouverture des balles) et déchiquetage

Les bouteilles compactées sous forme des balles sont dissociées dans un déchiqueteur à vis ou dans un tambour de déballage. Lorsque les déchets sont de taille importante (grosses bouteilles), ils sont déchiquetés par des cisailles rotatives. À l'issue du déchiquetage, appelé aussi prébroyage.

I.6.2.3. Tri manuel des bouteilles

Etape clé dans une stratégie de recyclage du PET, la purification par tri dépend étroitement de la typologie du déchet rencontré et des impuretés et corps étrangers présents dans le flux de déchets. Cette étape s'opère avant le broyage, le tri s'effectue d'une manière manuelle, les impuretés rencontrées sont généralement : PVC, PEHD, les bouteilles huilées, les métaux, PET coloré, le papier.....etc.

I.6.2.4. Prélavage des bouteilles

Cette étape permet le nettoyage des bouteilles, en éliminant les souillures internes et externes (restes de liquide alimentaire, de détergent, de pollutions diverses, organiques et minérales...).

I.6.2.5. Broyage

Au cours de cette opération, le déchet va subir une réduction de taille (écailles) lui permettant d'accepter les traitements ultérieurs dans de bonnes conditions, les broyeurs les plus couramment rencontrés sont les broyeurs à couteaux. Plusieurs lames sont fixées sur un rotor.

I.6.2.6. Prélavage par friction

Le broyé (paillettes) issu de l'étape précédente, subit un lavage par l'eau ainsi, un système de friction à l'aide d'une brosse assure une élimination importante des impuretés non dégagées lors du lavage.

I.6.2.7. Première séparation par densité (flottation)

C'est une étape importante puisqu'elle sépare des paillettes du PET et d'autres impuretés par différence de densité, par exemple ; les bouteilles en PET d'eau ou de soda et les bouchons sont en PEHD ou PP (polyoléfines). Le PET et polyoléfines doivent être séparés car, ils sont de nature chimique différente, la présence de polyoléfines dans les paillettes du PET perturbent le procédé de recyclage, entraînant des défauts de qualité des déchets à traiter et voir même l'impossibilité de production des produits finis. RETPLAST possède un système de séparation qui se déroule dans un bassin d'eau, doté d'un racleur pour faire débarrasser les impuretés.

- **La densité de quelques impuretés**

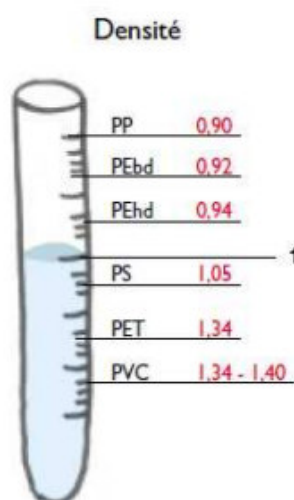


Figure I.6 : Densité de quelques impuretés qui perturbent le recyclage du PET [18].

La séparation du PET et du PVC est très problématique, car ces deux matériaux ont des densités proches. **M. PACI *et al* [19]** ont ainsi démontré que la présence de 100 ppm de PVC dans un lot de PET recyclé peut entraîner une accélération de sa dégradation (thermique, hydrolytique), fragilité mécanique importante « points noirs de dégradation de PVC » et sa décoloration au cours de la transformation à l'état fondu. Cela explique pourquoi la séparation de ces deux polymères est une nécessité.

I.6.2.8. Lavage

Cette étape est cruciale de procédé, le lavage s'effectue dans une cuve pleine d'eau chaude contient de détergent, cette cuve est dotée d'un système d'agitation (vice), qui aide à débarrasser une portion importante des souillures, donc cette étape agit sur le degré de propreté des écailles. A noter que, lors du lavage les facteurs ; température de l'eau, concentration de détergent et le temps de séjour des paillètes dans la cuve influent sur la qualité des écailles, donc cette opération nécessite des conditions opératoires bien définies.



Figure 1.7 : Cuve de lavage.

I.6.2.9. Deuxième séparation par flottation

Cette étape a le même principe comme celle de la première, le but est d'assurer une bonne séparation et d'éliminer presque toutes les impuretés qui peuvent être échappées lors de la première séparation.

I.6.2.10. Rinçage

Ce rinçage s'effectue dans un grand bassin contient une eau propre et un système de malaxage, l'objectif de cette opération est d'éliminer toutes traces d'impuretés restantes.

I.6.2.11. Essorage, tamisage et séchage

Le séchage, couplé à l'étape d'essorage, est le plus souvent pratiqué en flux d'air chaud des résistances électriques permettent la production d'air chaud. Les particules essorées sont agitées mécaniquement par brassage ou en lit fluidisé dans le courant d'air chaud dont la température est réglée en fonction de la nature du polymère traité et de la forme géométrique des particules.

L'étape de séchage est très importante car le PET ne doit pas contenir plus de 200 ppm d'humidité résiduelle [20] pour éviter toute dégradation hydrolytique catastrophique en cours de transformation.

Le but du tamisage est d'avoir des écailles de même taille (paillettes homogènes).

I.6.3. Propriétés nécessaires au PET recyclé

Le recyclage mécanique est quant à lui plus limité, parce que la dégradation du polymère pendant la mise en forme n'est pas encore maîtrisée, Le tableau I.2 précise les propriétés nécessaires au PET recyclé pour être transformé.

Tableau I.2 : Minimum requis pour la transformation à l'état fondu de paillettes de PET recyclé [21].

Propriétés	Valeurs
Viscosité intrinsèque	> 0.7 dl/g
Température de fusion	> 230 °C
Taux d'humidité	< 0.02 % en poids
Taille des paillettes	0.4 < D < 8 mm
Quantité de colorants	< 10 ppm
Quantité de métaux	< 3 ppm
Quantité de PVC	< 50 ppm
Quantité de Polyoléfines	< 10 ppm

I.6.4. Transformation des paillettes du PET en fibres de polyester

Après avoir classé les paillettes, les classes qui représentent un bon produit (A, B) vont subir une transformation en fibres de polyester, le processus de transformation passe par plusieurs étapes :

I.6.4.1. Déshumidification (séchage)

Les effets de l'humidité de l'air sur le PET sont connus. Ainsi, il est nécessaire de travailler avec des taux d'humidité inférieurs à 50 ppm pour tout procédé de mise en œuvre du PET. Si le matériau contient un taux supérieur, des phénomènes nuisibles apparaissent pendant la mise en œuvre telle qu'une diminution de la masse molaire entraînant une augmentation de la vitesse de cristallisation [22]. Pour cette raison, les écailles en PET doivent être séchées avant extrusion afin que le taux d'humidité soit inférieur ou égal à 0,005 % en masse. Le séchage des écailles en PET s'effectue dans une enceinte appelée tank à une température de 130°C-150°C, sachant que, l'opération s'effectue sous vide et le temps de séjour dans le sécheur est de 6 à 8 h.

Le tank est une citerne dotée d'un système d'agitation, chauffage et aspiration de la vapeur (sous vide) qui favorise des bonnes conditions de chauffage et de cristallisation des écailles, il a une capacité de 1 tonne et demi. La figure suivante montre un tank de l'unité de RETPLAST.



Figure I.8 : Tank où se déroule le séchage.

I.6.4.2. Extrusion (extrudeuse mono vis)

L'extrusion monovis est un mode de mise en œuvre permettant de travailler sur le matériau à l'état fondu. L'appareil est constitué d'une vis sans fin qui tourne à l'intérieur d'un fourreau cylindrique réglé en température de 260°C (figure I.6). Le polymère (PET) à

l'état solide (paillettes) issu de séchage est introduit par l'intermédiaire d'une trémie. La zone d'alimentation permet la plastification du polymère. Ensuite, le matériau va être comprimé dans la zone de compression. Cette étape assure un dégazage adéquat du fondu. Enfin, le polymère est homogénéisé dans la zone de pompage. La sortie de l'extrudeuse (filière) donnera la forme finale à l'extrudé. La vitesse de rotation des vis et le profil de température sont des paramètres très importants pour les matériaux extrudés [23].

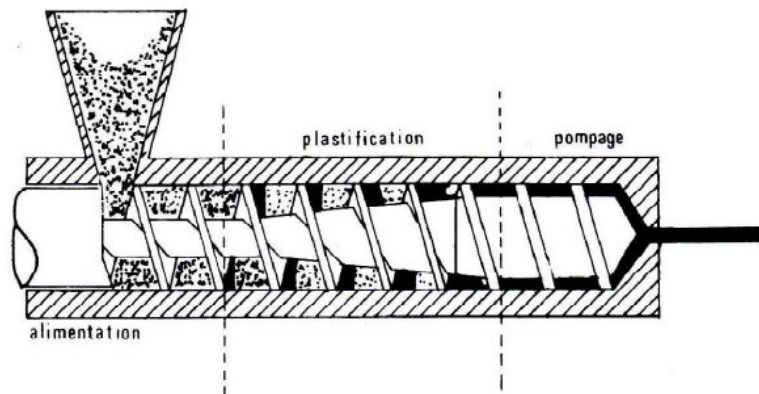


Figure I.9 : Schéma de principe d'une extrudeuse monovis. [23]

I.6.4.3. Filage

Le filage se fait par fusion. Le polymère fondu va préalablement passer au travers de différents filtres qui ont pour but d'éliminer toutes les impuretés du polymère. Il est ensuite envoyé sous pression sur une plaque filière en inox qui comporte de 500 à plusieurs milliers d'orifices calibrés. Chacun d'entre eux est distant de ses voisins de quelques millimètres pour éviter les collages brins à brins lorsque le polymère n'est pas encore refroidi en surface.

I.6.4.4. Refroidissement sous filière

La solidification des filaments individuels est obtenue par une véritable trempe thermique, qui doit assurer une chute rapide de la température des filaments d'une amplitude de 200 °C environ, entre le point de sortie de l'orifice de la filière 260 °C environ et 80 °C (transition vitreuse T_g) sur une longueur de l'ordre du mètre, avant le point de convergence des filaments individuels en un fil qui sera enroulé dans des futs spéciaux. Ce refroidissement est assuré par une puissante soufflerie qui dirige un courant d'air à une température d'environ 20 °C selon une direction transversale par rapport au chemin de filage (c'est-à-dire horizontale).

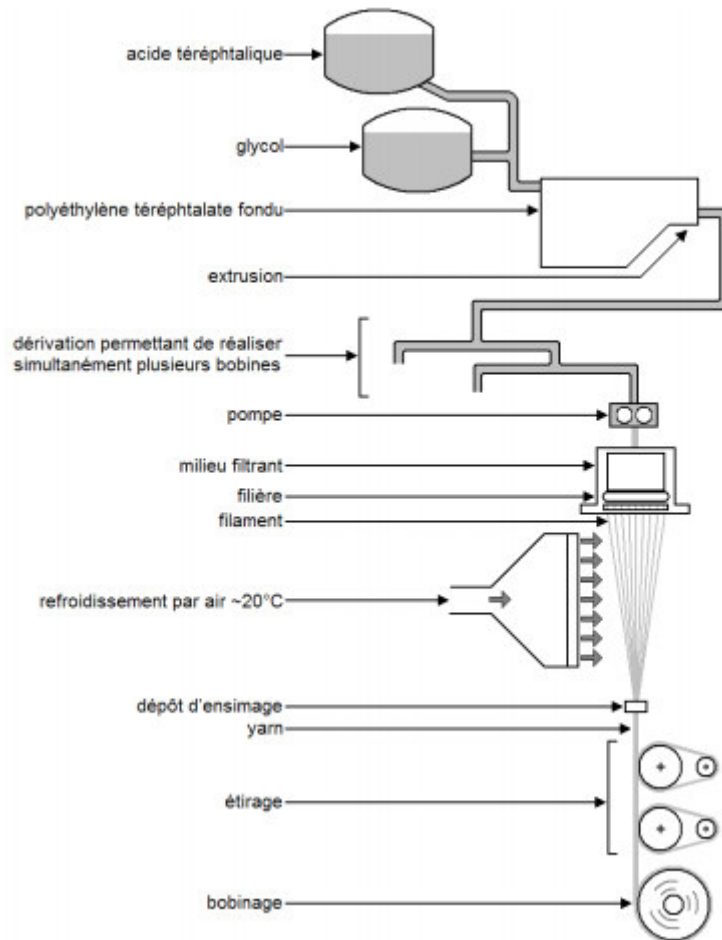


Schéma I.10 : Processus de fabrication des fibres synthétiques (exemple du filage à l'état fondu du polyéthylène téréphtalate). [17]

I.6.4.5. L'ensimage textile

L'ensimage textile est une opération qui permet de protéger les fils et fibres textiles, qui sont soumis durant toute leur élaboration et leur transformation à de multiples contraintes thermiques et / ou mécaniques.

Il consiste à déposer à la surface des fibres un produit complexe dont la fonction est triple : Anti-staticité, lubrification et cohésion inter-brins.

I.6.4.6. Etirage

Le processus d'étirage réduit le diamètre des filaments de 1 ou 2 mm à quelques microns. Il permet de modifier l'arrangement chaotique des molécules longues en une orientation ordonnée suivant l'axe des fibres. Ce changement de forme induit immédiatement des conséquences sur la résistance et le module d'Young des fibres. Le procédé implique le passage des fibres autour d'une série de bobines avec des vitesses de plus en plus élevées pour atteindre un certain taux d'étirage. Il est nécessaire de les étirer à une température

supérieure à la température de transition vitreuse (Usuellement, situe dans la gamme de 90 à 100°C). Celle-ci est déterminée précisément en utilisant soit un manchon chauffant entre les bobines, soit une bobine chauffée.

I.6.4.7. Frisage (Crêpage), séchage et coupe

Pour pouvoir limiter l'aspect des fibres, une augmentation de « voluminosité » est nécessaire. L'opération s'appelle le frisage ou la texturation. Celle-ci consiste à comprimer à chaud le câble pour fibres dans une « boîte friseuse ». Pour occuper tout le volume disponible, les brins se replient sur eux-mêmes, cette ondulation est fixée thermiquement. Le câble continu « frisé » est ensuite séché et coupé pour produire la fibre constituée de brins de quelques centimètres de long, la longueur des brins est ajustée selon l'utilisation finale de la fibre.

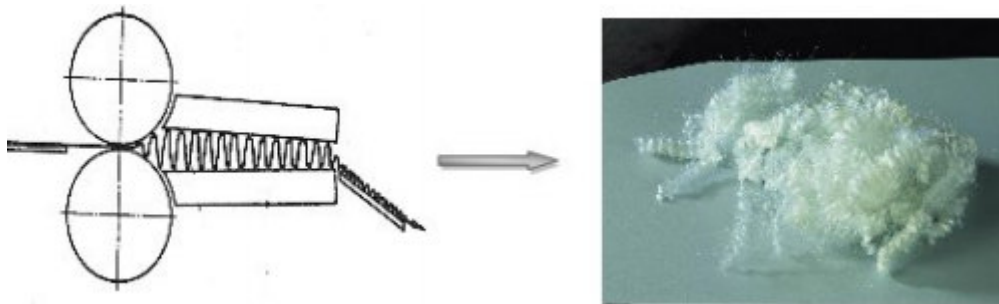


Figure I.11 : dispositif de machine de frisage de fibre (Crimper).

I.6.4.8. Mise en balle

Les fibres de polyester synthétisées durant ce procédé vont être mises en balles pour minimiser leurs volume et d'être vendues pour des industries de textiles.

I.6.5. L'orientation des fibres par étirage

Il est possible de développer la cristallisation par une orientation mécanique des chaînes de polymères [24]. Il résulte de cette orientation par étirage, une très nette amélioration des propriétés mécaniques, induisant une importance technique considérable. De plus, l'étirage de la matière provoque un accroissement très net du module de Young selon l'axe de la fibre alors que l'élongation à rupture est réduite dans les deux directions. Sur le plan structural, on peut considérer que l'étirage provoque une réorganisation de la structure sphérolitique du polymère semi-cristallin et conduit à une orientation privilégiée des chaînes et des lamelles cristallines (figure I.12) [24].

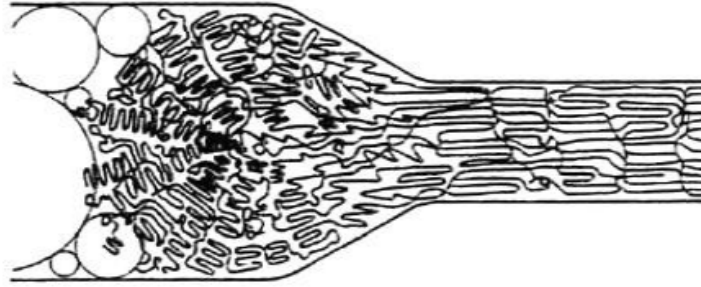


Figure I.12 : Schématisation de l'effet de l'étirage sur la structure des chaînes d'un polymère semi-cristallin [24].

I.6.6. Caractéristiques et propriétés des fibres de PET

La molécule de polyester contient des noyaux aromatiques la rendant moins flexible. La conséquence de cette rigidité moléculaire accrue est une augmentation du module des fibres du polyester [25].

- Le point de ramollissement des fibres PET est approximativement 260°C [26]
- À environ 180°C, la ténacité des fibres PET est d'environ la moitié de sa valeur à la température ambiante.
- Les fibres PET ont une excellente résistance à l'oxydation et à la réduction.
- Les fibres PET ont une haute résistance à la plupart des solvants organiques et hydrocarbures communs.
- La gamme de produits chimiques qui dissolvent les fibres PET aux températures normales ou modérées est limitée.
- Les fibres PET ont une résistance à l'humidité considérablement élevée, dû à leur faible absorption d'eau (0.5%).
- Les fibres PET présentent d'excellentes propriétés telles qu'une résistance à la rupture et un module élastique élevés, une résilience élastique modérée, une bonne résistance thermique et à la lumière [26]

I.6.7. Applications industrielles des fibres de PET

Les fibres PET sont bien connues comme fibres textiles [26]. Les matériaux textiles trouvent naturellement leur place dans la confection des matériaux composites. Au cours de ces dernières années, les fibres de polyester de haute résistance se sont fortement développées et sont de plus en plus utilisées dans les applications industrielles. Ces fibres

sont largement employées pour renforcer le caoutchouc, constituant de base de l'industrie pneumatique [27]. On assiste aujourd'hui à une expansion sans précédent de l'utilisation des fibres synthétiques dans le domaine marin. Traditionnellement ces matériaux sont employés dans les domaines de la plaisance, la pêche et des bateaux de course [28].

I.6.8. Incorporation des fibres PET comme renfort pour matériaux composites

W.Dehas [17] a pu élaborer et caractériser des composites à base de UPR renforcés par fibres PETR courtes.

Wagner et al. [29] ont réalisé une étude visant à optimiser la résilience des composites à fibres courtes de PET en fonction du rapport diamètre/longueur de la fibre.

Kondo et al. [30] ont tenté de renforcer le caoutchouc naturel chargé de silice par des fibres PET modifiées par deux agents de couplage.

Aji et al. [31] ont étudié la possibilité d'utiliser des mats de fibres de PET dans le domaine biomédical et plus particulièrement comme support de principe actif (pansement) pour la restauration des tissus.

Fu et al. [32] ont étudié l'effet de l'incorporation de fibres de PET courtes et de nanocristaux (whiskers) de wollastonite sur les propriétés de la résine poly (méthylvinyl siloxane)

I.7. Conclusion

L'étude bibliographique nous a permis de comprendre les notions nécessaires au recyclage du PET sous forme mécanique du PET sous forme de fibre et l'injection de ces dernières dans des matériaux composites cependant il existe peu de travaux qui traitent le comportement de ce genre de composite à matrice résine polyester insaturé (UPR), très abondante dans l'industrie de la construction de matériaux en Algérie, et également de nature proche de celle du PET

C'est pourquoi, nous nous proposons d'étudier ces matériaux dans un objectif de remplacement de la fibre de verre par la fibre PET.

*Matériaux et techniques de
caractérisation expérimentales*

II.1. Introduction :

L'objectif que nous nous sommes tracés dans ce travail est l'élaboration de matériaux composites à base de résine polyester insaturé (matrice) contenant des mats (renfort) préparées à partir de fibre PET recyclée. Afin de vérifier la qualité et les propriétés du composite préparé.

A cet effet, ce chapitre sera consacré à la présentation des différents produits utilisés pour la réalisation de cette étude et le mode d'élaboration de composite ainsi qu'aux différentes techniques de caractérisation. Nous détaillerons pour chacune d'elle le principe de fonctionnement et l'intérêt qu'elle présente pour la détermination des propriétés du matériau élaboré selon des conditions expérimentales bien choisies.

II.2. Présentation des matériaux

II.2.1. La matrice

Le types de résine polyester insaturée utilisée comme matrice dans ce travail, est une résine orthophtalique non accélérée PES O 35N de MPCPROKIM. Le durcissement de cette résine nécessite l'ajout d'un accélérateur qui est l'Octoate de Cobalt et d'un amorceur qui est une solution de peroxyde, nommée PMEC 50 (solution à 50 % par masse de peroxyde de Méthyl éthyl cétone dans le diméthyl phtalate titrant 9% à 9,2% d'oxygène actif).

Les caractéristiques des produits utilisés sont résumées dans les tableaux II.1, II.2 et II.3

Tableau II.1 : Caractéristiques de la résine PES O 35N.

Aspect	Clair et limpide
Viscosité Brookfield (25°C)	400-600 cps
Extrait sec (35 min à 150°C)	64+/-1%
Indice d'acide	Max 35 mg KOH/g
Pic exothermique	150-165 °C
Densité à 20°C	1.10-1.20 g/cm ³
Temps de gel (20°C)	5-8 min

Tableau II.2 : Caractéristiques de l'accélérateur.

Formule brute	$C_{16}H_{30}CoO_4$
Formule semi-développée	
Poids moléculaire	345,34 g/mol
Densité	1,013 g/cm ³ à 25°C

Tableau II.3 : Caractéristiques du catalyseur PMEC 50.

Formule	$C_8H_{18}O_6$
Masse moléculaire	210,22 g/mol
Densité à 20°C	≈ 1,14 g/cm ³
Oxygène actif	9,0 - 9,2 (% massique)
Température de stockage	25 °C max
Couleur	Claire
Stockage	6 mois

II.2.2. Le renfort

La fibre PET utilisée dans ce travail, nous a été fournie par l'entreprise RET-PLAST, située dans la région de Mezloug-Sétif- et qui est spécialisée dans le recyclage des bouteilles post consommation en PET, sous forme de fibres.

Les paramètres de qualité de la fibre de polyester synthétisée au niveau de RET-PLAST sont résumés dans le tableau II.4.

Tableau II.4. Paramètres de qualité de la fibre de PET utilisé.

Paramètre de qualité	Unité	Recommandation
Couleur	-	Blanche
Ténacité	N/tex	0.4-0.6
Compacité	Nombre de fraises/1cm	5 fraises/1cm
Taux d'allongement	%	15-75
Force de rupture	N	0.22-0.25
Titre	Denier (g/9000m)	6
Longueur	Mm	55-65
Diamètre	µm	15
Module de Young	GPa	≤ 18
Contrainte max	GPa	1.25

II.3.Elaboration des matériaux

II.3.1. Préparation des Mats

Les renforts PETR nous ont été livrés sous forme de fibres discontinues de même longueur (55à 65 mm) et d'un diamètre de 15µm synthétisée au niveau de l'unité RET-PLAST (Sétif). Ces fibres ont été démêlées avec une brosse métallique (Cardas) afin de les rendre plus soyeuses, puis elles sont réparties manuellement dans tous les sens afin d'obtenir une nappe sous forme de mats avec une répartition des fibres le plus possible homogène.

Notons que les fibres PET ont été pesées puis disposé sur une surface bien limitée de 300 x250 mm² afin d'attribuer une masse surfacique au mats. Ces masses surfaciques sont de 300 gr/m² et de 600 gr/m² choisies par analogie avec celles des fibres de verre utilisé dans les composites verre/polyester.

Enfin, un séchage des différents mats a été réalisé dans le but d'éliminer le maximum d'humidité, après quoi, les mats sont prêts à l'emploi (Figure II 1).

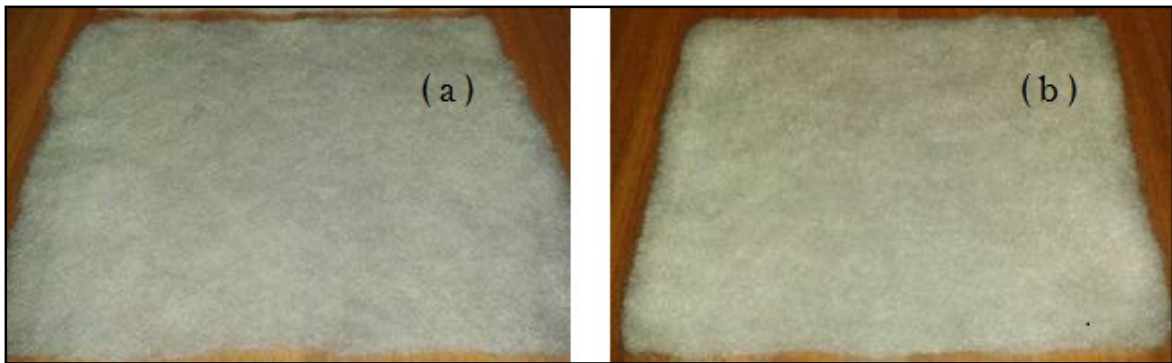


Figure II 1 : Les types des mats préparés par fibre de PET recyclé de masse surfacique (a) 300 g/m^2 ; (b) 600 g/m^2 .

II.3.2. Elaboration des éprouvettes de résine

L'élaboration des éprouvettes de résine a été faite à température ambiante en introduisant dans la résine non accélérée 1% de cobalt et 2% de PMEC 50 conformément aux indications des fiches techniques des fournisseurs. La transformation de la résine est effectuée par coulée dans des moules en silicone conçus selon les dimensions requises par les normes ISO 527 pour la traction (figure II.2a), NF T 51-001 pour la flexion (figure II.2b) et pour le choc type CHARPY non entaillée (figure II.3c). Après conditionnement à température ambiante pendant 24 heures, les éprouvettes sont démoulées et subissent par la suite une post cuisson à 40°C pendant 16 heures d'après l'étude de **Perrot [33]** qui a confirmé que l'utilisation d'un tel conditionnement permet d'obtenir un état de réticulation reproductible et représentatif de celui rencontré à l'échelle industriel.

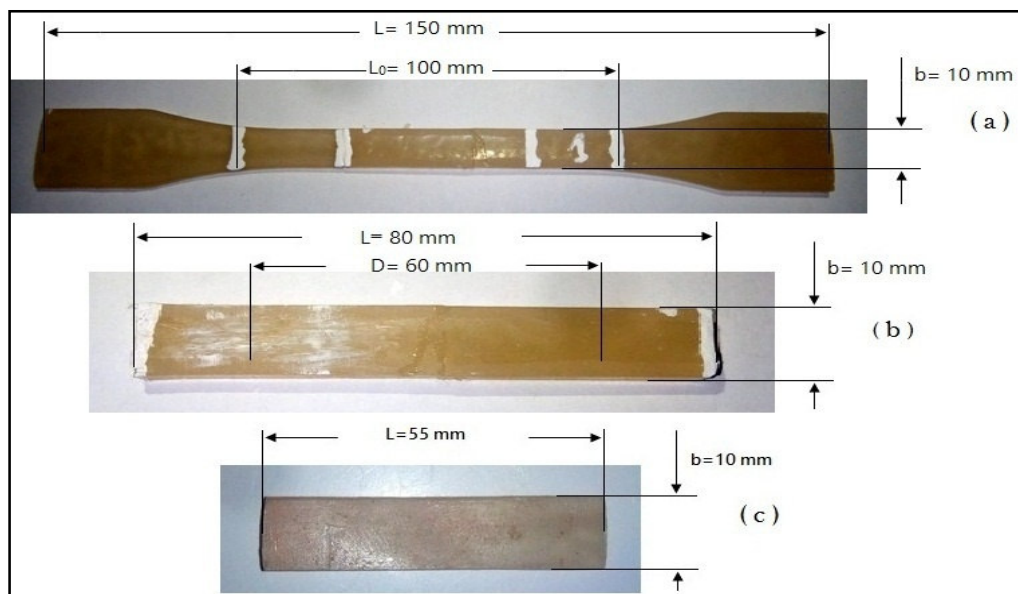


Figure II.2 : Eprouvettes d'essais en résine seule, (a) éprouvette de traction avec $h=3\text{mm}$, (b) éprouvette de flexion avec $h=4\text{mm}$, (c) éprouvette de choc CHARPY avec $h=3 \text{ mm}$.

II.3.3. Préparation des éprouvettes composites

Pour les renforts fibre PETR, nous avons considéré des plaques composites à deux plis mats (30% de mat pour chaque pli)

Nous avons, élaboré deux types différents de plaques en composite fibre PETR (mat)/résine UP de dimensions (300×250) mm². Le procédé utilisé est le moulage au contact.

II.3.3.1. Préparation de plaques composite à froid

Deux plaques sont préparées à froid (plis presser à froid), une à deux plis mats de grammage 300 g/m² et l'autre à un seul pli mat de grammage 600 g/m².

Les trois mats destinés aux préparations de ces plaques ont été pressées dans une presse manuelle du type CARVER model 3856CE S/N 3856-490 made in USA. Le processus de moulage des mats d'une épaisseur moins épais (diminuer le volume libre entre les fibres de mat), à été effectué à une température de 80°C ($\approx T_g$ de PET-R) et sous une pression égale à 11 tonnes. La durée du moulage a été de 20 minutes pour confirmer une bonne pression.

Après application d'une couche de cire de démoulage sur une plaque lisse et rigide en bois, un empilement des différentes couches mats est réalisé en les imbibant de résine et en compactant manuellement à l'aide d'un rouleau débulleur jusqu'à obtention de la séquence désirée.

II.3.3.2. Préparation des plaques composite à chaud

Deux plaques sont préparées à chaud (plis presser à chaud), une à deux plis mats de grammage 600 g/m² et l'autre à deux plis mat 300 g/m² et un pli 600 g/m².

Ces plis sont pressés par moulage en compression dans une presse manuelle du type CARVER model 3856CE S/N 3856CE S/N120030 assambled in USA. Le processus de pressage des mats, a été effectué à une température de 230°C (T_f de PETR) et sous une pression égale à 8 KN/m² afin obtenir des mats plus fins que ceux obtenus à froid. Leurs épaisseurs sont comprises entre 1 à 2 mm. Le pressage a duré 2 minutes pour assurer une fusion de la surface de mat. A leur sortie de la presse, les mats sont directement empilés et imbibés de résine puis, compactés manuellement à l'aide d'un rouleau débulleur jusqu'à obtention de la séquence désirée.

Matériaux et techniques de caractérisation expérimentales

Il faut signaler que le choix du taux de fibre PET dans le composite a été fait initialement par analogie avec le taux des fibres de verre dans les composites polyesters. Cependant, nous avons constaté une mauvaise mouillabilité de la fibre PET, ce qui nous a conduit à travailler à des taux supérieurs assurant une bonne répartition de la résine dans le composite. Les caractéristiques des plaques de composite préparées sont résumées dans les tableaux II.5.

Tableau II.5 : Les caractéristiques des plaques de composite.

Nom de plaque	Méthode de préparation	Nombre des plis	Grammage des plis	Taux de fibres PETR
F 300×2	Froid	2 plis	300 g/m ²	8.1%
F 600	Froid	1 pli	600 g/m ²	13.4%
C 600×2	Chaud	2 plis	600 g/m ²	23.7%
C 1200	Chaud	2 plis	300 g/m ²	30.3%
		1 pli	600 g/m ²	

Après, toutes les plaques composites élaborées sont conditionnées à température ambiante pendant 24 heures puis, démoulées et subissent par la suite une post cuisson à 40°C pendant 16 heures d'après l'étude de **Perrot [33]** qui a confirmé que l'utilisation d'un tel conditionnement permet d'obtenir un état de réticulation reproductible et représentatif de celui rencontré à l'échelle industriel.

A partir des plaques élaborées par le procédé à chaud et à froid, des éprouvettes normalisées sont découpées, à l'aide d'un disque diamanté sous un jet d'eau, selon les normes ISO 527 pour la traction (figure II.3a) et NF T 51-001 pour la flexion trois points (figure II.3b) et le choc de type CHARPY (figure II.3c). Après la découpe, les éprouvettes sont ébavurées par un léger ponçage, puis nettoyées et séchées de nouveau.

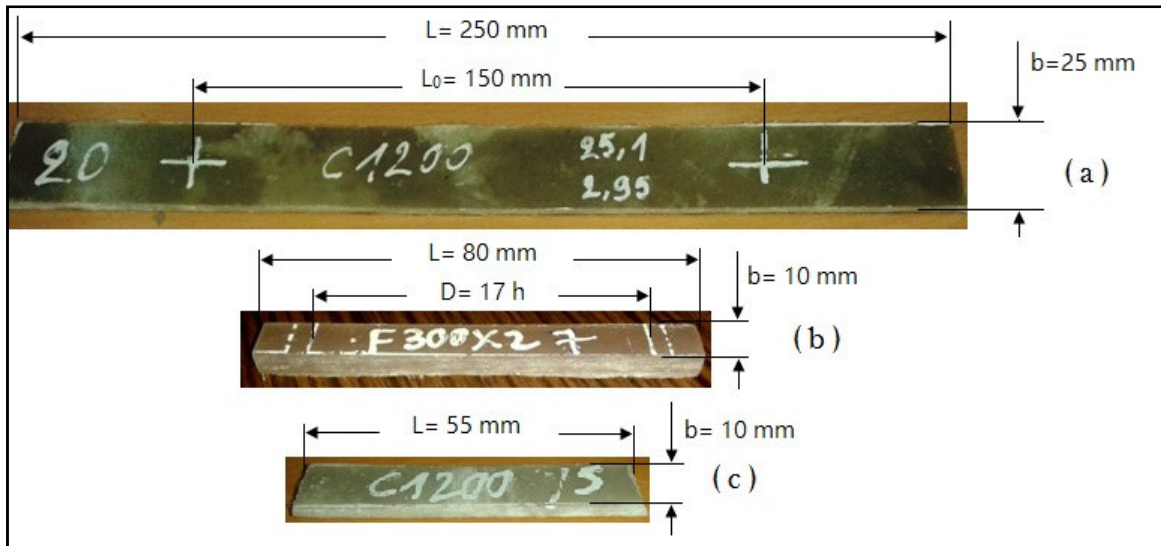


Figure II.3 : Éprouvettes d'essais en matériau composite, (a) éprouvette de traction avec, (b) éprouvette de flexion et (c) éprouvette de choc CHARPY.

Il faut remarquer que l'ensemble des plaques élaborées, que ce soit à chaud ou à froid, présentent des défauts sous formes de vides ou des bulles d'air et cela est dû à la médiocrité de la méthode d'élaboration (moulage au contact).

La découpe de ces plaques par disque diamanté a engendré des défauts aux éprouvettes sous forme des fissures visuels qui vont certainement affectées les propriétés mécanique du composite, comme c'est présenté dans la figure II.4.



Figure II.4 : Eprouvette de composite à des fissures visuelles à l'œil nues.

II.3.3.3. Préparation des films

Pour la préparation des films destinés à la spectroscopie infrarouge, on a utilisé la même méthode de préparation de composite mais avec une toute petite quantité de fibres PET mouillées de résine polyester et en pressant entre deux plaques.

II.4. Méthodes de caractérisation

II.4.1. Analyse chimique par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier

Des analyses infrarouges ont été réalisées sur un spectromètre infrarouge à double faisceaux et à transformé de Fourier du type Perkin Elmer 1000. Cette méthode permet d'obtenir des informations sur les liaisons chimiques existant au sein du matériau. En effet,

Matériaux et techniques de caractérisation expérimentales

lorsque la fréquence de radiation est identique à la fréquence propre de la molécule, cette dernière change d'état et produit sur le spectre une bande d'absorption.

Ces spectres sont réalisés en transmission sur une gamme de nombres d'ondes comprise entre 400 et 4000 cm^{-1} .

Pour déterminer la nature chimique des interactions entre le renfort et la résine dans le composite, une analyse de ce dernier par FT-IR est réalisée avec une résolution de 8 cm^{-1} en absorbance. La méthode consiste à mettre un film fin de composite entre deux pastilles de KBr préparées à l'aide d'une presse manuelle et d'envoyer sur l'échantillon un rayonnement infrarouge.

Afin de vérifier les transformations chimiques produites lors de l'utilisation des mats chauds et des mats froids, les différents films élaborés sont analysés en absorbance avec la résolution citée précédemment.

II.4.2. Essai mécanique de traction

Les essais de traction sont effectués sur une machine Zwick/Roell Z250, la cellule de charge (dynamomètre) est reliée à une chaîne d'acquisition qui permet l'enregistrement simultané du temps, du déplacement, de la charge et la déformation. Les informations sont stockées et traitées par ordinateur à l'aide du logiciel TestXpert V9.01.

Les éprouvettes de traction sont testées dans les conditions normales de température et de pression avec une vitesse d'élongation de 2 mm/min selon la norme ISO 527 et les déplacements sont mesurés à l'aide d'un extensomètre placé sur la partie calibrée de l'éprouvette.

Les dimensions des éprouvettes sont mesurées avant l'essai et introduites dans le programme de mise en marche. Le logiciel de commande de la machine permet d'accéder directement au module de Young (E), à la contrainte maximale (σ_{rup}) et à la déformation à la rupture (ϵ_{rup}). Une série de cinq éprouvettes est requise aussi bien pour la résine que pour chaque type de composites.

II.4.3. Essai mécanique de flexion trois points

La flexion a été sélectionnée parce qu'en pratique ces composites étudiés sont sollicités, surtout, en flexion. Les essais de flexion sont menés sur la même machine Zwick/Roell Z050 presque comme celle utilisée en traction en changeant seulement le dispositif du

montage d'essai. La distance entre appuis choisie assure un élançement égal à 17h. Ils sont réalisés dans les mêmes conditions (nombre d'éprouvettes, température d'essai et vitesse de charge) que les essais de traction et testées en mettant la panne centrale sur la face gelcoatée (lisse).

II.4.4. Essai mécanique de choc type CHARPY

Le choc résulte de l'application d'une sollicitation mécanique à grande vitesse et à énergie élevée, engendrant la rupture de l'éprouvette en une fraction de seconde. Il permet de juger, dans des conditions expérimentales données, de la fragilité d'un ensemble de matériau-éprouvette, la fragilité résultant davantage du faible allongement que de la faible énergie de rupture. Le résultat dépend du processus de relaxation moléculaire associé au temps de rupture et à une température, ainsi que de la géométrie (entailles en U ou en V) et de l'hétérogénéité (défauts) qui engendrent des concentrations de contraintes dépendant, du type, de la forme et du pourcentage de renfort.

La résistance au choc a été déterminée à température ambiante (23°C) selon la procédure décrite dans la norme ASTM D-256 méthode (A). Les dimensions moyennes des échantillons sont 55 x 10 mm².

Des essais ont été effectués en utilisant une machine Zwick équipée d'un pendule 7,5 kg. Avant les tests, les échantillons ont été séchés.

La force d'impact est déterminée comme suit :

$$IS = \frac{\theta}{h \times b} \quad (\text{II.1})$$

Avec :

IS : Résistance aux chocs (KJ/m²)

h : L'épaisseur de l'échantillon (m)

b : largeur de l'échantillon (m)

θ : L'énergie d'impact (KJ)

II.4.5. Test de dureté

Le principe de ce test est l'application d'une force par l'intermédiaire d'un ressort étalonné, ce qui conduit à l'enfoncement d'un pénétrateur défini dans le matériau à essayer. La profondeur de pénétration varie en sens inverse de la dureté. Le déplacement du pénétrateur est lu sur une échelle de mesure, graduée de 0 à 100, de façon à ce que le repère 100 corresponde à une pénétration nulle et le repère 0 à la pénétration maximale autorisée par l'appareil (afnor T51-109).

L'appareillage, un duromètre shore D model SLX comporte essentiellement les parties suivantes :

- un pied presseur, d'une dimension au moins égale à celle d'un cercle de 6 mm de rayon, percé en son centre d'un trou de 2,5 à 3,5 mm de diamètre.
- un pénétrateur constitué d'une barre en acier trempé, de forme et de dimension

II.4.6. Essai de vieillissement hygrothermique

Cet essai est l'une des méthodes les plus utilisées pour suivre l'absorption des liquides par un matériau. Il est utilisé pour simuler un vieillissement naturel et mettre en évidence les défauts liés à l'absorption. Il consiste à suivre l'évolution de la masse des échantillons vieillissants en fonction du temps.

Les échantillons sont, tout d'abord, marqués, pesés, puis immergés dans les bacs d'eau distillée pour vieillir à la température voulue. Les échantillons sont sortis des bacs de vieillissement, essuyés par un chiffon doux en surface, puis pesés en utilisant une balance de type Precisa (XT 220A) qui permet une précision de mesure de 0,1 mg, avant d'être remis dans l'étuve. Cette opération est faite d'une manière régulière, tous les jours. En se référant à la masse initiale de chaque échantillon, la valeur de la prise en masse (en % par rapport à la masse initiale) au cours du vieillissement est calculée comme suit :

$$\mathbf{M_t = \frac{m_t - m_0}{m_0} \times 100} \quad \mathbf{(II.2)}$$

Où :

m_0 : Masse initiale de l'échantillon.

m_t : Masse de l'échantillon après un temps t de vieillissement.

M_t : Prise en masse au temps t (en %).

Matériaux et techniques de caractérisation expérimentales

Une étuve est utilisée pour permettre de contrôler parfaitement et avec précision la température du test. La température de notre premier test a été fixée à $60^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ et à température ambiante pour le deuxième. Ces conditions ont été choisies en se basant sur la référence [34]

II.4.7. Observation par microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage renseigne sur la morphologie de surface des échantillons pour caractériser la microstructure de notre matériau et étudier l'effet de traction sur l'interface fibre/matrice des composites. Des photos MEB ont été obtenues avec un appareil de type HITACHI S-4800 équipé d'une platine Peltier motorisée ($-5^{\circ}\text{C} + 55^{\circ}\text{C}$), une caméra infrarouge, un micro injecteur et un micromanipulateur. Avant analyse, une étape de métallisation au carbone est nécessaire pour augmenter la conductivité et permettre d'acquérir les images. Les caractéristiques techniques sont les suivantes : résolution de 1 nm à 15 kV ; faible énergie permettant d'avoir un faisceau quasi monochromatique ; échantillons jusqu'à 50 mm de diamètre.

Résultats et discussions

III.1. Introduction :

Les résultats obtenus à partir des différents tests effectués sur les composites fibres PETR/UPR sont présentés et discutés dans ce chapitre. L'évolution des caractéristiques mécaniques, structurales, moléculaires, et morphologiques des composites est exprimée en fonction du nombre des plis et taux des fibres PETR.

III.2. Caractérisation des composites fibres PETR/UPR par analyse IRTF :

Le spectre IRTF de la fibre PETR est représenté par la figure III.1. Il révèle la présence des vibrations d'élongation des groupements hydroxyles entre 3600 et 3200 cm^{-1} ainsi que, celles des CH aromatique entre 3080 et 3000 cm^{-1} et symétrique et asymétrique des C-H du groupement $-\text{CH}_2$ aliphatiques à 2970 et 2830 cm^{-1} . D'autre part, on observe aussi une forte bande vers 1720 cm^{-1} caractéristique du groupement carbonyle du PET et les bandes de vibration du cycle aromatique vers 1577 , 1504 et 1470 cm^{-1} . La bande se trouve à 1050 cm^{-1} est assignée à la vibration de déformation de la liaison C-O du polyester [35].

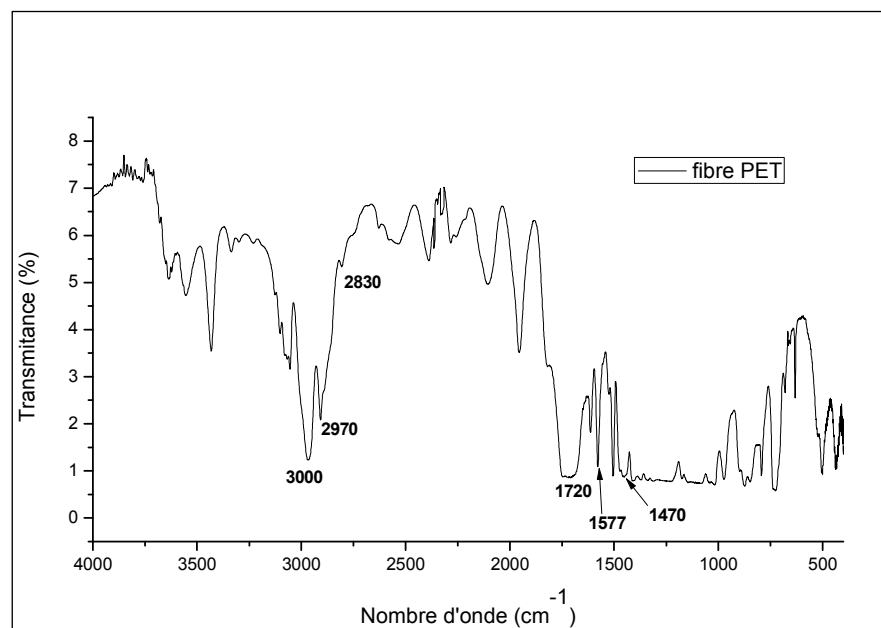


Figure III.1 : Spectre IRTF de la fibre PETR

Le spectre IRTF de la résine polyester insaturé, représenté par la figure III.2, montre une large bande caractéristique des vibrations d'élongation des groupements hydroxyles entre 3600 et 3200 cm^{-1} . Les vibrations d'élongation des CH aromatiques sont observées entre 3090 et 3000 cm^{-1} , alors que celles des CH aliphatiques sont détectées entre 2990 et 2850 cm^{-1} , approximativement. D'autre part, une forte bande est observée vers 1720 cm^{-1} et est caractéristique du groupement carbonyle du polyester alors que les bandes de vibrations

du cycle aromatique sont repérées vers 1600, 1504 et 1470 cm^{-1} . La région comprise entre 1400 et 1000 cm^{-1} est particulièrement complexe car elle est riche en bandes et contient la vibration de déformation de la liaison C-O du polyester [35].

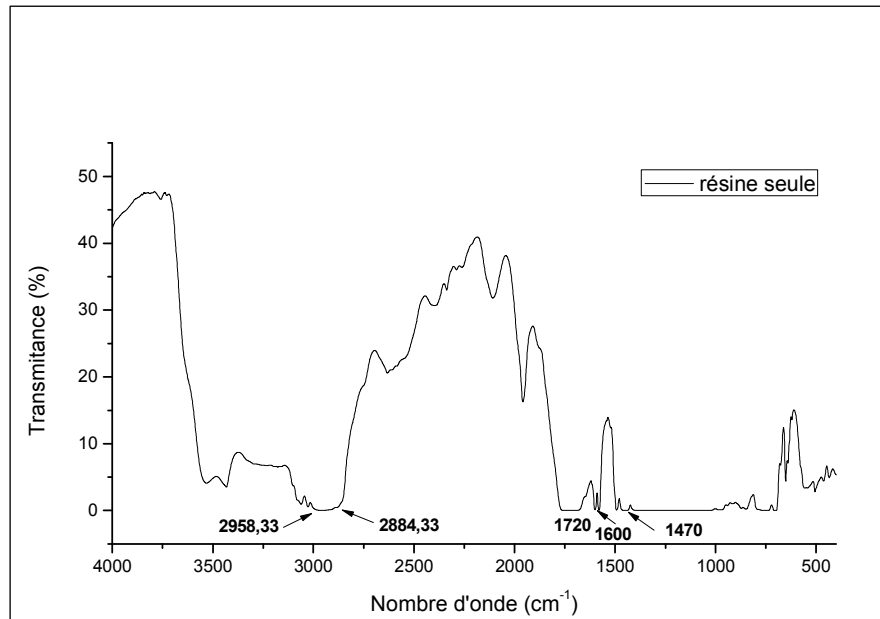


Figure III.2 : Spectre IRTF de la résine polyester insaturé.

Le spectre IRTF de composite fibre PETR/UPR est reporté sur la figure III.3, Il est parfaitement identique à ceux de la fibre PETR et de la résine polyester insaturés car il s'agit de la même structure chimique. La similitude de structure de la matrice UPR et la fibre PET permet d'anticiper l'existence d'interactions favorable à une bonne adhésion entre les deux constituants du composite, sans qu'il y ait nécessité d'un quelconque traitement des fibres.

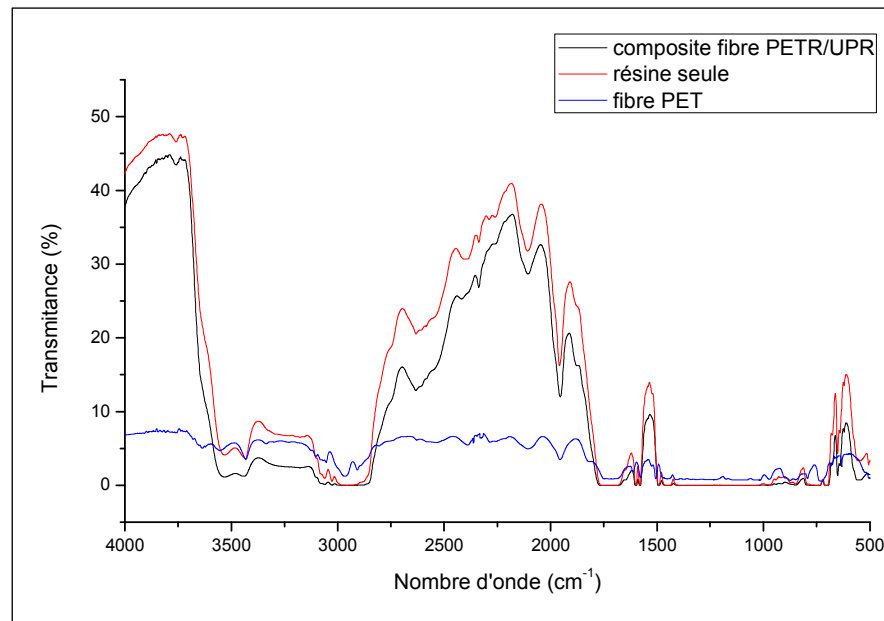


Figure III.3 : Spectres IRTF de : UPR, composite fibre PETR/UPR, fibre PETR.

III.3. Essais de traction

Les essais mécaniques en traction sont réalisés pour obtenir les valeurs des constantes de l'ingénieur à savoir, le module d'élasticité, la contrainte à la rupture et la déformation à la rupture. Ces essais sont effectués en déplacement contrôlé avec une vitesse de 2 mm/min à température ambiante aussi bien pour la résine que pour le composite.

Les courbes contraintes/déformation de la résine seule ont une évolution qui traduit un comportement quasi linéaire. De même pour le comportement des différents types de composite, les courbes obtenues traduisent toutes un comportement linéaire en début de chargement puis non linéaire par la suite jusqu'à la rupture, sauf pour le composite F 600 qui a un comportement linéaire en début, puis non-linéaire jusqu'au sommet de la courbe. Cela, correspondant à la rupture progressive du pli de mat, quant à la suite, une chute brutale de la contrainte est enregistrée jusqu'à la rupture.

L'ensemble des courbes montrent que les différentes formulations utilisées pour les composites ont un effet sur la rigidité de la résine ainsi que sur la résistance ultime (figure III.4)

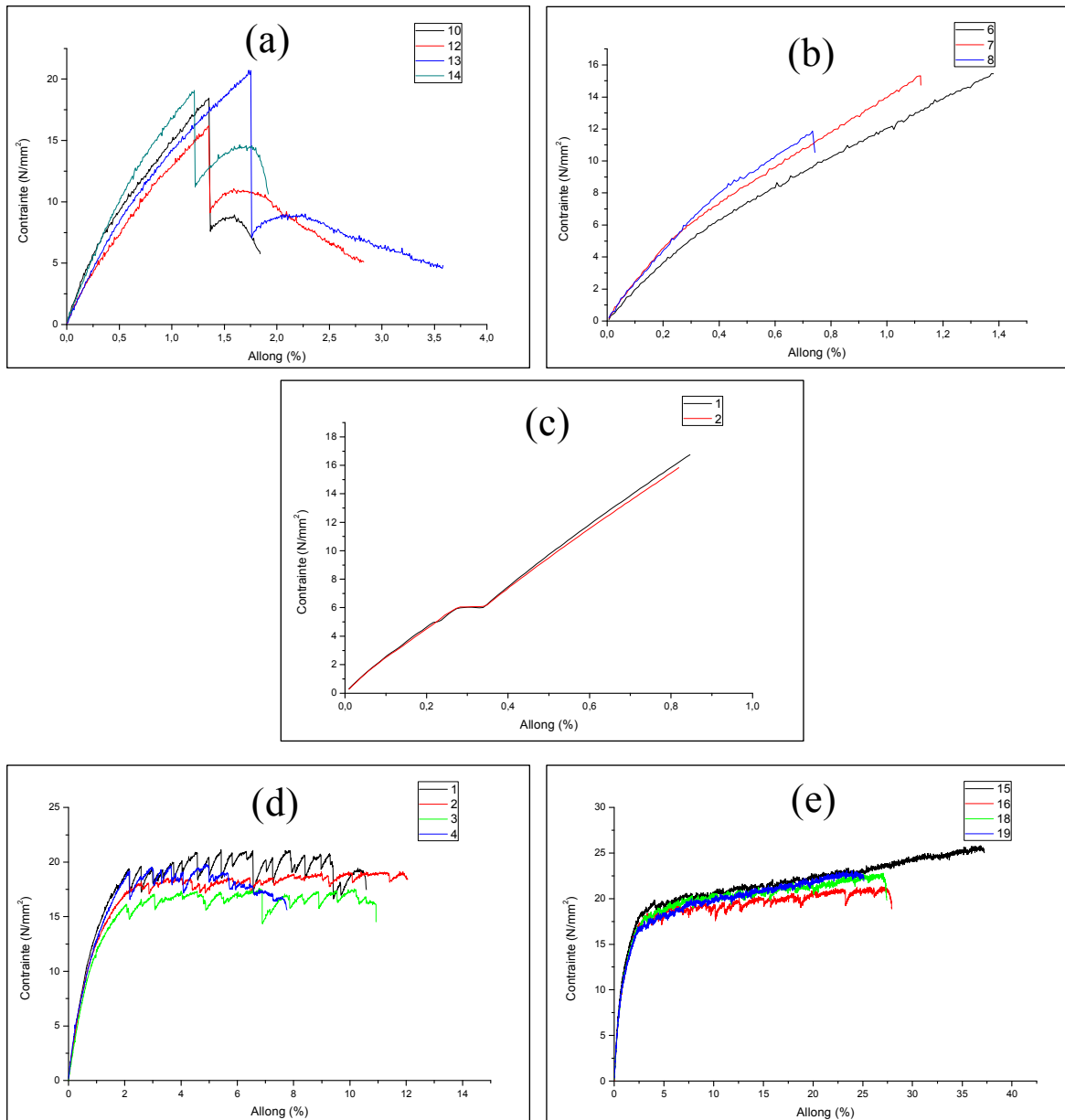


Figure III.4 : Courbes contrainte/déformation en traction de : résine seul (c) et composite de type : F600 (a), F300×2 (b), C600×2 (d), C1200 (e).

Pour une meilleure distinction, l'allure générale des courbes obtenues pour les différents types de composite traduit deux phases bien distinctes de comportement : la première est linéaire et traduit le comportement global de composite avant toute apparition d'endommagement. Quant à la seconde phase, non linéaire, elle traduit la fissuration transversale progressive des plis mats. On remarque que le domaine non-linéaire paraît plus large que le domaine linéaire. On remarque, également, que le taux de fibre et la méthode de préparation de composite affecte un peu la résistance ultime et la déformation à la rupture.

Sur la base de ces résultats, nous avons pu illustrer par la figure III.4 l'évolution du module d'élasticité, de la contrainte à la rupture et de la déformation à la rupture de résine seul et de différents types de composites.

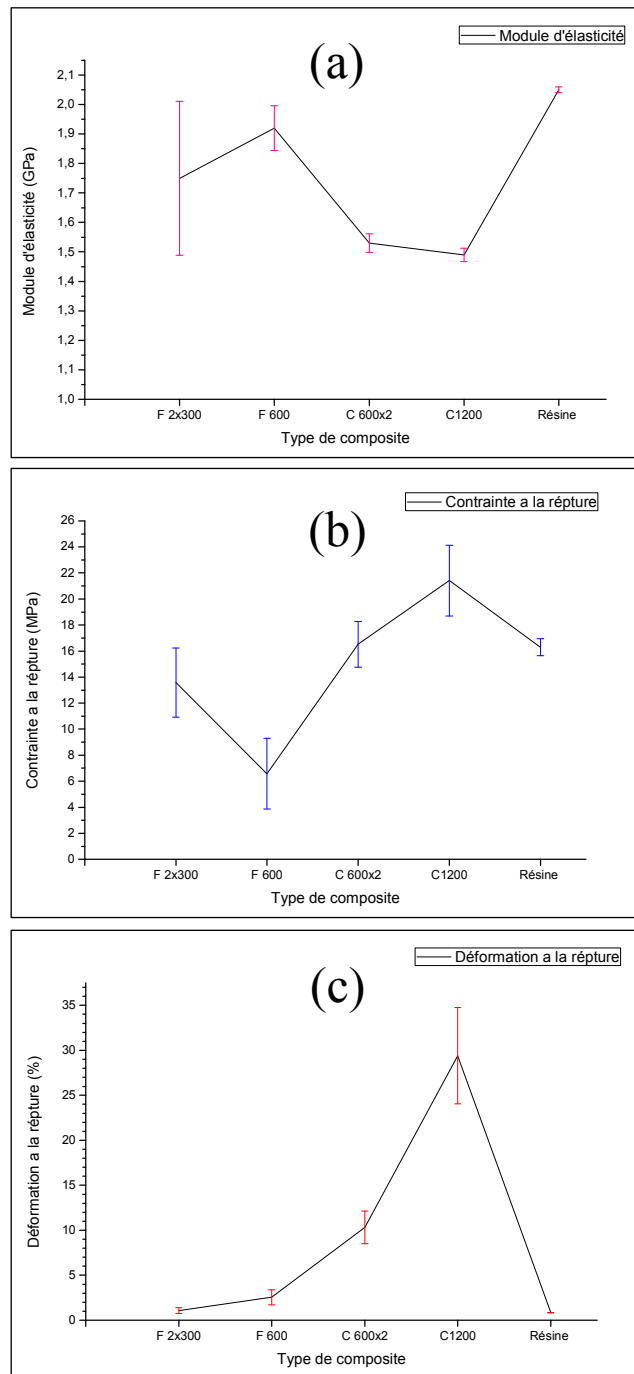


Figure III.5 : Evolution des propriétés mécaniques en traction des différents types de composites: module d'élasticité (a), contrainte à la rupture (b), déformation à la rupture (c).

D'après la figure III.5, la variation de contrainte à la rupture en fonction du type de composite (taux de fibres), montre une augmentation notable de la contrainte à la rupture du composite C600x2 et C1200, suivie d'une diminution pour F 300x2 et F 600. Lorsque

les fibres sont présentes en taux élevés et la préparation de composite est réalisée à chaud, elles assurent une plus forte interaction et un meilleur transfert de contraintes entre les deux phases de composite. Cependant lorsque les fibres PETR sont introduites à des concentrations faibles des défauts apparaissent dans le matériau et deviennent responsable d'un mauvais transfert de contrainte et de la rupture fragile des composites apparaît net.

Comme le montre la variation de la déformation, nous avons constaté une augmentation significative de la déformation à la rupture d'une valeur de 0,83% pour la résine UP, à 1,08%, 2,54%, 10,33% et 29,41% pour les composites F300×2 F 600 C 600×2 C 1200 respectivement. Ceci est attribué au fait que les fibres de forte allongement (15 à 75%) créent des interactions avec la matrice UPR. Pour cela, le composite devient un peu flexible. Par contre la variation du module d'élasticité, affirme une diminution du module d'élasticité par rapport à l'augmentation du taux de fibre. Donc l'augmentation du taux de fibre PET influence l'élasticité de la résine.

Pour mieux quantifier les propriétés mécaniques en traction, l'ensemble des résultats obtenu pour les différents matériaux élaborés est résumé dans le tableau III.1.

Tableau III.1 : Valeurs des constantes de l'ingénieur obtenues par traction.

C 600×2	1	2	3	4	Moyenne	Ecartype
contrainte à la rupture (N/mm ²)	17,47	18,45	14,53	15,63	16,52	1,7682006
déformation(%)	10,58	12,05	10,93	7,76	10,33	1.8244451
module d'élasticité (GPa)	1,53	1,53	1,53	1,53	1,53	0
F 300×2	6	7	8	9	Moyenne	Ecartype
contrainte à la rupture (N/mm ²)	15,45	14,73	10,53		13,57	2,65721659
déformation(%)	1,38	1,12	0,74		1,08	0,32186954
module d'élasticité (GPa)	1,67	1,83	1,85		1,75	0,098657
F 600	10	12	13	14	Moyenne	Ecartype
contrainte à la rupture (N/mm ²)	5,77	5,11	4,81	10,62	6,5775	2,7246697
déformation(%)	1,84	2,83	3,58	1,92	2,5425	0,82463628
module d'élasticité (GPa)	1,87	1,97	1,92		1,92	0,05
C 1200	15	16	18	19	Moyenne	Ecartype
contrainte à la rupture (N/mm ²)	25,03	18,89	19,84	21,92	21,42	2,71903169
déformation(%)	37,22	27,91	27,42	25,1	29,4125	5,34734436
module d'élasticité (GPa)	1,49	1,49	1,49		1,49	0
résine seule	1	2			Moyenne	Ecartype
contrainte à la rupture (N/mm ²)	16,75	15,83			16,29	0,65053824
déformation(%)	0,85	0,82			0,835	0,0212132
module d'élasticité (GPa)	2,05	2,05			2,05	0

III.4. Essais de flexion trois points

Pour ce qui est des résultats de la flexion trois points sur des éprouvettes de résine et des différents composites, nous présentons la figure III.6. Ces essais sont effectués en même condition que nous utilisons pour l'essai de traction.

Les courbes charge/déplacement de la résine seule sous flexion trois points ont une évolution traduisant un comportement quasi linéaire.

Pour ce qui est du comportement du composite sous flexion trois points, les courbes de charge/déplacement traduisent toutes trois phases : une première phase linéaire élastique en début de sollicitation, une deuxième phase non-linéaire jusqu'au sommet de la courbe, correspondant à la rupture progressive du pli. Quant à la troisième phase, elle se situe au-delà du sommet de la courbe. La chute brutale de la charge enregistrée, juste après le sommet, correspond à la rupture du pli suivi d'une résistance moins importante correspondant à la présence des ponts de fibres mats assurant le maintien de la structure du composite (figure III.6).

Il faut noter que la chute brutale enregistrée pour les composites est plus accentuée pour ceux élaborés à froid par rapport à ceux élaborés à chaud. Cela confirme la formation d'interaction entre la fibre et la résine polyester dans le cas de la procédure à chaud évitant la rupture brutale du matériau.

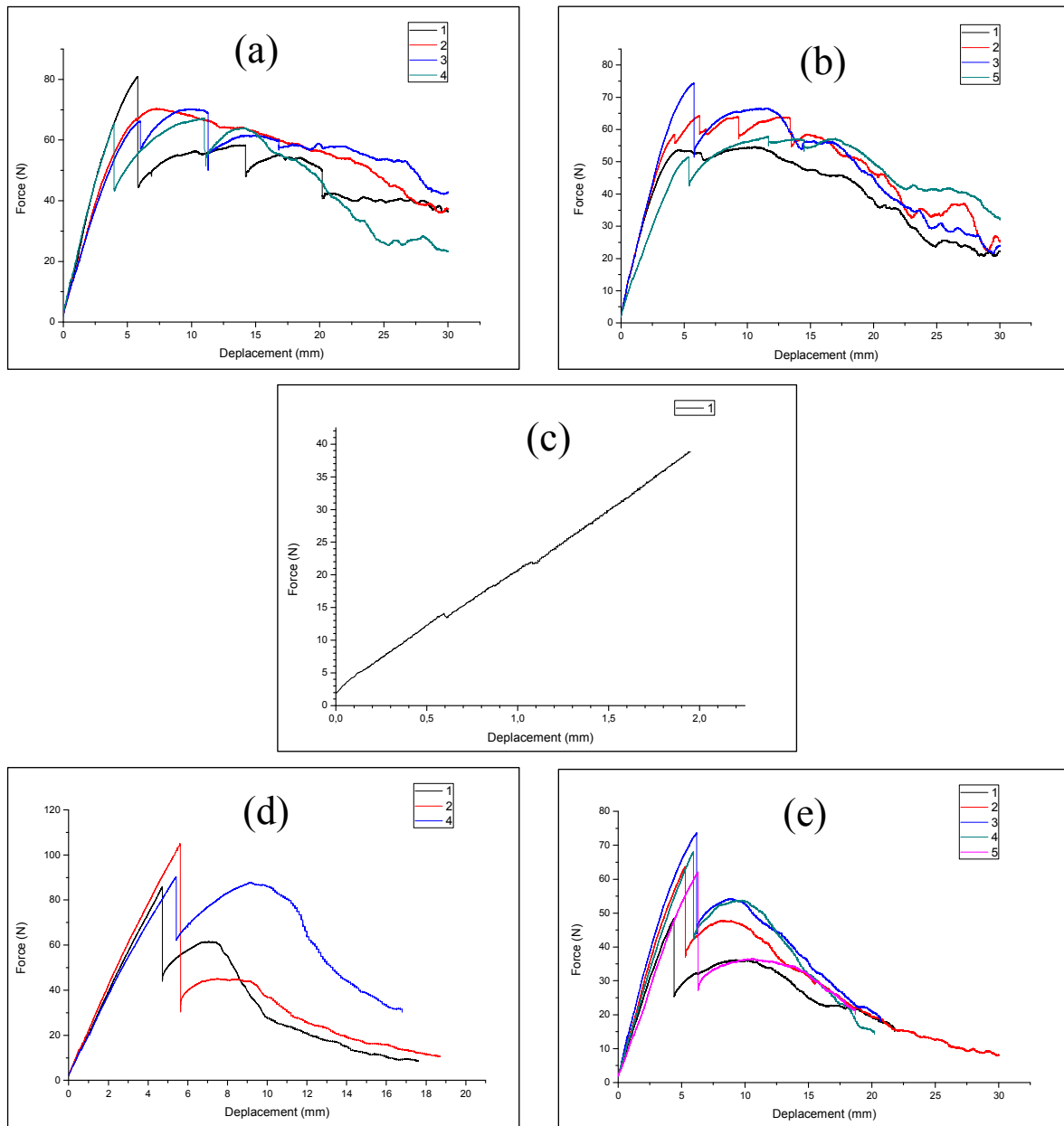


Figure III.6 : Courbes charge-déplacement en flexion trois points de : résine seul (c) et composite de type : C600×2 (a), C1200 (b), F300×2 (d), F600 (e).

Sur la base de ces résultats, nous avons pu illustrer par la figure III.7 l'évolution du module d'élasticité, de la contrainte à la rupture et de la déformation à la rupture de résine seule et de différents types de composites.

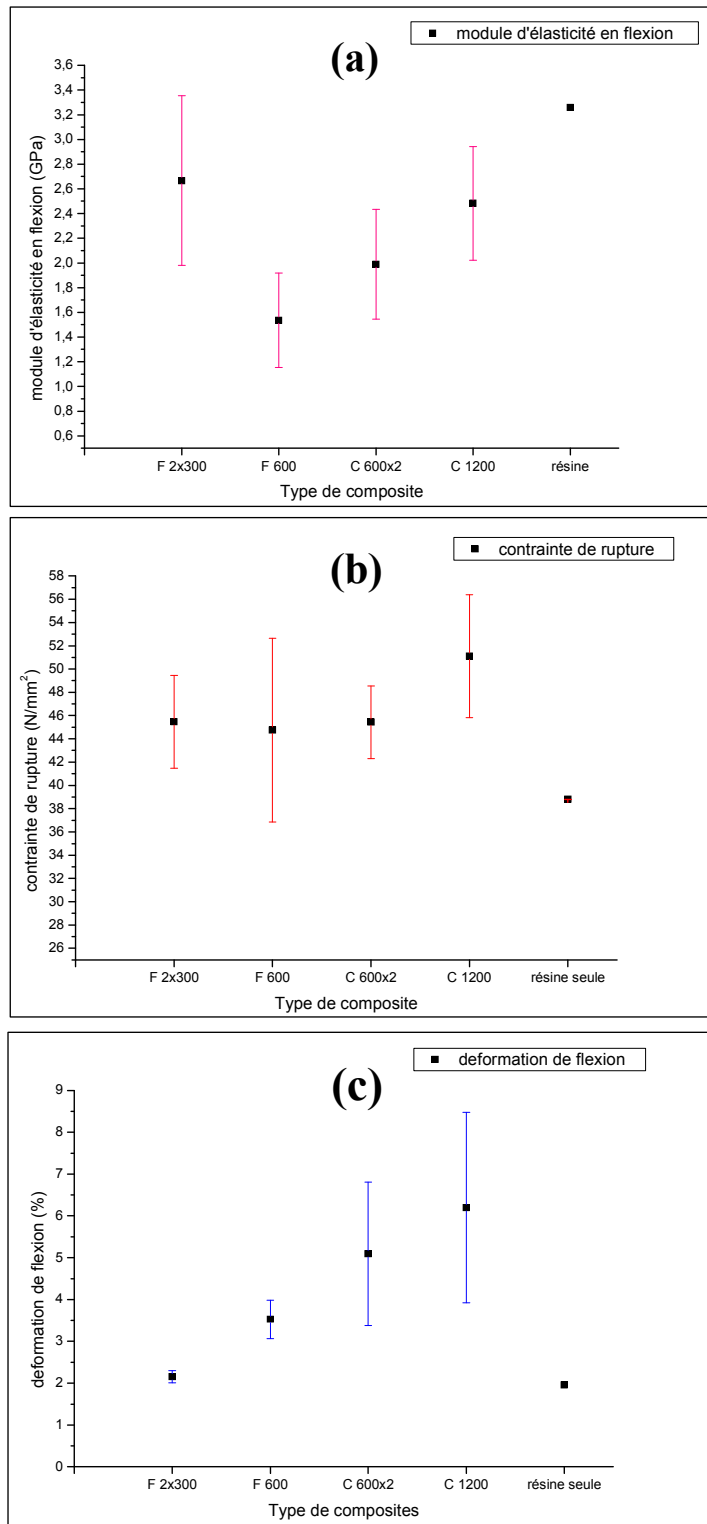


Figure III.7 : Evolution des propriétés mécaniques en flexion trois points des différentes types de composites: module d'élasticité en flexion (a), contrainte à la rupture (b), déformation de flexion (c).

D'après la figure III.7, la variation de contrainte à la rupture en fonction du type de composite (taux de fibres), montre une légère augmentation de la contrainte à la rupture du composite allant F 300×2, F 600 à C600×2 puis plus marqué pour celui de C1200 qui est nettement supérieur à celle de la résine. La même évolution a été enregistrée pour le module d'élasticité, excepté pour le composite F 300×2 qui a le module maximal.

Pour ce qui est de la déformation, nous avons constaté une augmentation significative jusqu'à un maximum pour le composite C1200 de 8,38%.

Nous constatons que les écarts entre les valeurs des constantes de l'ingénieur sont importants, et cela s'explique par la présence des défauts de la technique de mise en œuvre et la découpe.

Ces évolutions confirment les constatations rapportées dans les tests de traction sur la force des interactions formées par la procédure à chaud ainsi que l'influence du taux de la fibre sur les propriétés finales du matériau.

Pour mieux quantifier les propriétés mécaniques en flexion trois points, l'ensemble des résultats obtenu pour les différents matériaux élaborés est résumé dans le tableau III.2.

Tableau III.2 : Valeurs des constantes de l'ingénieur obtenues par flexion trois points.

C 600×2	1	2	3	4		Moyenne	Ecartype
contrainte de rupture (N/mm ²)	47,27	48,69	43,91	41,84		45,42	3,12
déformation de flexion (%)	3,22	4,29	5,68	7,17		5,09	1,71
module d'élasticité en flexion (GPa)	2,64	1,7	1,91	1,71		1,99	0,44
F 300×2	3	1	2			Moyenne	Ecartype
contrainte de rupture (N/mm ²)	41,67	45,08	49,61			45,45	3,98
déformation de flexion (%)	2,19	1,99	2,28			2,15	0,14
module d'élasticité en flexion (GPa)	2,28	3,46	2,26			2,66	0,68
F 600	1	2	3	4	5	Moyenne	Ecartype
contrainte de rupture (N/mm ²)	38,19	50,82	55,5	39,28	39,94	44,74	7,88
déformation de flexion (%)	2,99	3,6	4,19	3,22	3,62	3,52	0,45
module d'élasticité en flexion (GPa)	1,01	1,88	1,94	1,43	1,42	1,53	0,38
C 1200	1	2	3	4		moyenne	Ecartype
contrainte de rupture (N/mm ²)	52,21	52,45	56,09	43,64		51,09	5,27
déformation de flexion (%)	8,38	4,56	3,93	7,92		6,19	2,27
module d'élasticité en flexion (GPa)	2,89	1,91	2,82	2,31		2,48	0,46
résine seule	1					Moyenne	Ecartype
contrainte de rupture (N/mm ²)	38,8					38,8	0
déformation de flexion (%)	1,95					1,95	0
module d'élasticité en flexion (GPa)	3,26					3,26	0

III.5. Essais de choc Charpy :

Les résultats du test de choc Charpy pour les différents types de composites fibres PETR/UPR sont présentés sous la forme d’histogrammes de la figure III.8. Nous tenons à signaler que lors des essais de choc, nous n’avons pas obtenu de rupture totale des éprouvettes testées mais juste des micro-fissures dans la résine, au droit de l’impact, pour celles élaborées à chaud et des fissures notables avec des ponts de fibres qui maintiennent la structure du matériau, dans le cas de celles élaborées à froid. Pour cela, les résultats que nous allons rapporter dans cette partie sont tributaires et nécessite d’être complété par un test de choc plus efficace.

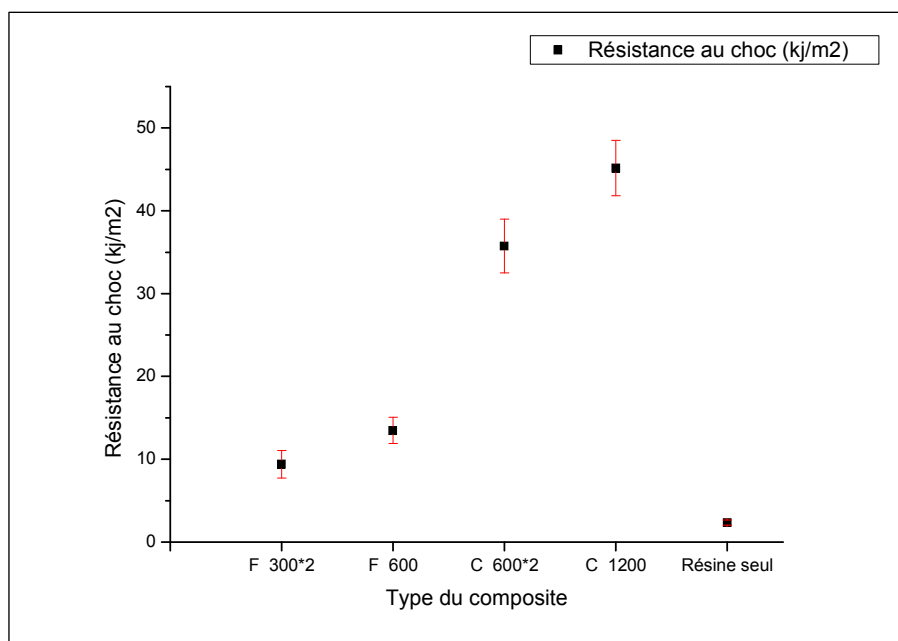


Figure III.8 : Evolution des résistances au choc Charpy des différentes composite PETR/UPR.

Selon la figure III.8, le composite C 1200 enregistre la meilleure résistance au choc pour une valeur ($\approx 45,16 \text{ KJ/m}^2$) nettement supérieure à celles du composite C 600×2 pour une valeur ($\approx 35,73 \text{ KJ/m}^2$) et plus supérieure que F 600 et F 300×2 qu’il nous donne des valeurs par la suite ($\approx 13,47$ et $9,40 \text{ KJ/m}^2$) d’autre part la résine seul présente la plus petite valeur ($\approx 2,36 \text{ KJ/m}^2$), Cela est dû, à la dispersion de la fibre PETR dans la matrice UPR, ce qui procure une plus grand surface de contact entre renfort/matrice et de plus fortes interactions. Cette résistance au choc dépend certainement de fibre alors quele composite à taux de fibre élevé procure probablement une structure qui absorbe mieux le choc par rapport à celle de faible taux.

L'ensemble des résultats obtenu pour les différentes éprouvettes de matériaux élaborés pour le test de choc est résumé dans le tableau III.3.

Tableau III.3 : Les valeurs de résistance au choc de différentes éprouvettes.

Eprouvette	1	2	3	4	5	Moyenne	Écartype
F 300*2	7,35	8,87	10,45	11,64	8,67	9,396	1,66855626
F 600	14,92	14,32	10,81	13,93	13,39	13,474	1,59048106
C 600*2	41,11	34,33	36,28	33,93	32,98	35,726	3,24072986
C 1200	49,33	44,52	40,12	46,46	45,36	45,158	3,35149519
Résine seul	2,56	2,04	2,43	2,73	2,02	2,356	0,31611707

III.6. Essais de dureté SHORE D

Les résultats du test de dureté SHORE D, réaliser pour les différents types de composites fibre PETR/résine UP et résine UP seule sont présentés dans la figure III.9.

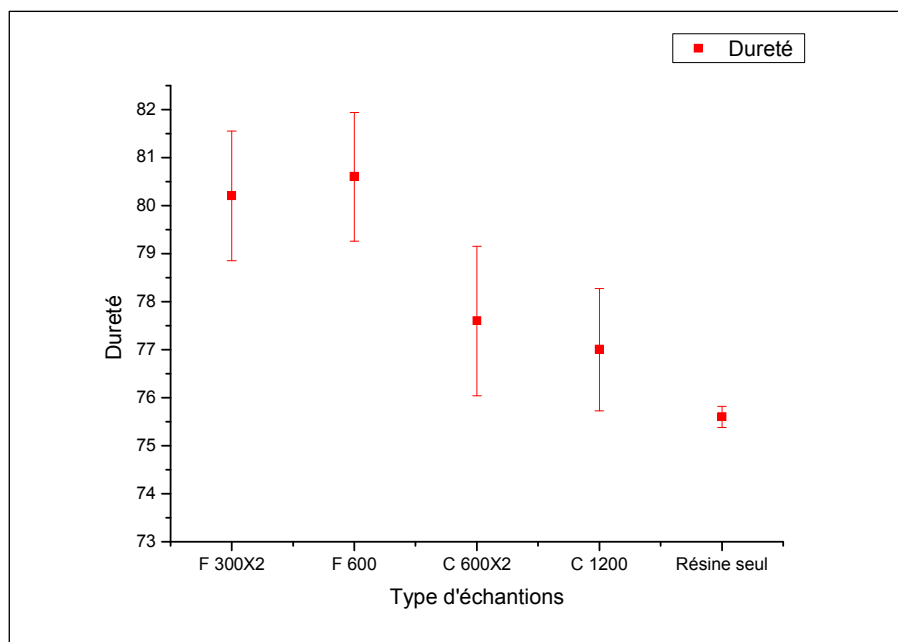


Figure III.9 : Résultat du test de dureté SHORE D des différents types de composites.

D'après la figure III.9, nous pouvons dire que les plaques de composites préparées à froid (F 300×2 et F 600) présentent un comportement un peut dur par rapport aux plaques préparées à chaud (C 600×2 et C 1200) qui est dur aussi par rapport au résine seul. Cependant toutes les valeurs de la dureté obtenues pour tous les échantillons montrent une très bonne résistance surfacique à la pénétration de l'aiguille, ce qui signifie qu'elles tendent à avoir un comportement dur.

Nous estimons que la variation de taux de renforcement et la méthode de préparation des plaques (à chaud ou à froid) à un faible effet sur la dureté des résines UP utilisé.

III.7. Essais de vieillissement hygrothermique

Les résultats de la cinétique d'absorption pour les différents composites sont illustrés par les diagrammes de figure III.10.

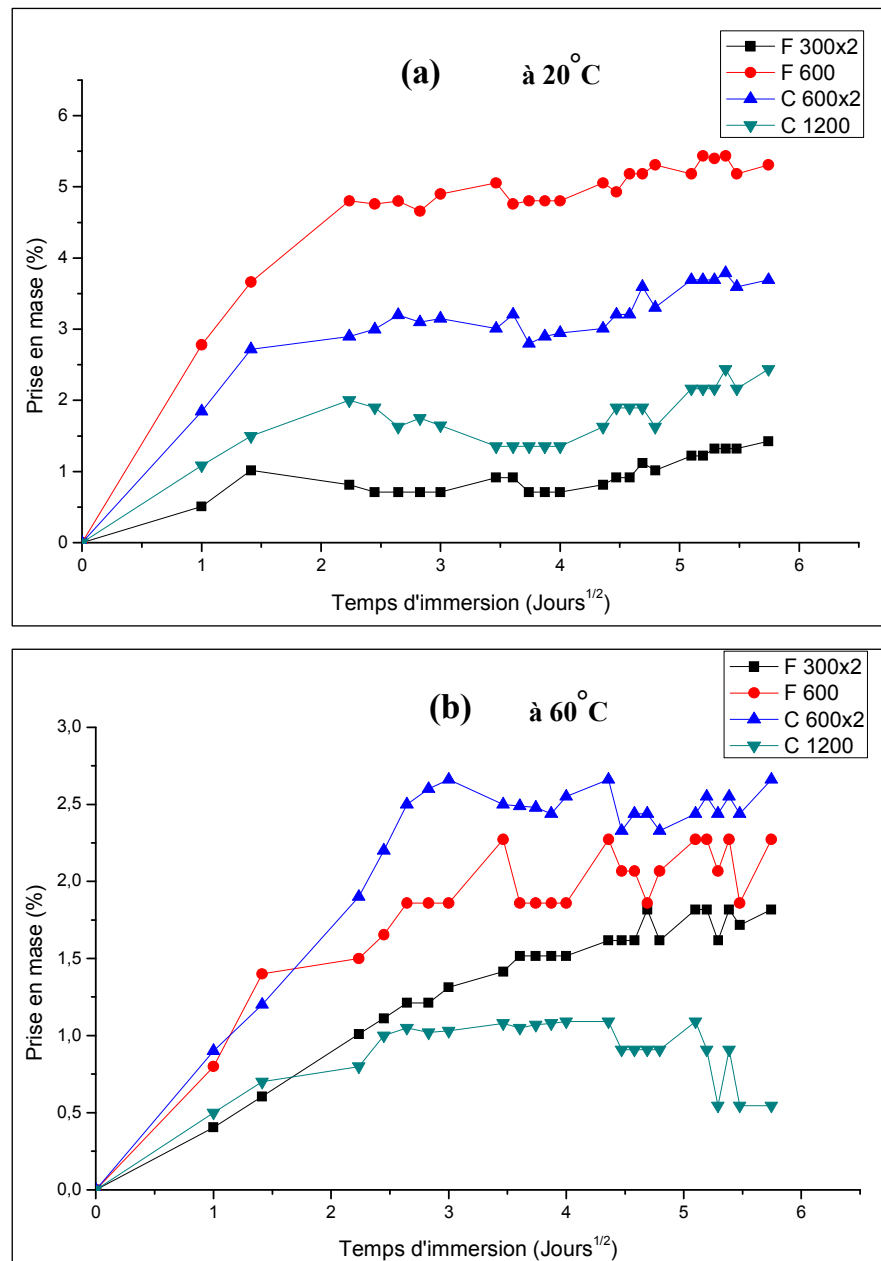


Figure III.10 : Cinétique d'absorption du composite en immersion dans l'eau distillée à différentes températures : à 20°C (a) et à 60°C (b).

Bien qu'un grand soin ait été pris pour assurer la précision des résultats, l'observation des courbes permet de constater une certaine dispersion des résultats due probablement à la délicatesse des pesées et du séchage.

La figure III.10 montre que pour des temps courts, la cinétique de diffusion est fickienne pour tous les types de composite aux deux environnements de vieillissement. On remarque qu'après l'augmentation quasi linéaire de départ, la prise en masse connaît un ralentissement (pseudo-palier de saturation). On remarque, aussi, que le composite C300×2, à une diffusion lente les deux températures (20 et 60°C) et le pseudo-palier de saturation n'est atteint qu'après 5 jours de vieillissement à 20°C et 20 jours à 60°C. Pour des temps de vieillissement plus longs, la diffusion connaît non linéarité et devient non fickienne en particulier pour les différents types de composite à température de 60°C.

Selon la littérature, cette déviation de la diffusion traduit des phénomènes de perte en masse et de reprise d'absorption. Cette perte en masse serait due à une dissolution du styrène et d'autres éléments présents dans la résine ou la fibre **Lebel [38]**.

En fait, la diffusion fickienne est caractérisée par deux paramètres :

- Un coefficient de diffusion D indépendant du temps et de l'espace
- Un seuil d'absorption d'eau asymptotique M_s atteint pour un temps infini correspond à l'équilibre et s'exprime généralement en pourcentage. Il caractérise le gain de masse.

Les résultats, obtenus graphiquement pour M_s et calculés à des temps courts d'absorption pour D , sont résumés dans les tableaux III.4 et III.5.

Tableau III.4 : Les caractéristiques de diffusion fickienne des différents types de composite à température ambiante (20°C).

Types de composite	F 300×2	F 600	C 600×2	C 1200
$M_s(\%)$	1.02	4.80	2.72	2
$D (m^2/J)$	0.51	2.78	1.84	1.08

Tableau III.5 : Les caractéristiques de diffusion fickienne des différents types de composite à température (60°C).

Types de composite	F 300×2	F 600	C 600×2	C 1200
$M_s(\%)$	1.51	1.86	2.5	1.05
$D (m^2/J)$	0.40	0.80	0.90	0.50

D'après les résultats trouvés, nous constatons que la diffusion de l'eau au sein des différents types de composite à 20°C est plus rapide que celle à 60°C

L'augmentation de la diffusivité dans le composite peut s'expliquer dans le cas des composite par la présence d'une quantité significative de résine sans aucune fibre, donc facile à infiltrer, ce qui provoque un relâchement plus rapide de styrène.

Les défauts préexistants dans le composite comme les pores et les fissures dues à la découpe des éprouvettes peuvent être également un facteur qui augmente l'absorption du composite.

Les résultats du tableau III.4 et III.5 ne montrent pas clairement l'effet du traitement à chaud ou la quantité de la fibre sur l'absorption des différents composites de l'étude, que ce soit à 20°C ou à 60°C. Cela pourra être dû à notre méthode de calcul qui n'a pas pris en compte l'influence des effets de bord des éprouvettes immergées et qui nécessite l'ajout d'un coefficient correctif.

III.8. Morphologie des composites fibres PETR/UPR

La figure III.11, représentant la morphologie des composites à de fibres PETR, montre que les deux types de composites n'expriment presque aucune évidence d'arrachement de fibre et qu'après la rupture, les fragments des fibres rompues restent noyés dans la matrice, ce qui apporte la preuve indéniable sur la bonne adhésion des fibres PET à matrice UPR. De plus, la rupture des fibres résulte, à la fois, de leur contribution dans le processus de fracture des composites lors de la sollicitation mécanique et de leur capacité à supporter la charge appliquée qui leur est transférée à partir de la matrice. Ceci ne serait possible si l'adhésion de la fibre à la matrice n'était pas suffisamment forte.

Selon les micrographies (b), l'addition de fibres PET à la résine UP à chaud permet d'avoir une bonne dispersion dans la matrice UPR, ce qui rend possible la bonne mouillabilité des fibres par la résine. Ceci est à l'origine de fortes interactions interfaciales qui assurent une grande surface de contact, nécessaire pour un meilleur transfert de contraintes entre les deux phases du composite [36-37]. En outre, les micrographies de ces composites présentent des évidences supplémentaires, à la fois, sur la bonne résistance à la rupture de ces matériaux et sur la contribution effective des fibres PETR dans leur ténacité globale, en raison de la déformation de la fibre et de la rugosité et de l'irrégularité de la surface de fracture, particulièrement dans le cas du composite.

Cependant, la micrographie (a) du composite de fibres PETR préparé à froid, montre une mauvaise imprégnation des fibres par la résine, raison pour laquelle un transfert efficace de contraintes imprégnation des fibres par la résine, raison pour laquelle un transfert efficace de contraintes ne peut être assuré. Les défauts induits par la proximité des fibres PETR, et par conséquent leur mauvais mouillage par la matrice, peuvent agir comme initiateurs de la rupture fragile du composite.

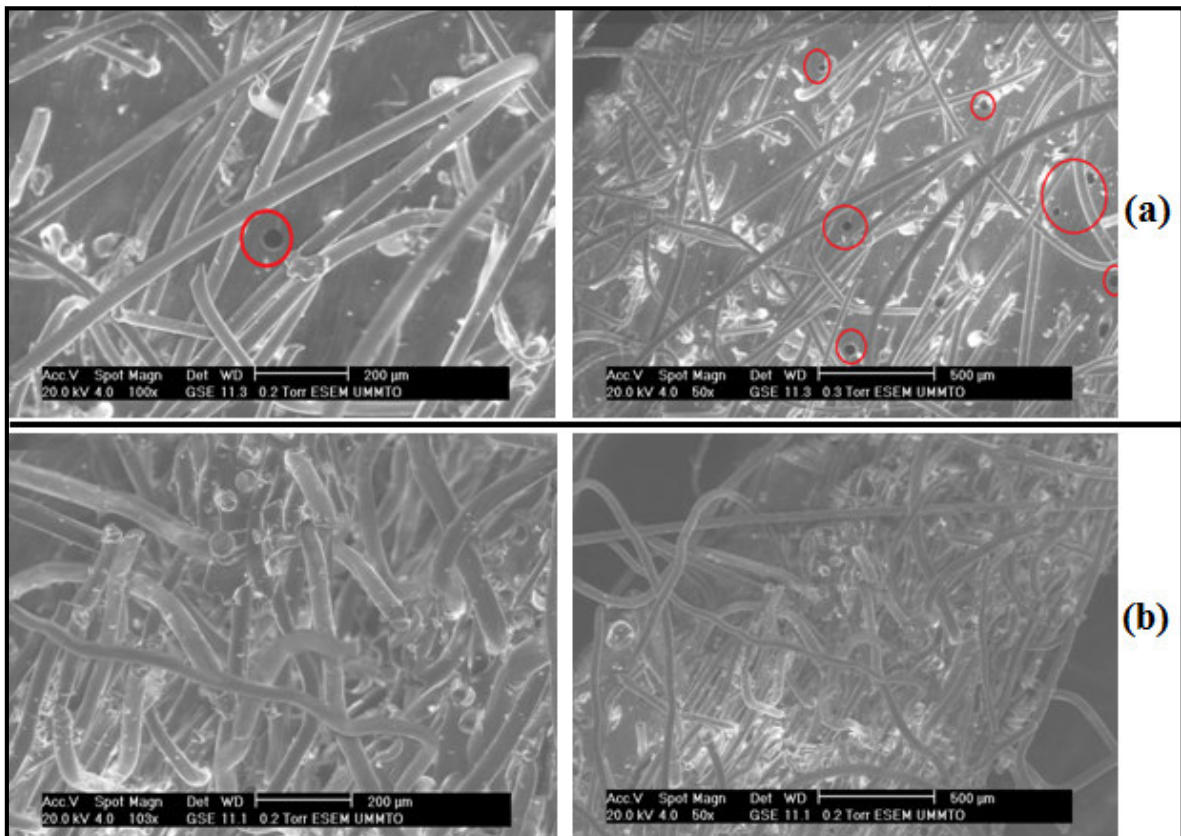


Figure III.11:Micrographies électroniques des composites fibres PETR/UPR :préparés à froid (a), préparés à chaud (b).

III.9. Conclusion

L'objectif de ce chapitre est la caractérisation chimique, physique et mécanique de composites en fibres PETR/UP élaborés par moulage au contact à chaud et à froid ainsi qu'en variant la séquence de stratification.

Les résultats obtenus ont montré pour l'analyse infrarouge à transformée de Fourier une grandesimilitude dans la structure du PET recyclé et celle du polyester insaturé par l'apparition des principales bandes caractéristiques de chacun sans mettre en évidence, la formation de liaisons chimiques particulières entre la fibre et la matrice même après traitement thermique de la fibre.

Pour les essais de traction, les courbes contraintes/déformation de la résine seule ont une évolution qui traduit un comportement quasi linéaire. De même pour le comportement des différents types de composite, les courbes obtenues traduisent toutes un comportement linéaire en début de chargement puis non linéaire par la suite jusqu'à la rupture, excepté pour le composite F 600 qui a présenté un certain comportement ductile en fin de chargement. Cela, correspondant à la rupture progressive du pli de mat, quant à la suite, une chute brutale de la contrainte est enregistrée jusqu'à la rupture. Ces résultats ont montrés également, que le taux de fibre et la méthode de préparation de composite affecte un peu la résistance ultime et la déformation à la rupture. La contrainte à la rupture la déformation à la rupture ont enregistrées une augmentation notable pour les composites C600×2 et C1200, en comparaison avec celles obtenus pour F 300×2 et F 600. Lorsque les fibres sont présentes en taux élevées et la préparation de composite est réalisée à chaud, elles assurent une plus forte interaction et un meilleur transfert de contraintes entre les deux phases de composite et une meilleure ductilité.

Pour ce qui est du comportement du composite sous flexion trois points, les courbes de charge/déplacement ont traduit toutes trois phases : une première phase linéaire élastique en début de sollicitation, une deuxième phase non-linéaire jusqu'au sommet de la courbe, correspondant à la rupture progressive du pli. Quant à la troisième phase, elle se situe au-delà du sommet de la courbe. La chute brutale de la charge enregistrée, juste après le sommet, correspond à la rupture du pli suivi d'une résistance moins importante correspondant à la présence des ponts de fibres mats assurant le maintien de la structure du composite. Pour les contraintes à la rupture les déformations à la rupture obtenues par l'essai de flexion trois points des différents composites de l'étude, globalement, les mêmes constatations ont été faites en comparaison à l'essai de traction.

Quant à l'essai de choc Charpy, les composites élaborés à chaud ont enregistré les meilleures résistances au choc nettement supérieure à celles des composites élaborés à froid et encore, nettement supérieure à celle de la résine seule. Cela est dû, à la dispersion de la fibre PETR dans la matrice UPR, ce qui procure une plus grande surface de contact entre renfort/matrice et de plus fortes interactions. Cette résistance au choc dépend certainement de fibre alors que le composite à taux de fibre élevé procure probablement une structure qui absorbe mieux le choc par rapport à celle de faible taux.

Les résultats du test de dureté SHORE D, réalisés pour les différentes types de composites fibre PETR/résine UP et résine UP seule ont montrés une très bonne résistance

surfacique à la pénétration de l'aiguille, ce qui signifie qu'elles tendent à avoir un comportement dur. La variation de taux de renforcement et la méthode de préparation des plaques (à chaud ou à froid) à un faible effet sur la dureté des résines UP utilisé.

Pour ce qui est du vieillissement hygrothermique, il a montré que pour des temps courts, la cinétique de diffusion est pseudo-fickienne pour tous les types de composite aux deux environnements de vieillissement. Le pseudo-palier de saturation n'est atteint qu'après 5 jours de vieillissement à 20°C et 20 jours à 60°C. Pour des temps de vieillissement plus longs, la diffusion connaît non linéarité et devient non fickienne en particulier pour les différents types de composite à température de 60°C. Cette déviation de la diffusion traduit des phénomènes de perte en masse et de reprise d'absorption. Cette perte en masse serait due à une dissolution du styrène et d'autres éléments présents dans la résine ou la fibre. Cependant, ces résultats n'ont pas montré clairement l'effet du traitement à chaud ou la quantité de la fibre sur l'absorption des différents composites de l'étude, que ce soit à 20°C ou à 60°C. Cela pourra être dû à notre méthode de calcul qui n'a pas pris en compte l'influence des effets de bord des éprouvettes immergées et qui nécessite l'ajout d'un coefficient correctif.

Selon les images MEB obtenu, il est clairement montré que l'addition de fibres PET à la résine UP à chaud permet d'avoir une bonne dispersion dans la matrice UPR, ce qui rend possible la bonne mouillabilité des fibres par la résine. Ceci est à l'origine de fortes interactions interfaciales qui assurent une grande surface de contact, nécessaire pour un meilleur transfert de contraintes entre les deux phases du composite. Cependant, la pour composite de fibres PETR préparé à froid, une mauvaise imprégnation des fibres par la résine est observée, raison pour laquelle un transfert efficace de contraintes ne peut être assuré. Les défauts induits à proximité des fibres PETR, et par conséquent leur mauvais mouillage par la matrice, peuvent agir comme initiateurs de la rupture fragile du composite. Ces observations appuient les constatations rapportées dans les essais mécaniques.

*Conclusion générale et
Perspectives*

Conclusion générale

L'étude présentée dans cette mémoire entre dans le cadre de la préparation et caractérisation de nouveaux matériaux composites à base d'une matrice thermodurcissable, la résine polyester insaturé (UPR), renforcée avec une fibre synthétique provenant de la régénération des déchets de PET. L'intérêt de cette étude réside dans la mise en évidence du potentiel de ce type de charge à agir en tant que renforts effectifs, susceptible d'induire suffisamment de chargements positifs pouvant promouvoir les performances de la résine UPR et peut-être élargir son éventail d'applications.

Les résultats obtenus à partir de la caractérisation des composites fibres PETR/UPR soutiennent l'efficacité des fibres PET, provenant des filières de recyclage des bouteilles post-consommation, comme un renfort potentiel et économique pour la résine UPR. En outre, il semble que le résultat le plus intéressant consiste en l'utilisation de la fibre PET sous forme de mat sans avoir recours à un quelconque traitement de surface. La similitude entre les structures chimiques des fibres PET et de la résine UPR permet l'établissement de fortes interactions à l'interface des deux matériaux, ce qui assure un effet de renforcement remarquable pour les taux et les méthodes modérés en renfort.

D'autres avantages en faveur de l'utilisation des fibres PET comme agents de renfort pour les composites à matrice UPR consistent, en premier d'obtenir des matériaux légers et intéressants et en second, leur pouvoir à améliorer les propriétés mécaniques de la résine UPR particulièrement en terme de résilience.

Les résultats obtenus sont résumés comme suit :

Les résultats obtenus ont montré pour l'analyse infrarouge à transformée de Fourier une grande similitude dans la structure du PET recyclé et celle du polyester insaturé par l'apparition des principales bandes caractéristiques de chacun sans mettre en évidence, la formation de liaisons chimiques particulières entre la fibre et la matrice même après traitement thermique de la fibre.

Pour les essais de traction, les courbes contraintes/déformation de la résine seule ont une évolution qui traduit un comportement quasi linéaire. De même pour le comportement des différents types de composite, les courbes obtenues traduisent toutes un comportement linéaire en début de chargement puis non linéaire par la suite jusqu'à la rupture, excepté pour le composite F 600 qui a présenté un certain comportement ductile en fin de

chargement. Cela, correspondant à la rupture progressive du pli de mat, quant à la suite, une chute brutale de la contrainte est enregistrée jusqu'à la rupture. Ces résultats ont montré également, que le taux de fibre et la méthode de préparation de composite affecte un peu la résistance ultime et la déformation à la rupture. La contrainte à la rupture la déformation à la rupture ont enregistrées une augmentation notable pour les composites C600×2 et C1200, en comparaison avec celles obtenus pour F 300×2 et F 600. Lorsque les fibres sont présentes en taux élevées et la préparation de composite est réalisée à chaud, elles assurent une plus forte interaction et un meilleur transfert de contraintes entre les deux phases de composite et une meilleure ductilité.

Pour ce qui est du comportement du composite sous flexion trois points, les courbes de charge/déplacement ont traduit toutes trois phases : une première phase linéaire élastique en début de sollicitation, une deuxième phase non-linéaire jusqu'au sommet de la courbe, correspondant à la rupture progressive du pli. Quant à la troisième phase, elle se situe au-delà du sommet de la courbe. La chute brutale de la charge enregistrée, juste après le sommet, correspond à la rupture du pli suivi d'une résistance moins importante correspondant à la présence des ponts de fibres mats assurant le maintien de la structure du composite. Pour les contraintes à la rupture les déformations à la rupture obtenues par l'essai de flexion trois points des différents composites de l'étude, globalement, les mêmes constatations ont été faites en comparaison à l'essai de traction.

Quant à l'essai de choc Charpy, les composites élaborés à chaud ont enregistré les meilleures résistances au choc nettement supérieure à celles des composites élaborés à froid et encore, nettement supérieure à celle de la résine seule. Cela est dû, à la dispersion de la fibre PETR dans la matrice UPR, ce qui procure une plus grande surface de contact entre renfort/matrice et de plus fortes interactions. Cette résistance au choc dépend certainement de fibre alors que le composite à taux de fibre élevé procure probablement une structure qui absorbe mieux le choc par rapport à celle de faible taux.

Les résultats du test de dureté SHORE D, réalisés pour les différents types de composites fibre PETR/résine UP et résine UP seule ont montré une très bonne résistance surfacique à la pénétration de l'aiguille, ce qui signifie qu'elles tendent à avoir un comportement dur. La variation de taux de renforcement et la méthode de préparation des plaques (à chaud ou à froid) à un faible effet sur la dureté des résines UP utilisé.

Pour ce qui est du vieillissement hygrothermique, il a montré que pour des temps courts, la cinétique de diffusion est pseudo-fickienne pour tous les types de composite aux deux environnements de vieillissement. Le pseudo-palier de saturation n'est atteint qu'après 5 jours de vieillissement à 20°C et 20 jours à 60°C. Pour des temps de vieillissement plus longs, la diffusion connaît non linéarité et devient non fickienne en particulier pour les différents types de composite à température de 60°C. Cette déviation de la diffusion traduit des phénomènes de perte en masse et de reprise d'absorption. Cette perte en masse serait due à une dissolution du styrène et d'autres éléments présents dans la résine ou la fibre. Cependant, ces résultats n'ont pas montré clairement l'effet du traitement à chaud ou la quantité de la fibre sur l'absorption des différents composites de l'étude, que ce soit à 20°C ou à 60°C. Cela pourra être dû à notre méthode de calcul qui n'a pas pris en compte l'influence des effets de bord des éprouvettes immergées et qui nécessite l'ajout d'un coefficient correctif.

Selon les images MEB obtenu, il est clairement montré que l'addition de fibres PET à la résine UP à chaud permet d'avoir une bonne dispersion dans la matrice UPR, ce qui rend possible la bonne mouillabilité des fibres par la résine. Ceci est à l'origine de fortes interactions interfaciales qui assurent une grande surface de contact, nécessaire pour un meilleur transfert de contraintes entre les deux phases du composite. Cependant, la pour composite de fibres PETR préparé à froid, une mauvaise imprégnation des fibres par la résine est observée, raison pour laquelle un transfert efficace de contraintes ne peut être assuré. Les défauts induits à proximité des fibres PETR, et par conséquent leur mauvais mouillage par la matrice, peuvent agir comme initiateurs de la rupture fragile du composite. Ces observations appuient les constatations rapportées dans les essais mécaniques.

PERSPECTIVES

La substitution des renforts traditionnels tels que les fibres de verre, de carbone...etc. par les fibres organiques de PET est intéressante des points de vue économique et environnemental. Pour une poursuite potentielle de ce travail, plusieurs aspects méritent d'être développés. Pour cela, plusieurs peuvent être formulées et ce comme suit :

- Explorer plus judicieusement les concentrations optimales en fibres PET pour déterminer, avec exactitude, les compositions les plus performantes ;
- Réaliser des composites hybrides à matrice UPR renforcées, à la fois de fibre de verre et de fibres PET.
- Elaborer des composites renforcés avec des tissu orienté bidirectionnel ou tri directionnel de fibres PET.
- Incorporer les fibres PET à d'autre matrices thermoplastiques et thermodurcissables.

Références bibliographiques

Bibliographie:

- [1] K. L. Nait-Ali., “Le PET recyclé en emballages alimentaires : approche Expérimentale et modélisation,” université Montpellier II, 2008. [1] !! Partie bibliographique
- [2] Aissa Bouziane, L’Algérie veut recycler 40% de ses déchets en 2016, Agence nationale des déchets, 2014.
- [3] C. Dutriez, « Corrélations entre les propriétés diélectriques et mécaniques des polymères : Influence de la température ».Thèse de Doctorat, Ecole doctorale des Matériaux de Lyon, 2004, 192 p.
- [4] G. Chretien, J. Hatat, « Initiation aux plastiques et composites», Ed. Technique et Documentation, Paris, 1990, pages multiples.
- [5] B. GANTILLON et R. SPITZ ; Mckenna, T.F Macromol. Mater.Eng, 289-88, (2004).
- [6] E. MARECHAL, P.H. GEIL, V.B. GUPTA et Z. BASHIR; Handbook of thermoplastic polyesters. Volume 1: Homopolymers and copolymers, Edité par Stoyko FAKIROV, WILEY-VCH, Allemagne, 753 p, (2002).
- [7] Techniques de l’ingénieur, PET ou Poly(éthylène téréphtalate).
- [8] G. LI, S.L. YANG, J.M. JIANG et C.X. WU ; *Polymer*, 46, 11142-11148, (2005).
- [9] U. KÖNCKE, G. ZACHMANN et F.J. BALTA-CALLEJA ; *Macromolécules*, 29, 6019-6022, (1996).
- [10] A. VANNIER ; Procédés d’ignifugation du poly (éthylène téréphtalate) – application textile, (2008).
- [11]N. KERBOUA ; Etude de recyclage de déchets de polyéthylène téréphtalate(PET) utilisé pour la fabrication de bouteilles (eaux minérales)., thèse doctorat en Génie des Procédés, Univ de Béjaia, 151p, (2010).
- [12] L. SHEN, E. WORRELL, and M. K. PATEL.. “ Open-loop recycling: A life-cycle assessment (LCA) case study of PET bottle-to-fibre recycling,” *Resources, Conservation and Recycling*, vol. 55, pp. 34–52, 2010.
- [13] K.L. NAIT ALI ; Le PET recycle en emballages alimentaires : approche expérimentale et modélisation ; thèse de doctorat en chimie des matériaux. Univ Montpellier II, 213p, (2008).

- [14] J. K. Jorgensen, E. Ommundsen, A. Stori et al., "Synthesis, Characterisation and decomposition of 1,3-benzen disulfonyl azide; a crosslinking agent for polyolefins," *Polymer*, vol. 46, pp. 12073-12080, 2005.
- [15] M. Carrega., *Aide-mémoire Matières plastiques: 2eme édition*. Dunod, Paris, 2005.
- [16] N. Bellili, «Etude des effets du recyclage sur les propriétés mécaniques, thermiques et rhéologiques du PET », *Mémoire de Magister, Université Ferhat Abbes- Sétif*, 2006, 72 p.
- [17] W. Dehas, "Elaboration et caractérisation de composites à base de résines insaturées et de renforts d'origine minérales et organiques" université Ferhat abbas sétif -1-, Mars 2017.!! *Partie bibliographique*
- [18] Comité technique de recyclage des emballages plastiques ; *Concevoir une bouteille ou un flacon*, (2004).
- [19] M. PACI, F.P. LA MANTIA, « Influence of small amounts of polyvinylchloride on the recycling of polyethyleneterephthalate », in *Polymer Degradation and Stability*, volume 63, 1999, pp. 11-14.
- [20] J. SCHEIRS, *Polymer Recycling : Science, Technology and Application*, Ed. John WILEY & SONS (WILEY series in Polymer Science), 1998, England, chapitre 4, pp. 120-182.
- [21] F. AWAJA et D. PAVEL ; « Recycling of PET », in *European Polymer Journal*, volume 41, pp. 1453-1477, (2005).
- [22] L.A. UTRACKI et M.R.KAMAL ; *Polym. Eng. Sci.*, 22, 96, (1982).
- [23] M. Le Baillif et K.Oksman ; *The influence of the extrusion process on bleached pulp fiber and its composites*. Proc. Progress in Wood & Biofibre Plastic Composites conference, Toronto, ON, Canada, (2006).
- [24] M. Fontanille, Y. Gnanou, « Structure moléculaire et morphologie des polymères », Vol. A 3042, *Techniques de l'ingénieur*, Paris, 1994, pp. 5-7.
- [25] K. Kato, V.N. Vasilets, M.N. Fursa, M. Meguro, Y. Ikada, K. Nakamae, « Surface oxidation of cellulose fibers by vacuum ultraviolet irradiation », *Journal of Polymer Science*, Vol. 37, 1999, pp. 357 - 361.
- [26] X.C. Hu, H.H. Yang, « Polyamide and polyester fibers », In: *Comprehensive Composite Materials*, Ed. A. Kelly, Amsterdam, Vol. 1, 2000, pages multiples.

- [27] A.R. Bunsell, « Reinforcing fibers », In: Encyclopedia of Applied Physics, VCH Publishers, New York, 1996, pages multiples.
- [28] M. Carrega, « Matériaux industriels matériaux polymères », Ed. Dunod, Paris, 2000, pages multiples.
- [29] H. D. Wagner, A. Lustiger, « Optimized toughness of short fiber-based composites: The effect of fiber diameter », Composites Science and Technology, Vol. 69, 2009, pp. 1323–132.
- [30] C. Duval, « Matières plastiques et environnement : Recyclage, valorisation, biodégradabilité, éco-conception », Ed. Dunod, Paris, 2004, pages multiples.
- [31] A. Aji, A. Hadjizadeh, M. N. Bureau, « Preparation and characterization of NaOH treated micro-fibrous polyethylene terephthalate nonwovens for biomedical application », Journal of the Mechanical Behavior Biomedical Materials, Vol. 3, 2010, pp. 574-583.
- [32] S. Fu, P. Wu, Z. Han, «Tensile strength and rupture energy of hybrid poly (methylvinylsiloxane) composites reinforced with short PET fibers and wollastonite whiskers », Composites Science and Technology, Vol. 62, 2002, pp. 3–8.
- [33] Y. Perrot, Influence des propriétés de la matrice sur le comportement mécanique de matériaux composites, thèse de doctorat, Université de Bretagne Sud. Nov. 2006
- [34] N. Belloul. “Procédé de fabrication de structures en composite verre”. Mémoire de Magister, Génie des procédés industriels, Laboratoire LRME, Université de Boumerdès, 2007.
- [35] R.M.Silverstein, F .X. Webster et D .J .Kiemle, « Identification spectrométrique de composés organiques », 7^{ème} édition De Boeck, Université Bruxelles (2007).
- [36] M. Alexander and P. Dubois. Polymer-layered silicate nanocomposites : preparation, properties and use of a new class of material. Materials Science and Engineering C, vol. 28, 1, (2000).
- [37] B. Mortaigne, S.Bourbigot, M. Le Bras, G.Cordellier , A.Baudry and J.Dufay. fire behaviour related to the thermal degradation of unsaturated polyesters. Polymer degradation and Stability, Vol. 64,443,(1999).
- [38] J. Lebel. “Etude des effets de l'humidité sur les composites recouverts de gel-coat”. Mémoire de maîtrise des sciences appliquées, Ecole polytechnique de Montréal, 1999

Résumé : la fibre de polyéthylène téréphtalate (PET)provenant du recyclage des bouteilles post-consommation a été utilisée comme une nouvelle charge de renforcement pour la résine polyester insaturé (UPR). Les composites fibres PETR/UPR ont été élaborés en incorporant de fibres PETR(longueur de l'ordre de 55 à 65 mm) sous forme des plis mats de masse surfacique 300 g/m² et 600 g/m² par moulage en contact. La caractérisation mécanique à montrer que les composites C 1200 et C 600×2présentent les propriétés mécaniques optimales. L'étude de vieillissement hygrothermique a montré que le composite a un comportement fickienne à courte temps et le coefficient de diffusion augmente avec la diminution de la température de vieillissement.L'étude morphologique des composites montre que les deux types de composites n'expriment presque aucune évidence d'arrachement de fibre et qu'après la rupture qui assure des fortes interactions fibre/matrice.

Mots-clés : Résine polyester insaturé, Fibre PET, Plis, Mat, Renfort, Matrice, Composite, Moulage en contact, Module d'élasticité.

Abstract : Polyethylene terephtalate (PET) fibre deriving from the recycling of post-consumer bottles were used as new filler for the unsaturated polyester resin (UPR). UPR/PET fibres composites were prepared by incorporating a few layers of PET fibres having a surface mass comprised between 300 g/m² and. 600 g/m² The length of the fibres was also varied from 55 to 65mmusing method of contact molding. The mechanical characterization show that the composites C 1200 and C 600 × 2 have the optimum mechanical properties. The hygrothermal aging study showed that the composite has a short-time fickian behavior and the diffusion coefficient increases with the decrease of the aging temperature. The morphological study of the composites shows that the two types of composites express almost no evidence of fiber pulling and that after the breakage which ensures strong fiber / matrix interactions.

Keywords : Unsaturated polyester resin, PET fiber, Plis, Matt, Reinforcement, Matrix, Composite, Contact molding, Modulus of elasticity.

ملخص: تم استخدام ألياف البولي اثيلين تريفثالات (PET) المتحصل عليها من إعادة تدوير القارورات بعد الاستهلاك كنوع جديد من الحشو للراتنج البوليستر غير المشبعة (UPR). تم تحضير المواد المركبة ألياف PETR/UPR من خلال دمج عدة طبقات من mats. بكتل سطحية مختلفة 300 غ/م² و 600 غ/م² من ألياف البولي اثيلين تريفثالات بأطوال تتراوح ما بين 55 حتى 65 ملم بواسطة عملية صبغلت اتصال. الوصف الميكانيكي يثبت أن المركبات C1200 و C600×2 يمتلكان الخواص الميكانيكية الأمثل. أثبتت دراسة شيخوخة الرطوبة الحرارية أن المركب لديه سلوك fickien في زمن قصير و معامل الانتشار يتزايد مع تناقص درجة حرارة الشيخوخة. أثبتت الدراسة المورفولوجية للمركبات أن هذين النوعين من المواد المركبة بالكاد لا يعبران عن أي دليل على تمزق الألياف حتى بعد التقطع مما يدل على التفاعلات القوية ليف/قالب PETR/UPR

الكلمات المفتاحية : راتنج البوليستر غير المشبعة, ألياف PET, طبقة, مقوي, قالب, مركب, صبغلت اتصال, معامل المرونة.