

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE MOULOD MAMMARI DE TIZI-OUZOU
FACULTE DES SCIENCES BIOLOGIQUES ET DES SCIENCES AGRONOMIQUES
DEPARTEMENT DE BILOGIE ANIMALE ET VEGETALE



Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de master

Filière : Biologie

Spécialité : Protection de l'environnement

THEME

Elaboration et caractérisation d'un nouveau
matériau composite à base de PVC/roseau
commun.

Présenté par : - Mlle AGRED LYCIA

- Mlle AMOKRANE SARAH

| | | | |
|-------------------------------|---------------------------|-------|--------------|
| M ^{me} LOUNI DALILA | Maître Assistant. A ; | UMMTO | Présidente |
| M ^r RAHMOUNE Md. A | Maître de conférences. B; | UMMTO | Promoteur |
| M ^r BOUDJEMA SALEM | Maître Assistant. A; | UMMTO | Co-promoteur |
| M ^{me} CHOUGAR SAFIA | Maître Assistant. A ; | UMMTO | Examinatrice |

Promotion : 2016/2017

REMERCIEMENTS

Louange à Dieu le tout puissant, de nous avoir donné la force, ainsi que l'audace pour dépasser toutes les difficultés, et qui nous a aidé à réaliser ce modeste projet.

On voudrait tout d'abord adresser notre gratitude à notre promoteur Mr RAHMOUNE Md. maître de conférences. B à la faculté des sciences. Pour son soutien. Pour sa patience, sa disponibilité et surtout ses judicieux conseils, qui ont contribué à alimenter notre réflexion. On le remercie de nous avoir apporté toute son expérience et ses compétences sans lesquelles ce travail n'aurait pas pu aboutir.

Nous remercions également notre Co promoteur Mr BOUDJEAMA S. Maître assistant (A) à la faculté des sciences biologiques et des sciences agronomiques à l'UMMTO.

On désire remercier le personnel de laboratoire de l'unité de production des câbleries électriques d'Alger (CABEL) et plus particulièrement monsieur BELHOUCINE R.

Nous tenons aussi à remercier le personnel de la société de production des fils et câbles de télécommunications (CATEL).

Notre remerciement sincère pour le personnel du laboratoire de chimie à l'université Mouloud Mammeri (Hasnaoua) à Tizi-Ouzou, et plus particulièrement monsieur BOUDINAR S.

On tient à exprimer nos vifs remerciements à :

- Mme LOUNI D. Maître assistant (A) à la faculté des sciences UMMTO, de nous avoir fait l'honneur d'accepter de présider le jury.

-Mme CHOUGAR SAFIA Maitre-assistant (A) d'avoir accepté de participer au jury et d'examiner ce travail.

Dédicaces

A ceux qui me sont les plus chers, à ceux qui ont toujours cru en moi, et qui m'ont toujours encouragé.

Je dédie ce travail marquant de ma vie:

A mon très cher père:

Je tiens à exprimer ma gratitude pour tous les sacrifices sans limites dont tu as toujours fait preuve, malgré les difficultés de la vie, je ne pourrais pas rendre ne serait-ce qu'une partie infime de ce que je lui dois.

A ma très chère mère :

Ta patience, ton bienveillance, ton dévouement et ton courage sont admirables. Tu étais toujours présente pour m'écouter, me reconforter et me montrer le droit chemin. Tu as déployé énormément d'efforts pour ma réussite.

Tu es une mère formidable, tous les mots du monde ne peuvent exprimer mon amour et ma reconnaissance envers toi.

A mes très chers frères et sœurs:

Mon frère chéri Yacine, mes sœurs d'amour Torkia, et Mounia. Ceci est un témoignage de mon profond attachement et reconnaissance pour votre soutien et votre présence indispensable. Vos grands cœurs, vos qualités humaines m'ont toujours impressionnée, Vous m'aviez soutenu dans les différentes étapes de ma vie et de mes études.

Mon amour pour vous est si profond.

A mon cher beau-frère et ma très chère belle-sœur :

Yacine et Souad je vous considère aujourd'hui comme des vrai frères et sœurs merci pour votre soutien et votre encouragement vous m'avez beaucoup aidé Vous étiez toujours présents pour m'écouter. Merci de m'avoir considéré comme votre petite sœur.

Et sans que j'oublie les plus beaux neveux qui puissent exister, Neveu de mon sang, et Fils de ma famille je vous aime tant mes petits cœurs

(Farid, Jyad, Amir, et Wassim Youcef).

A ma chère amie et sœur du cœur et toute sa famille:

Mon binôme Lycia, nous voilà arrivées à la fin d'un long et difficile parcours. Ce mémoire m'a permis de croire en toi et de faire plus confiance à tes capacités tu as toujours était là pour moi dans les bons comme dans les mauvais moments, et tu trouvé toujours des solutions pour me redonner le moral.

Sarah

**Toutes les lettres ne sauraient trouver les mots qu'il faut pour exprimer
l'amour, le respect, et la reconnaissance...**

Je dédie ce travail comme preuve de respect et de gratitude,

A la mémoire de mon père,

**Je te dois ce que je suis aujourd'hui et ce que je serai demain. Je ferai
toujours de mon mieux pour rester ta fierté et ne jamais te décevoir. Toi,
qui est mon parfait exemple à suivre, qui m'a toujours poussé et motivé
dans mes études, celui qui as su m'inculquer le sens de la responsabilité,
de l'optimisme et de la confiance en soi face aux difficultés de la vie, on a
de la chance de t'avoir comme père. J'espère que de là où il est, il sera fier
de sa petite loushiya.**

A la meilleure des mères,

**Aucune dédicace ne saurait exprimer ce que tu mérites pour tous les
sacrifices que tu n'as cessé de me donner depuis ma naissance, de me
soutenir et de m'encourager durant toutes les années de mes études, tu as
toujours été présente à mes côtés pour me consoler quand il fallait. Tes
prières et ta bénédiction m'ont été d'un grand secours dans mes études.
Puisse Dieu, le tout puissant, te garder près de nous et t'accorder santé,
longue vie et bonheur.**

**Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour et nuit pour mon éducation
et mon bien être. Ce travail est le fruit de vos sacrifices que vous avez
consentis pour mon éducation. Je vous le dédie en témoignage de ma
reconnaissance et de mon profond amour.**

**A ma très chère sœur Nawel, son mari Toufik et leurs fils Aris,
Ma sœurette qui m'est le père et la mère, les mots ne suffisent pas pour
exprimer l'attachement, l'amour et l'affection que je porte pour vous.**

**Ma confidente dans les moments les plus délicats de cette vie
mystérieuse. Je vous dédie ce travail avec tous mes vœux de bonheur, de
santé et de réussite.**

A mes deux frères Jugurtha et Ghiles,

**Mes deux chers frères présents dans tous les moments par votre soutien
moral. Je vous souhaite un avenir plein de joie, de bonheur, de réussite et
de sérénité. Je vous exprime à travers ce travail mes sentiments de
fraternité et d'amour.**

A mon binôme,

**Ma meilleure amie, qui m'a accompagné tout en long de cette année pour
réaliser ce travail, celle qui est toujours là quand j'ai besoin d'elle, celle qui
sait parfaitement comment me remonté le moral, a celle qui m'a beaucoup
encouragé et soutenu au moment où j'allais baisser les bras. On a pu
surmonter tous les obstacles de cette année pour enfin savourer notre
réussite à deux**

Lycia

Liste des figures

| | |
|---|----|
| Figure 1: Constituants d'un matériau composite | 3 |
| Figure2: Classification des composites basée sur les matériaux de la matrice..... | 4 |
| Figure3 : Classification des fibres naturelles..... | 7 |
| Figure4: Photographie en microscopie électronique à balayage d'une fibre de coton..... | 8 |
| Figure5 : Structure d'une fibre de bois | 9 |
| Figure6: Représentation schématique d'une fibre de bois..... | 10 |
| Figure7 : Structure chimique de la cellulose | 12 |
| Figure8: Structure d'un type de xyloglucane | 13 |
| Figure9 : Représentation schématique de la Structure des monolignols et unités phenylpropanes associées (a) et la structure de la lignine (b)..... | 14 |
| Figure10: Roseau commun (<i>phragmites australis</i>) | 15 |
| figure11 : Schéma de polymérisation du chlorure de vinyle | 19 |
| Figure 12 : Schéma d'une presse à compression..... | 21 |
| Figure 13 : Schéma d'une presse à injection | 22 |
| Figure 14 : Schéma d'une extrudeuse..... | 23 |
| Figure15: Formule chimique du DOP | 36 |
| Figure16: formule chimique du lubrifiant | 37 |
| Figure17: Emplacement de Chamelal sur google earth..... | 37 |
| Figure18 : Roseau en petit morceau | 38 |
| Figure19: Moulin à café « SEB » | 38 |

| | |
|---|-----------|
| Figure20: Tamisage de la farine du roseau à différentes granulométrie | 39 |
| Figure21: (a)-l'ajout du DOP dans le mélange, (b)- le mélange du compound | 40 |
| Figure22: Mélangeur à deux cylindres de SCUYER de type A 80 | 40 |
| Figure23: (a)- presse de marque FUNDJINE DE MODEL TP 400, (b)-l'obtention de la plaque | 41 |
| Figure24: (a)-Model des éprouvettes de type H, (b)- caractérisations d'éprouvettes obtenus ... | 42 |
| Figure25: Balance analytique | 43 |
| Figure26: Creusets remplis | 43 |
| Figure27: Four à moufle | 43 |
| Figure28: Dessiccateur | 43 |
| Figure29: Echantillons..... | 44 |
| Figure30: Pesés des échantillons | 44 |
| Figure31: Etuve | 45 |
| Figure32 : Immersion des échantillons dans des béchers..... | 45 |
| Figure33 : Balance analytique | 46 |
| Figure34: Agitateurs « HEIDOLPH MOTOR »..... | 46 |
| Figure35: Spectrophotomètre « HELIOSEPSILON »..... | 47 |
| Figure 36 : (a) tube à essai dans un bain Marie ; (b) tube à essai après le bain Marie | 47 |
| Figure37: Formule de calcul d'absorption d'eau..... | 49 |
| Figure38: Pesé des plaques | 49 |
| Figure39: Immersion des plaques | 49 |
| Figure40: Plaques après immersion..... | 49 |

| | |
|---|-----------|
| Figure41: Machine d'essai de traction de marque ZWICK de type BTC-FR 2,5TN.N.09 | 50 |
| Figure42: (a)- Eprouvette avant le test de traction et (b)- éprouvette après le test de traction . | 50 |
| Figure43: Aspect des trois échantillons après calcination..... | 52 |
| Figure44: Valeurs moyennes du taux des phénols totaux dans le roseau..... | 54 |
| Figure45: Taux d'absorption en fonction de taux de la farine | 55 |
| Figure46: Allongement à la rupture des différentes formulations du composite PVC/Roseau. | 56 |
| Figure47: Contrainte à la rupture des différentes formulations composites PVC/roseau | 57 |
| Figure 48: Module d'Young des différentes formulations du composite PVC/farine du roseau | 58 |
| Figure 49 : Micrographie des constituants vierges..... | 59 |
| Figure50: Micrographie du faciès de rupture des composites | 60 |

Liste des tableaux

| | |
|---|-----------|
| Tableau I: Structure moléculaire de quelques polymères industriels..... | 6 |
| TableauII: Composition chimique de quelques fibres végétales | 11 |
| Tableau III : Composition chimique de la fibre de roseau..... | 17 |
| Tableau IV: Propriétés du pvc..... | 20 |
| Tableau V: Formulations du composite PVC/ cellulose N ou cellulose H | 33 |
| Tableau VI : Différentes quantités des produits utilisés | 52 |
| Tableau VII: Résultats de calcul du taux de cendre..... | 52 |
| Tableau VIII : Résultats de calcul du taux d'absorption de la farine | 53 |

Liste des abréviations

ATG: Analyse Thermogravimétrique

CO₂ : dioxyde de carbone

DOP: Dioctyle Phtalate

GO: Grignon d'olive

MEB : Microscopie Electronique à Balayage

MPa: Méga pascal

IRTF: Infra rouge à Transformer de Fourier

PCR : polymerase chain reaction

PE: Polyéthylène

PET : polyesters saturés thermoplastiques

PP: Polypropylène

PS : Polystyrène

PVC: Poly (Chlorure de Vinyle)

RO: Roseau commun

SEM: Scanning Electron Microscopy

TAPPI: Technical Association of the Pulp and Paper Industry

WPC: Wood Plastique Composite

Sommaire

| | |
|---|----------|
| Introduction générale..... | 1 |
| Chapitre I : Rappels Bibliographiques | |
| I.1 : Généralités sur le bois polymère | 3 |
| I.1.1: Plastique des composites bois-polymère..... | 5 |
| I.1.2 : Thermoplastique..... | 5 |
| I.1.3 : Thermodurcissables | 6 |
| I.2 : Fibre végétale | 7 |
| I.2.1 : Morphologie de la fibre | 7 |
| I.2.2 : structure de la fibre | 8 |
| I.2.3 : composition de la fibre végétale | 9 |
| I.2.3.1 : Cellulose | 11 |
| I.2.3.2: Hémicellulose..... | 12 |
| I.2.3.3 : Lignine | 13 |
| I.2.4 : Présentation de la fibre végétale étudiée | 14 |
| I.2.4.1 : Généralités sur le roseau commun | 14 |
| I.2.4.2 : Définition du roseau commun | 15 |
| I.2.4.3 : Classification et position systématique du roseau commun..... | 16 |
| I.2.4.4 : Morphologie du roseau commun..... | 16 |
| I.2.4.5 : Composition chimique du roseau commun..... | 16 |
| I.2.4.6 : Impact du roseau commun | 17 |
| I.3 : Généralités sur le polychlorure de vinyle | 18 |
| I.3.1 : Synthèse du polychlorure de vinyle | 18 |
| I.3.2 : Propriétés du polychlorure de vinyle | 19 |

| | |
|---|----|
| I.3.3 : Impact de polychlorure de vinyle | 20 |
| I.4 : Procédés de fabrication des composites..... | 21 |
| I.4.1 : Technique de plasturgie : | 21 |
| I.4.1.1 : Moulage par compression | 21 |
| I.4.1 .2 : Moulage par injection | 22 |
| I.4.1 .3 : Moulage par extrusion | 22 |
| I.5 : Adhésion des composites à base de fibre végétale et d'une matrice | |
| Thermoplastique | 23 |
| I.5.1 : Méthodes de modification physique | 24 |
| I.5.2 : Méthodes de modification chimique..... | 24 |

Etat de l'art

Chapitre II : Matériels Et Méthodes

| | |
|--|----|
| II.1- Matériaux utilisés | 36 |
| II.1.1- Résine de PVC..... | 36 |
| II.1.2- Plastifiant | 36 |
| II.1.3- Stabilisant thermique | 37 |
| II.1.4- Lubrifiant | 37 |
| II.2- mise en œuvre du composite | 37 |
| II.2.1- Récolte..... | 37 |
| II.2.2- Broyage | 37 |
| II.2.3- Tamisage | 38 |
| II.3- Elaboration du composite PVC/roseau commun | 39 |
| II.3.1- Obtention des plaques | 40 |
| II.3.2- Préparation des éprouvettes de types H..... | 41 |
| II.4- Caractérisation chimique de la farine | 42 |
| II.4.1- Détermination du taux de cendre..... | 42 |

| | |
|---|-----------|
| II.4.2- Détermination du taux d'absorption d'eau de la farine du roseau commun..... | 44 |
| II.4.3-Détermination du taux de polyphénol de la farine du roseau commun..... | 48 |
| II.4.3.1-Définition des composés phénoliques | 45 |
| II.4.3.2-Matériels et réactifs utilisés au laboratoire | 45 |
| II.4.3.3-Extraction des polyphénols | 46 |
| II.4.3.4-Dosage des polyphénols totaux | 47 |
| II.4.4-Analyse morphologique par MEB..... | 48 |
| II.5-Tests et analyses des composites..... | 49 |
| II.5.1-Taux d'absorption d'eau..... | 49 |
| II.5.2-Test de traction | 50 |
| II.5.3-Analyse morphologique par MEB..... | 51 |
| Chapitre III : Résultats Et Discussion | |
| III-1-Caractérisation chimique de la farine | 52 |
| III-1-1-Détermination du taux de cendre..... | 52 |
| III-1-2-Détermination du taux d'absorption d'eau de la farine du roseau commun..... | 53 |
| III-1-3-Détermination du taux de polyphénol | 54 |
| III-2-Tests et analyses des composites | 55 |
| III-2-1-Test d'absorption d'eau | 55 |
| III-2-2-Test de traction | 56 |
| III-2-3-Analyse morphologique par le MEB | 59 |
| III-2-3-1- Analyse des constituants vierges..... | 59 |
| III-2-3-2- Analyse MEB des différentes formulations | 60 |
| Conclusion et Perspectives..... | 63 |

Références Bibliographiques

Annexe

Introduction générale

Actuellement, la préoccupation pour la sécurité environnementale, le développement d'une image plus écologique, et la réalisation des gains de masse et d'énergie attirent plusieurs chercheurs et industries. C'est pour cela, que des études ont été entreprises pour établir plusieurs façons d'utiliser les matériaux lignocellulosiques comme charge ou renfort à la place des charges synthétiques, car la plupart des fibres synthétiques ne répondent pas aux besoins environnementaux, en termes de recyclage, de biodégradabilité [1, 2, 3].

Par exemple, les fibres naturelles, utilisées dans le secteur du transport, permettent de réduire le poids des véhicules, ce qui est avantageux. En effet, les pièces automobiles à base de fibres naturelles réduisent le poids des véhicules, entraînant de la sorte une diminution de la consommation de carburant durant le transport, et par conséquent diminuent aussi le réchauffement climatique.

Aussi, l'industrie des matières plastiques doit faire face à une diminution des ressources pétrolières, et à la prise de conscience des populations de l'impact des matériaux plastiques sur notre environnement (dégagement de CO₂). Ainsi les politiques actuelles dans les industries des polymères se basent sur trois grands principes : le respect de l'environnement et des Hommes, la réduction des déchets et des matières polluantes, et le remplacement partiel ou total des dérivés pétrochimiques par des ressources renouvelables [4].

C'est dans cet esprit que l'utilisation des ressources renouvelables dans les matériaux plastiques devient de plus en plus fréquente de nos jours, et les marchés sont de plus en plus axés vers une demande en produits plus respectueux de l'environnement. Pour les développer et les améliorer, des recherches sont menées dans de nombreux laboratoires à l'échelle internationale. Ces matériaux nommés éco-matériaux, bio-composites, matériaux composite bois-polymères, etc. ont pris une importance dans différentes sociétés développées ou en voie de développement.

Les avantages techniques de l'utilisation des matériaux lignocellulosique tel que l'alfa, le sisal, le coton, etc. dans les matériaux polymères offre plusieurs avantages technico-économiques : faible coût, une faible densité, une ténacité élevée, des propriétés de résistance mécanique, récupération énergétique accrue et biodégradabilité [5].

En Algérie plusieurs fibres naturelles se trouvent en abondance. Leurs récoltes et leurs industrialisations sont une source de revenus considérable pour des populations entières. L'une des fibres végétales locales de la région de Tizi-Ouzou est le roseau commun. Cette fibre est intéressante du point de vue économique, à cause de son abondance et sa disponibilité [1].

Introduction générale

L'objectif général de ce travail est de mettre en valeur cette plante dans l'élaboration d'un matériau composite à base de PVC et de la farine de ce dernier, ensuite le caractériser par les propriétés chimique (absorption d'eau et taux de cendres etc...), des tests mécaniques de traction (allongement et contrainte à la rupture, module d'Yong) et le test structural microscopie électronique à balayage(MEB).

Ce mémoire est organisé en trois chapitres:

- Le première chapitre comporte une étude bibliographique, nous avons présenté le composant bois-polymère, une synthèse de résultats de recherches sur la fibre végétale, ses composantes, une présentation générale du polychlorure de vinyle (PVC), et on finit avec des résumés de différents travaux de recherches menés dans ce domaine ;
- le deuxième chapitre présente la partie expérimentale, où nous mettrons l'accent sur les matériaux utilisés à travers des descriptions, les techniques expérimentales élaborées, et la mise en œuvre du composite, ainsi que les techniques de caractérisation physico-chimique, morphologique de la charge de roseau et du composite, ainsi l'analyse mécanique de ce dernier;
- le troisième chapitre est consacré à la discussion de l'ensemble des résultats obtenus à partir des différents tests effectués ;
- Enfin, le mémoire s'achève par une conclusion générale. Il s'agit d'une synthèse des résultats obtenus, les conclusions tirées de cette étude et les perspectives envisagées.

I-1- Généralité sur le bois-polymère

Le bois-polymère est produit industriellement depuis les années 80, mais le marché a sensiblement augmenté depuis une vingtaine d'années, essentiellement aux Etats-Unis. Car de tout temps, les polymères naturels avaient été utilisés par l'Homme sous la forme de matériaux ou de fibres textiles [6]. La rareté de certains d'entre eux a poussé les chercheurs à transformer chimiquement les polymères naturels en polymères artificiels [7]. Le choix des constituants des matériaux repose sur plusieurs critères.

Le plus important est le fait que les matériaux associés ensemble doivent donner naissance à un composite ayant des propriétés plus intéressantes que celles de chaque matériau pris seul, et ce pour répondre aux exigences de conception, fabrication, résistance et sécurité. Dans un matériau composite, différentes phases coexistent. On peut donc distinguer la matrice et le renfort. La matrice constitue la phase continue à l'intérieur du composite, alors que le renfort désigne la phase discontinue, dispersée d'une manière aléatoire [8].

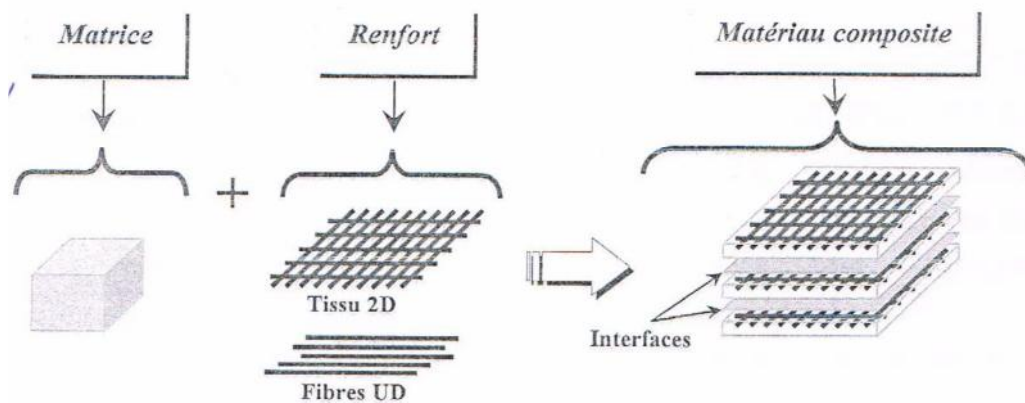


Figure 1: constituants d'un matériau composite [9].

L'industrie du bois-polymère est en émergence à l'échelle internationale, elle est utilisée en quatre secteurs [10]:

- Les matériaux de construction comptent pour 75 % de la production. Les produits concernés sont principalement les patios, mais on les utilise également pour la fabrication de rampes, de clôtures, de portes et fenêtres et de moulures décoratives.

Chapitre I : Rappels bibliographiques

- Les produits industriels et de consommation représentent 10 % de ce marché. Ils servent à la fabrication de meubles, d'armoires, de planchers, de palettes de manutention, de tasseaux, de caisses et de contenants.

- Les véhicules automobiles occupent 8% de ce secteur. On y retrouve des composants d'intérieur de véhicules comme les panneaux de portes, les composants de coffres arrière, les vide-poches, et les couvre-bagages, etc.

- Les autres applications concernent principalement les infrastructures municipales, les applications marines, etc. Elles comptent pour 7 % de la production. Parmi les produits fabriqués : les équipements de parcs, soit les tables de pique-niques, les modules de jeux, etc.

Les composites peuvent aussi être classés selon la nature de leurs matrices, en trois familles principales présenté sur la figure ci-dessous.

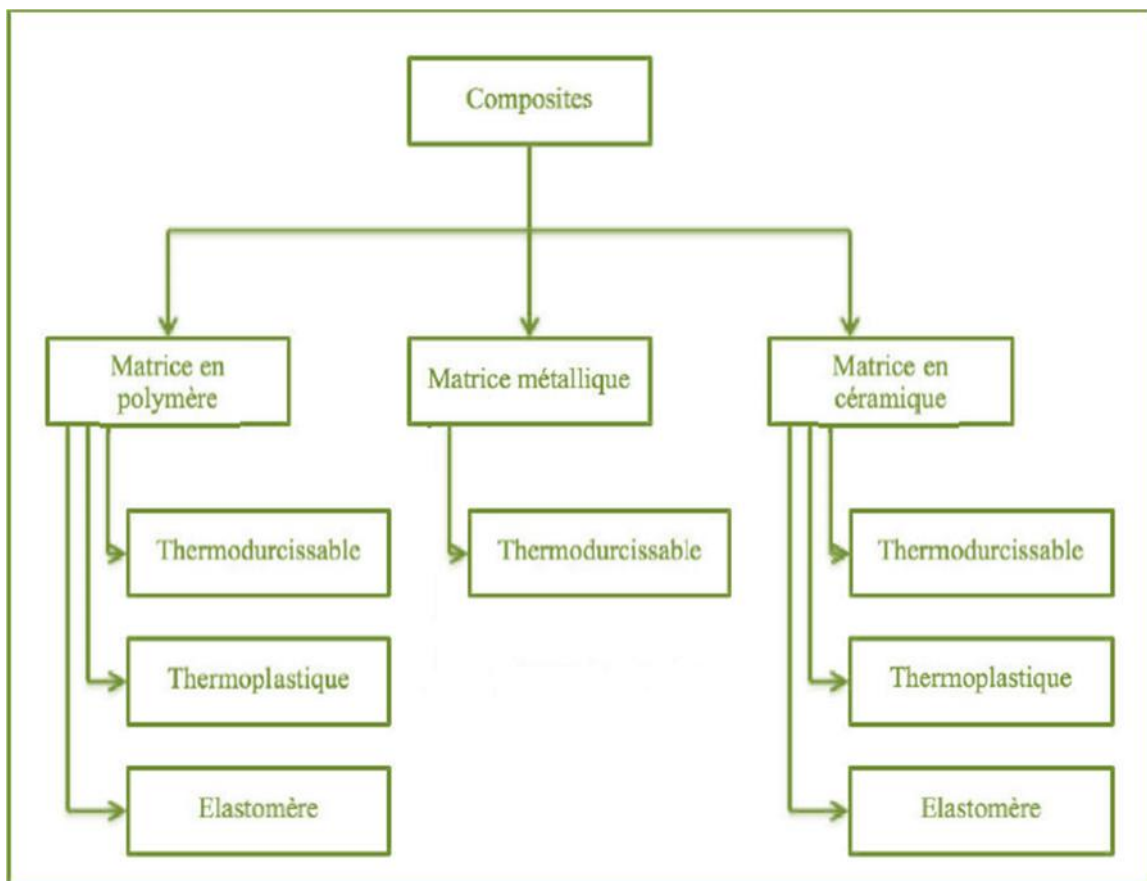


Figure 2 : classification des composites basée sur les matériaux de la matrice [11].

I-1-1- Plastique des composites bois-polymère

Les composites bois-polymère sont des matériaux fabriqués à partir d'un mélange de fibres de bois et d'un polymère thermoplastique, dans le but d'obtenir un produit présentant certaines caractéristiques de ces deux ressources, soit, entre autres, l'apparence du bois et la performance du plastique en milieu humide [12].

Souvent fabriqué à partir de matières recyclées, ils offrent la possibilité de valoriser les résidus du bois et le plastique. Si la production des composites bois-polymère trouve de plus en plus de place dans l'industrie, c'est parce que les produits présentent plusieurs avantages dont on peut citer [12]:

- Environnemental: matière première renouvelable avec un caractère écologique.
- Économique: moins cher, gain de poids et de prix, valorisation des sous-produits.
- Technologique: amélioration de la stabilité thermique des matrices, moyens de transformation peu coûteux, matière ayant une résistance élevée à la traction et une rigidité pour les matrices thermodurcissables et thermoplastiques.

Dans le domaine des WPC'S, les deux grandes familles de polymères synthétiques utilisées sont les thermodurcissables et les thermoplastiques [7].

I-1-2- Thermoplastiques

Les thermoplastiques sont généralement des dérivés de monomères linéaires ou légèrement ramifiés. Ces monomères constituant le motif de base qui est répété plusieurs fois pour au final former la chaîne polymère [13]. La fabrication de ces résines atteint de loin le plus gros tonnage du fait d'un faible coût, et possède la propriété de pouvoir être mise en forme plusieurs fois par chauffages et refroidissements successifs. Ces résines peuvent donc être récupérées et facilement recyclées, elles peuvent résister en service continu à des températures de l'ordre de 200°C et plus [14].

Il existe environ quarante familles de thermoplastiques classées selon leurs structures chimiques. Parmi ces résines nous citerons : le polychlorure de vinyle (PVC), le polyéthylène (PE), le polypropylène (PP), le polycarbonate, le polystyrène (PS), et les polyesters saturés thermoplastiques (PET) [9].

Chapitre I : Rappels bibliographiques

L'emploi de ces matrices s'est développé à partir des années soixante-dix du siècle dernier car elles présentent un certain nombre d'avantages par rapport aux matrices thermodurcissables : des cycles de transformation plus courts, une meilleure tenue à l'impact et à la fatigue, un recyclage possible, et elles se ramollissent à la chaleur [15,16].



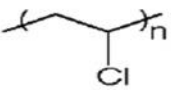
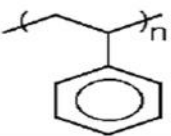
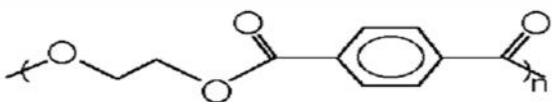
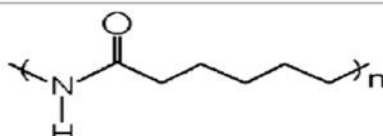
I-1-3- Thermodurcissables

Un matériau thermodurcissable est un polymère de structure tridimensionnelle, qui ne peut pas revenir à son état solide d'origine après le chauffage en raison des grandes liaisons chimiques fortes entre les macromolécules [13].

Ces résines ne peuvent être mise en forme qu'une seule fois [14]. Elles deviennent infusibles et insolubles après polymérisation. Une fois durcis, leur forme ne peut plus être modifiée [7]. En effet, après polymérisation par apport de chaleur en présence d'un catalyseur, ces résines conduisent à une structure géométrique qui ne peut être détruite que par un apport important d'énergie thermique. Ainsi, elles possèdent des propriétés mécaniques et surtout thermomécaniques plus élevés que les résines thermoplastiques [14].

Parmi les principales résines thermodurcissables utilisées dans la mise en œuvre des matériaux composites : les polyesters insaturés, les époxydes, les vinyle-esters, les phénoliques et les uréthanes [7,16]. Le tableau 1 ci-dessous présente les structures moléculaires des principaux polymères industriels.

Tableau I : Structure moléculaire de quelques polymères industriels [7].

| Sigle | Structure moléculaire | Désignation courante |
|-------|---|-------------------------------|
| PE |  | polyéthylène |
| PP |  | polypropène |
| PVC |  | poly(chlorure de vinyle) |
| PS |  | polystyrène |
| PET |  | poly(téréphtalate d'éthylène) |
| PA-6 |  | polycaprolactame |

I-2- Fibres végétales

Au cours des dernières décennies, les fibres naturelles ont reçu une attention croissante tant auprès du monde universitaire, que de diverses industries dans les différents domaines des composites. Elles sont très utilisées en raison de leur disponibilité, leur utilisation valorise donc les ressources locales d'un pays donné, tout en respectant l'environnement [8]. Les fibres végétales se subdivisent elles-mêmes selon leur origine naturelle telle que la montre la figure 3.

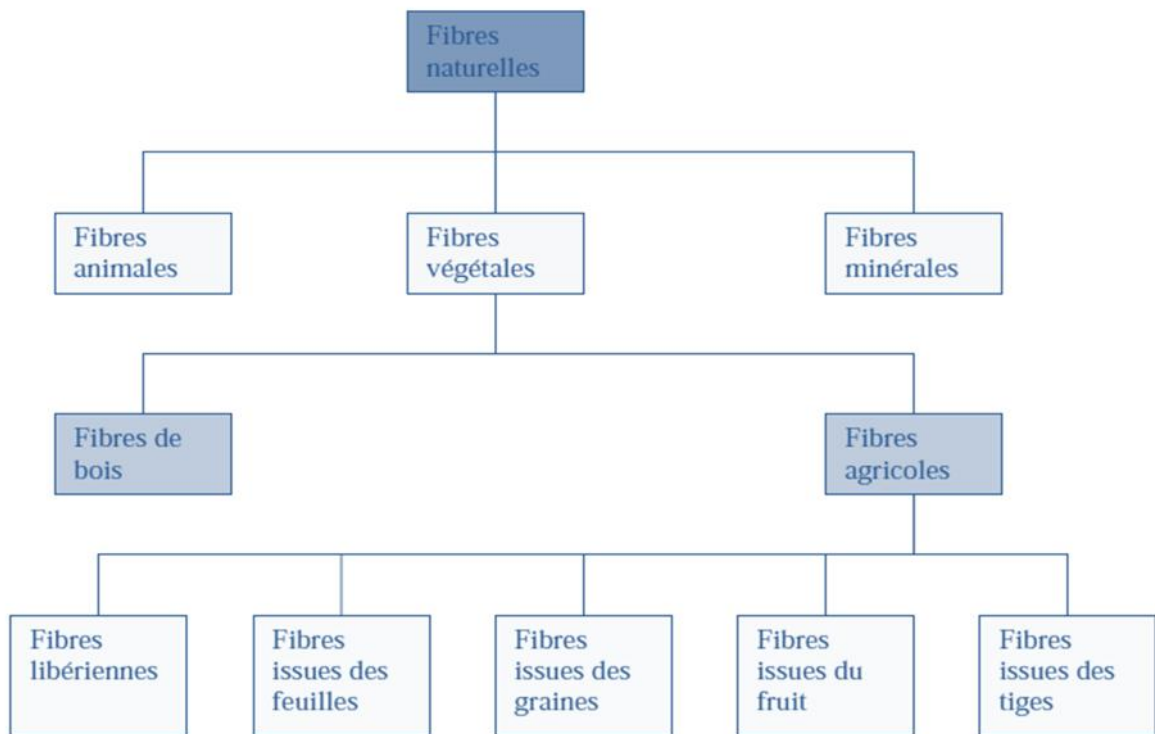


Figure 3: Classification des fibres naturelles [17].

Parmi les fibres d'origine végétale, on peut donc citer les fibres libériennes qui sont extraites de tiges de plantes (chanvre, lin, ramie, jute), les fibres dures qui sont extraites de feuilles, de troncs ou d'écorces de fruits (sisal, chanvre de manille, noix de coco) et les fibres qui proviennent des poils séminaux de graines (coton, kapok) [1].

I-2-1- Morphologie des fibres végétales

Sur le plan morphologique, la fibre végétale présente une variabilité très importante en fonction de son origine. En effet, les dimensions des fibres végétales dépendent de l'état de maturité et aussi des conditions environnementales de croissance de la plante. La variabilité du

Chapitre I : Rappels bibliographiques

diamètre peut être très importante le long de la même fibre végétale, cette dernière se caractérise aussi par la variabilité de l'épaisseur de sa paroi cellulaire, qui découle de celle de la porosité des fibrilles [18].

La morphologie des fibres végétales peut constituer une donnée importante pour bien appréhender les transferts de contrainte aux interfaces fibre-matrice [18].

Pour illustrer la morphologie d'une fibre, La figure 4 présente à titre d'exemple la structure torsadée d'une fibre de coton.

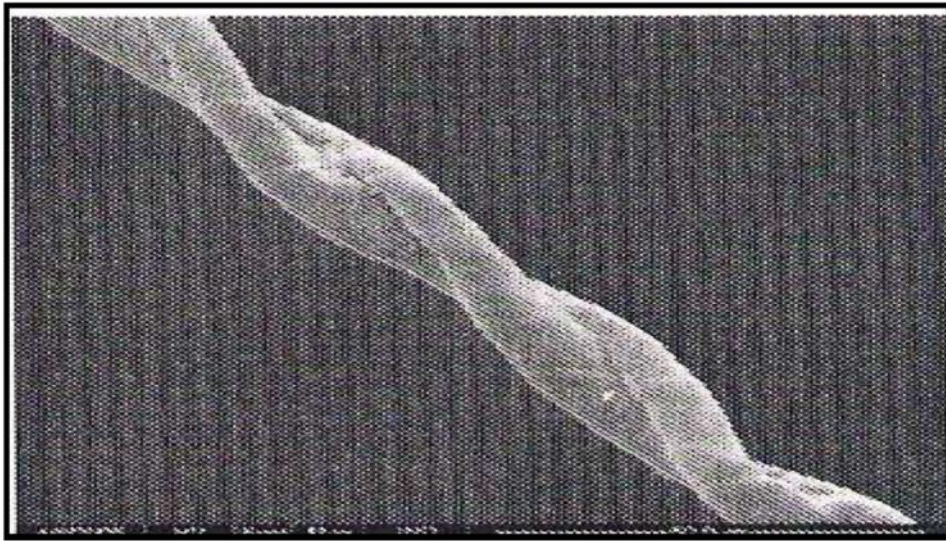


Figure 4: Photographie en microscopie électronique à balayage d'une fibre de coton [18].

I-2-2- la structure d'une fibre

Les fibres végétales sont considérées comme un matériau bio-composite multicouches dans lequel la lignine joue le rôle d'une matrice enrobant des faisceaux de fibres individuelles, qui jouent le rôle de renfort [13]. Chaque faisceau est composé de plusieurs cellules fibreuses liées entre elles par la lamelle mitoyenne.

Quelle que soient l'origine de ces fibres, arbres ou plantes annuelles, elles ont toutes la même structure de base. La cellule fibreuse est constituée de l'extérieur vers l'intérieur par deux parois : primaire et secondaire, la seconde étant elle-même constituée de trois couches que l'on nomme S1, S2 et S3 et au milieu se trouve le lumen [18, 4,13].

Chapitre I : Rappels bibliographiques

La paroi primaire est constituée d'une faible quantité de cellulose dans un arrangement désordonné des microfibrilles. Contrairement à la paroi secondaire, elle contient une plus grande part de cellulose disposée de manière plus organisée [4].

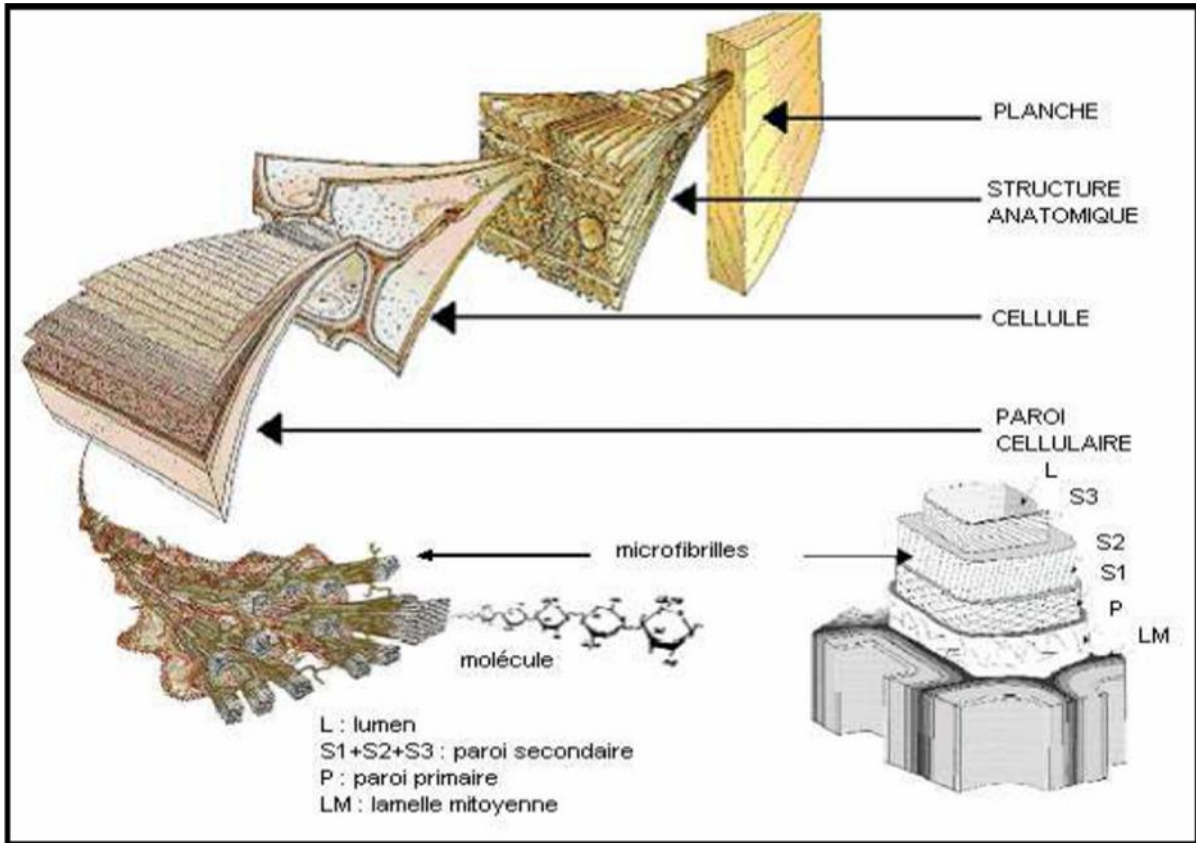


Figure 5: Structure d'une fibre de bois [18].

I-2-3- La composition chimique des fibres végétales

La biomasse végétale est constituée de plusieurs macromolécules étroitement liées entre elles au sein de la paroi végétale. Dans le cas de la tige des fibres végétales, au sein de leurs parois trois composés majoritaires se distinguent: la cellulose, l'hémicelluloses et les lignines.

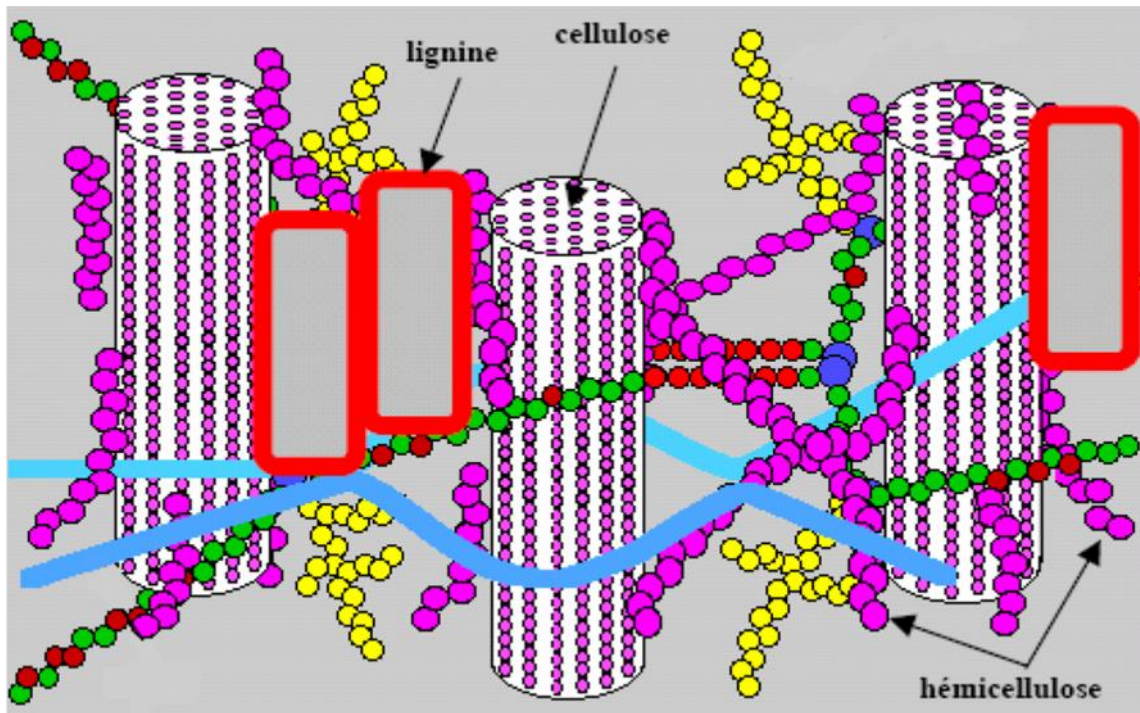


Figure 6: Représentation schématique d'une fibre de bois [7].

La proportion de ces divers composants varie d'une espèce à une autre. À l'intérieur de chaque fibre, la lignine joue le rôle d'une matrice enrobant la cellulose, qui est une structure très rigide [8], et les hémicelluloses jouent le rôle de comptabilisant à l'interface entre ces deux éléments [1].

A ces trois principaux constituants viennent s'ajouter des substances de faible poids moléculaire les extractibles et les cendres [13,1]. Le tableau ci-dessous nous montre la composition chimique de quelque fibre végétale.

Chapitre I : Rappels bibliographiques

Tableau II : Composition chimique de quelques fibres végétales [2].

| Type de fibre | Cellulose (%) | Lignine (%) | Hémicelluloses (Pentoses) (%) | Pectine (%) | Cendres (%) | Silice (%) |
|------------------------------|---------------|-------------|-------------------------------|-------------|-------------|------------|
| <u>Fibres de canne à</u> | | | | | | |
| Sucre | 32-44 | 19-24 | 22(27-32) | - | 1,5-5 | 9 |
| Bambou | 26-43 | 21-31 | 15(15-26) | - | 1,7-5 | |
| <u>Fibres d'herbes</u> | | | | | | 0,7 |
| Alfa (Esparto) | 33-38 | 17-19 | 27-32 | - | 6-8 | - |
| Sabai | 22 | 23,9 | 24 | - | 6 | - |
| Fibres de roseaux | 44,75 | 22,8 | 20 | - | 3 | 2 |
| <u>Fibres périlibérienne</u> | | | | | | - |
| Lin | 43-47 | 21-23 | 16(24-26) | 2.3 | 5 | - |
| Kenaf | 31-39 | 15-19 | 19(22-23) | - | 2-5 | - |
| Jute | 45-53 | 21-26 | 15(18-21) | 0.2 | 0,5-2 | - |
| Chanvre | 57- 77 | 3.7- 13 | 14- 22.4 | 0.9 | 0.8 | - |
| Ramie | 68.6- 91 | 0.6-0.7 | 5- 16.7 | 1.9 | - | - |
| Coco | 36-43 | 41-45 | 0,15-0,25 | 1.9 | 2,7-10,2 | - |
| <u>Fibres centrales</u> | | | | | | - |
| Kenaf | 31-44 | 15-21 | 18-24 | 0.2 | 2-4 | - |
| Jute | 41 | 24 | 18-22 | - | 0,6-1 | - |
| <u>Fibres de feuilles</u> | | | | | | |
| Abaca (Manila) | 60,8 | 8,8 | 20(15-17) | 10 | 1,1 | - |
| Sisal (agave) | 43-56 | 7-9 | 12(21-24) | - | 0,6-1 | - |
| Henequen | 77.6 | 13.1 | 4- 8 | - | - | - |
| Ananas | 70-82 | 5-12 | 18 | - | 0,7-0,9 | - |
| Banane | 60-65 | 5-10 | 6-8 | - | 4,7 | - |

I-2-3-1- Cellulose

La cellulose est un polymère qui existe à l'état naturel et qui est particulièrement important, puisqu'il est le constituant principal de la masse végétale [19]. C'est aussi la molécule biologique la plus abondante sur terre, elle représente environ $1,5 \times 10^2$ tonnes dans la production totale annuelle de biomasse [4].

La cellulose est un polysaccharide de la série des -D-glucanes, constituée de plus de 95 % de glucose ($C_6H_{12}O_6$). Son motif répétitif est le cellobiose constitué de deux -D-glucopyranoses, liées entre elles par des liaisons covalentes. Le nombre de maillons de glucose (ou degré de polymérisation) varie suivant l'origine de la cellulose [2,20].

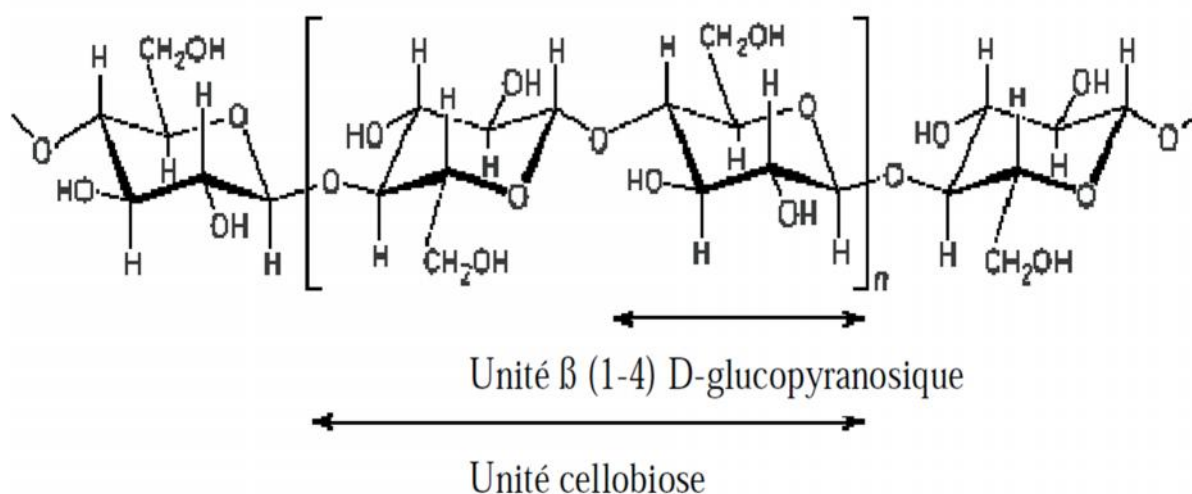


Figure 7: Structure chimique de la cellulose [7].

I-2-3-2-Hémicellulose

Les hémicelluloses sont des copolymères d'oses. Ces chaînes sont beaucoup plus courtes et ramifiées. Les unités oses sont constituées par des pentoses, des hexoses, des acides uroniques et désoxyoses [2].

Les hémicelluloses sont par définition les polysaccharides solubles dans l'eau et pouvant être extraites de la paroi des cellules végétales par des solutions alcalines. Ce sont des polysaccharides de masse moléculaire plus faible que celle de la cellulose. Elles sont composées de sucres neutres : xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose, et d'acides uroniques [19].

Leurs degré de polymérisation est compris entre 200 et 300, et leur structure dépend de l'espèce végétale (type cellulaire, localisation dans la paroi ou bien encore âge des tissus) [20].

La classe d'hémicelluloses la mieux étudiée correspond aux xyloglucanes qui sont constitués d'une chaîne de glucose et de courtes chaînes latérales de xylose, galactose et fucose [19].

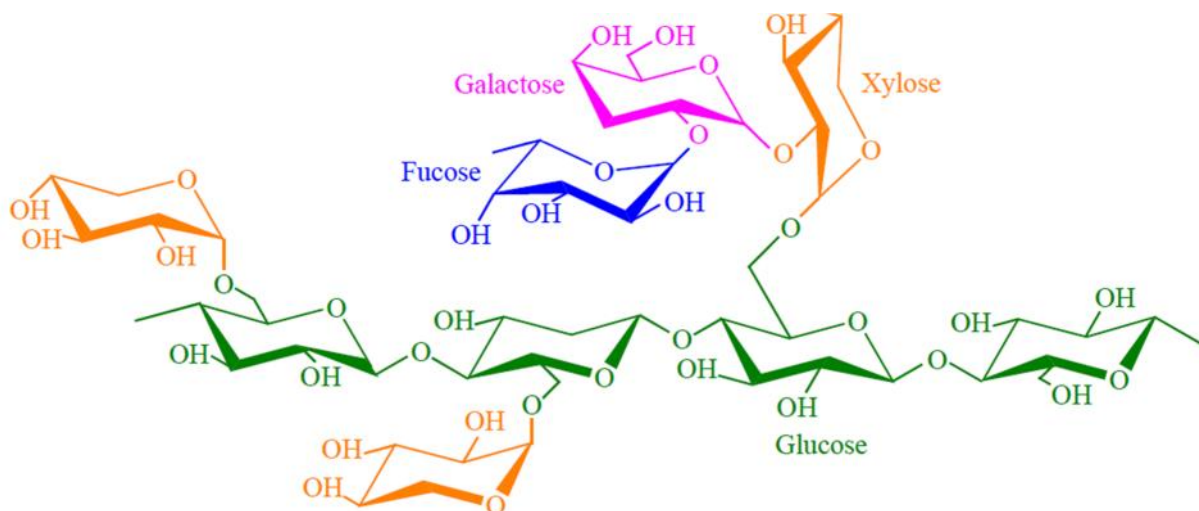


Figure8: Structure d'un type de xyloglucane [19].

I-2-3-3- Lignines

La lignine présente une grande variabilité structurale suivant l'origine botanique, c'est pourquoi on parle plus généralement des lignines que de la lignine. Ce sont des polymères tridimensionnels provenant de la polymérisation radicalaire de trois alcools phénylpropénoïques (l'alcool coumarylique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique). Ces différents alcools mènent respectivement, après polymérisation, aux unités p-hydroxyphényles, guaicyles et syringyles constitutives de la structure réticulée des lignines (Figure 9) [7,2].

La lignine est l'un des polymères biosourcés les plus abondants sur terre après les polysaccharides, elle constitue de 15 à 40% de la matière sèche des arbres et de 5 à 20% des tiges des plantes annuelles. C'est également le polymère aromatique naturel le plus abondant [4].

Elle est responsable de la rigidité et de la dureté des bois et des plantes. Aussi, elle contribue à la résistance mécanique des parois des cellules de la plante et confère une résistance et une protection naturelle des végétaux. De plus elles possèdent une fonction protectrice vis-à-vis des polysaccharides contre la dégradation biologique et atmosphérique et en termes de résistance à l'humidité. Enfin grâce à son caractère plutôt hydrophobe, la lignine entraîne une résistance à l'eau et contrôle aussi le transport des solutions, ainsi que la teneur en eau des plantes [19, 20, 1].

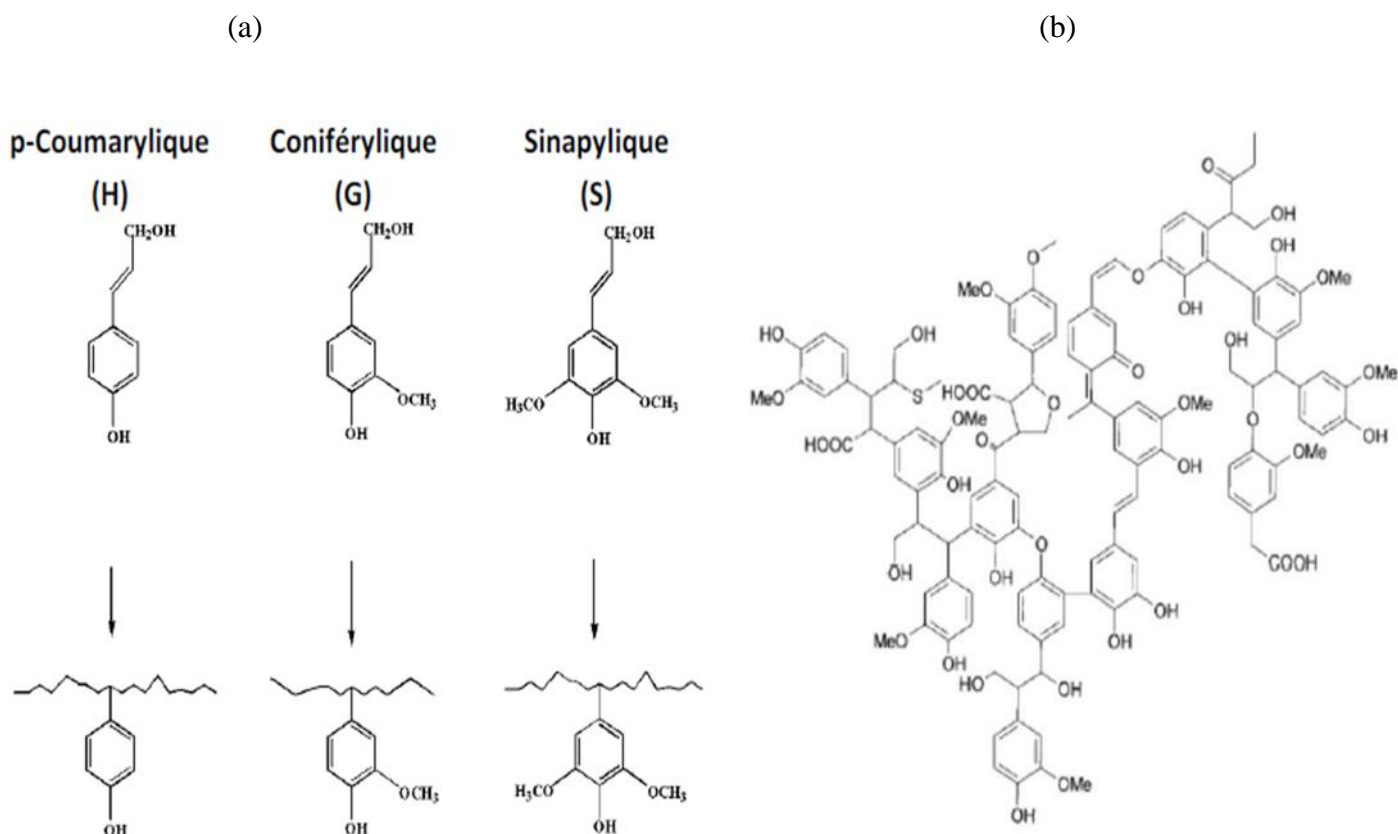


Figure9: Représentation schématique de la structure des monolignols et unités phenylpropanes associées (a) et la structure de la lignine (b) [4].

I-2-4- Présentation de la fibre végétale étudiée

I-2-4-1-Généralités sur le Roseau commun

Il existe plusieurs roseaux communs, qui ont évolué indépendamment pendant des milliers d'années. Depuis le début du XX^e siècle, on assiste en Amérique du Nord à une invasion cryptique d'origine eurasiennne [21].

Les espèces du genre roseau commun se développent en large population, constituant un élément important des écosystèmes des zones submergées [22]. Il est le plus répandu dans le monde, on le trouve sur tous les continents, sauf en antarctique à l'exception de la toundra arctique et des forêts équatoriales pluvieuses, Il s'agit d'une espèce hydrophile qui se trouve naturellement dans les milieux humides ou les plaines inondables, comme les marais d'eau douce ou saumâtre [23].

I-2-4-2- Définition du roseau commun

Le roseau commun nommé le *phragmite communis* est une plante vasculaire d'une famille des graminées [23], c'est aussi une espèce héliophyte, cosmopolites. Il peut se rencontrer jusqu'à 1000m d'altitude [22].

Cette plante vivace (Fig10) peut atteindre une grande taille (plus de 6 m) et former des colonies monospécifiques particulièrement denses pouvant contenir jusqu'à 325 tiges par mètre carré. Les tiges, dont le diamètre varie de 4 à 10 mm, sont produites à chaque printemps, mais elles meurent à la fin de l'automne. Elles demeurent toutefois érigées en hiver, et ce n'est qu'au printemps suivant qu'elles s'affaissent progressivement sur le sol et forment une litière qui peut atteindre plusieurs centimètres d'épaisseur et qui est lente à se décomposer. Les tiges sont surmontées d'une panicule (inflorescence) plus ou moins touffue selon le génotype en présence [23].



Figure10: Roseau commun (*phragmites australis*) (Originale, 2017).

I-2-4-3- Classification et position systématique du roseau commun

- **Règne** Végétal
- **Sous règne** Tracheobiontea
- **Division** Magnoliophyte
- **Classe** Liliopside
- **Sous classe** Commelinide
- **Ordre** Cyperales
- **Famille** Poacées
- **Genre** Phragmites
- **Espèce** *Phragmites australis*

I-2-4-4-morphologie du roseau commun

Les *phragmites communis* sont des plantes pérennes, rhizomateuses, les rhizomes sont rampants et très ramifiés, d'une couleur brun jaunâtre qui émet de nombreuses poussées élevées de 0,6 à 6m.

Ils sont caractérisés par des tiges qui sont hampes florales ou chaumes ordinairement simples, non ou à peine striées, glabres, lisses et luisantes et sont à nœuds ordinairement cachés par des gaines. Ces dernières sont arrondies, simples striées, glabres, auréolées à la gorge, à oreillettes plus au moins barbues.

Aussi leurs feuilles sont glauques, à ligule courtes, très brièvement membraneuse papyracées ; densément ciliées, à cils les uns courts (1mm), les autres longs, pouvant atteindre (5mm). Pour les panicules ; elles sont grandes, lâches, plus au moins pédonculées, ovées ou oblongues, très rameuses, plus au moins denses.

Et enfin, les épillets sont très nombreux, grands, soyeux par les longs poils de la rachéole qui se désarticule entre les fleurs. Ils sont comprimés latéralement, à glumes nettement

Chapitre I : Rappels bibliographiques

inégalement, aiguës, l'inférieure ovale, lancéolée, scabre sur le dos au niveau de la nervure médiane, la supérieure lancéolée sur le nervure médiane [22].

I-2-4-5- Composition chimique du roseau commun

Les composants majoritaires des fibres de roseaux communs sont la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Il y a d'autres produits minoritaires comme les extractibles par les solvants organiques, les protéines, l'amidon et d'autres produits inorganiques. La composition chimique des fibres dépend de la source, mais d'une façon générale on peut dire qu'on a à peu près toujours, une partie majoritaire qui correspond à la cellulose (le tableau 3)

Tableau III : composition chimique de la fibre de roseau [24].

| Fibre de roseau | Cellulose | Lignine | Hémicellulose | Cendre | Silice | Autres |
|-----------------|-----------|---------|---------------|--------|--------|--------|
| Composé (%) | 44.72 | 22.80 | 20.00 | 3.00 | 2.00 | 7.48 |

I-2-4-6- Impact du roseau commun

Notre étude s'est basée sur cette fibre végétale car elle fait part d'une menace environnementale et des impacts néfastes par exemple [23]:

➤ Etant une plante très compétitive, agressive, et difficile à contrôler, lorsque le roseau commun s'installe, il colonise rapidement un site grâce à des rhizomes et des stolons qui peuvent s'étendre sur plusieurs mètres en quelques semaines. Par conséquent, ça déloge les autres espèces présentes dans ce site.

De plus

- Il participe à diminuer la biodiversité,
- Il modifie l'écosystème,
- Adaptable et résistant, il tolère les inondations,
- Il génère des nouvelles populations par les fragments de tiges transportés avec le sol, le vent ou par l'eau.

Chapitre I : Rappels bibliographiques

➤ La grande taille du roseau commun pourrait nuire à la sécurité routière en obstruant des éléments de signalisation ou en empêchant les conducteurs de voir venir les véhicules qui veulent intégrer une voie rapide. Un massif de roseau Pourrait aussi cacher un animal sur le point de traverser la chaussée.

➤ Si le roseau commun peut agrémenter le paysage en bordure des routes sur quelques kilomètres, il peut aussi avoir l'effet inverse lorsque ses haies parcourent plusieurs dizaines de kilomètres d'un seul tenant; il banalise alors le paysage. Il peut aussi obstruer, en raison de sa grande taille, des percées visuelles intéressantes.

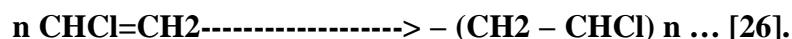
I-3-Généralités sur le polychlorure de vinyle (PVC)

Les polymères de synthèse, familièrement appelés « plastiques », représentent la catégorie de matériaux les plus utilisés dans le monde [3]. Un récent rapport de société Carbios Plastics Europe, montre que la production mondiale de plastiques est de 311 millions de tonnes en 2014 contre 299 millions de tonnes en 2013.

La chine est le plus grand producteur de plastique dans le monde, qui concerne 26% du total mondial. L'Europe lui suit de près, avec 20%. Par contre, dans la totalité de l'Afrique et le moyen orient, on ne produit qu'un 7%, et 5% en Amérique latine. La France est le troisième plus grand consommateur de plastique de l'Europe.

Le polychlorure de vinyle est un thermoplastique amorphe de grande diffusion. Il est troisième plastique le plus utilisé au monde après le polyéthylène (PE) et polypropylène (PP) [25].

Il est issu d'une polymérisation de chlorure de vinyle monomère,
Dont la formule est $-(CH_2 = CH - Cl)_n-$



Il est fabriqué à partir du sel, matière naturelle abondante, à hauteur de 57 %, et de dérivés de pétrole, à hauteur de 43 %.

À cause de ces propriétés remarquables, le PVC est utilisé dans la fabrication [27]:

- De citernes, de réservoir, de bouteilles d'eau, de flacons, de tuyaux, et robinetterie,
- Dans l'automobile : tableaux de bords,

Chapitre I : Rappels bibliographiques

- Dans le domaine de loisirs,
- Articles de camping, valises, sacs, sandale, etc.

I-3-1-Synthèse du polychlorure de vinyle (PVC)

La polymérisation du chlorure de vinyle est aujourd'hui faite selon les trois types de procédés suivants :

- Procédé en masse
- Procédé en émulsion
- Procédé en suspension

Les procédés masse et suspension permettent d'obtenir des résines de granulométrie de l'ordre de 130µm, qui sont ensuite additivées et transformées sur des machines fournissant à la fois du cisaillement et de la chaleur. Par opposition, les résines pour plastisols, obtenues par les procédés émulsion, ont une granulométrie beaucoup plus faible, de l'ordre de 10µm. De ce fait, une fois additivées, ces résines se mettent en œuvre par des techniques très différentes [28].

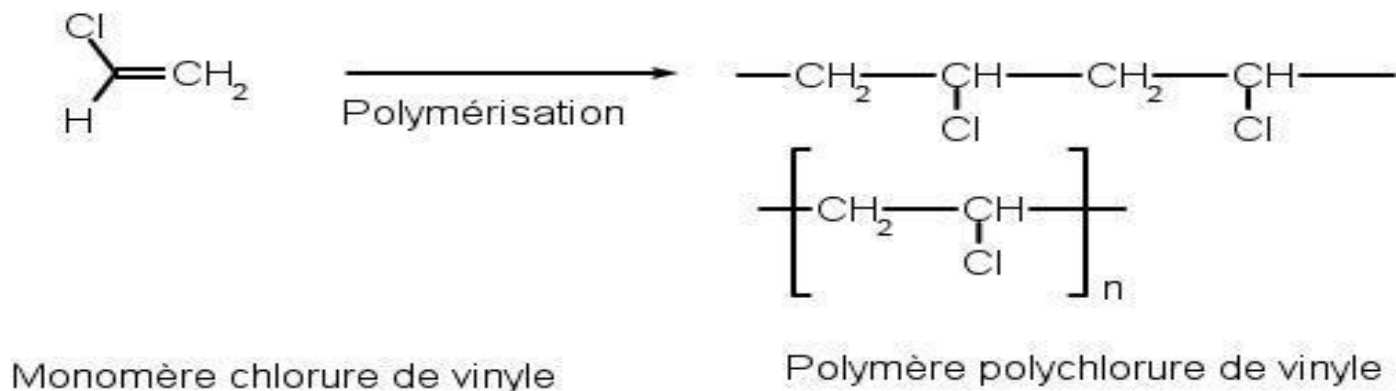


Figure 11 : Schéma de polymérisation du chlorure de vinyle [29].

I-3-2-Propriétés du polychlorure de vinyle (PVC)

Les poudres de PVC ont une température de transition vitreuse de 75 à 80 °C, mais la viscosité de la masse reste considérable à cause d'une très faible semi cristallinité, la « fusion » se situerait dans la région des 200°C, où le PVC se décompose thermiquement. Pour être utilisable les poudres sont additivées [30]:

Chapitre I : Rappels bibliographiques

- Des stabilisants à la chaleur et à la lumière: stéarates et phosphite de plomb, stéarates de zinc et de calcium etc.
- Des plastifiants qui rendent plus souple le matériau (abaissement de température de transition vitreuse (tout en procurant une meilleure résistance au choc).
- Des lubrifiants qui évitent au matériau de coller aux parois des moules (lubrifiants externes), ou qui réduisent le frottement interne (lubrifiant interne) [27].

Le tableau suivant montre quelques caractéristiques du polychlorure de vinyle :

Tableau IV : propriétés du pvc [31].

| PROPRIETES | PVC |
|--------------------------------------|------------|
| Masse Volumique kg /m ³ | 1.03-1.58 |
| Résistance à la traction °C | 160-220 |
| Résistance à la traction MPa | 41-52 |
| Module de traction GPa | 2.41-4.14 |
| Allongement à la rupture, % | 2-80 |
| Résistance à l'impact (J/m) | 21-1068 |
| Température de distorsion à chaud °C | 57-82 |
| Tf °C | 160-220 |
| Tg °C | 75-105 |

I-3-3-Impact du polychlorure de vinyle (PVC)

Le PVC a souvent été incriminé à propos des rejets d'incinération. Il est évident que la combustion du PVC dégage du gaz chlorhydrique qui est estimé d'environ 50% lors de l'incinération d'ordure ménagère. De plus la présence de l'élément chlore peut faire craindre que l'incinération du PVC facilite la formation de dioxines [32].

D'après la commission des communautés européennes en 2000, les plastiques représentent environ 10% des déchets incinérés et le PVC environ 10% des plastiques, soit donc 1% des matières incinérées.

On estime que l'incinération d'un kg de PVC génère 1,2 kg de résidus secs, quel que soit le procédé [32].

I-4-Procédés de fabrication des composites bois-polymères

I-4-1- Techniques plasturgistes

Les techniques de fabrication de composite à base d'une matrice thermoplastique s'effectuent à haute température. Parmi les techniques plasturgistes les plus utilisées pour la fabrication du composite bois-polymère, on trouve moulage par compression, l'extrusion (monovis et bivis) et moulage par injection

I-4-1-1-Moulage par compression

Le moulage par compression nécessite un pré-mélange du polymère et du bois pour assurer une dispersion adéquate. Le composite est alors introduit entre deux plaques chauffantes et soumis à de grandes pressions. Sa température doit être choisie de façon à assurer la minimisation de la dégradation thermique de la fibre [8].

La température et la pression appliquées conduisent à la solubilisation du gaz ainsi produit. Le moulage n'aura lieu que suite au retrait de la pression, d'une manière brève et rapide et le moule doit être refroidi rapidement pour limiter la coalescence des cellules [8].

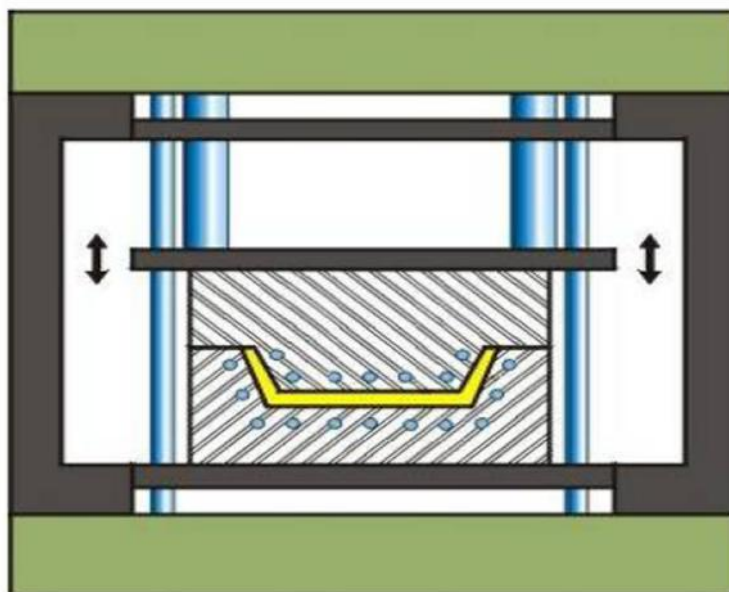


Figure 12: Schéma d'une presse à compression [8].

I-4-1-2-Moulage par injection

Le procédé d'injection est un procédé semi-continu. Il permet de réaliser la mise en forme d'un thermoplastique à l'état fondu chargé de renfort court ou non dans un moule tempéré et d'obtenir des pièces minces. Le moulage par injection est l'une des méthodes les plus importantes appliquées pour former des produits en plastique [7]. Parmi ces avantages, on cite :

- Court cycle de fabrication,
- Faible coût,
- Un bon état de surfaces et de bonnes propriétés mécaniques du produit final [11].

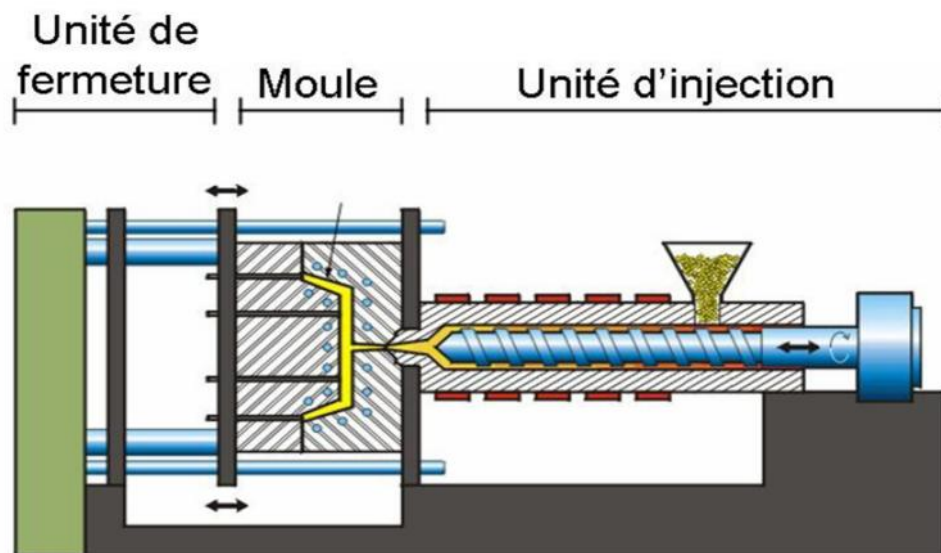


Figure 13: Schéma d'une presse à injection [8].

I-4-1-3-Extrusion

L'extrusion est un procédé continu. C'est la méthode de fabrication la plus classique pour la production de masse de produits thermoplastiques, permettant de transformer la matière de l'état granulaire ou poudre en un profilé [7].

La principale fonction de l'extrudeuse est de convoier, de fondre et de mettre en pression. Le principe est tout simplement celui d'une vis sans fin. La rotation de la vis guide le mouvement de la matière de l'entrée, jusqu'à la sortie de la filière [11].

Chapitre I : Rappels bibliographiques

Cette dernière est constituée principalement d'une vis d'Archimède (hélice transporteuse) tournant en continu à l'intérieur d'un fourreau chauffé et servant à faire des profilés [8].

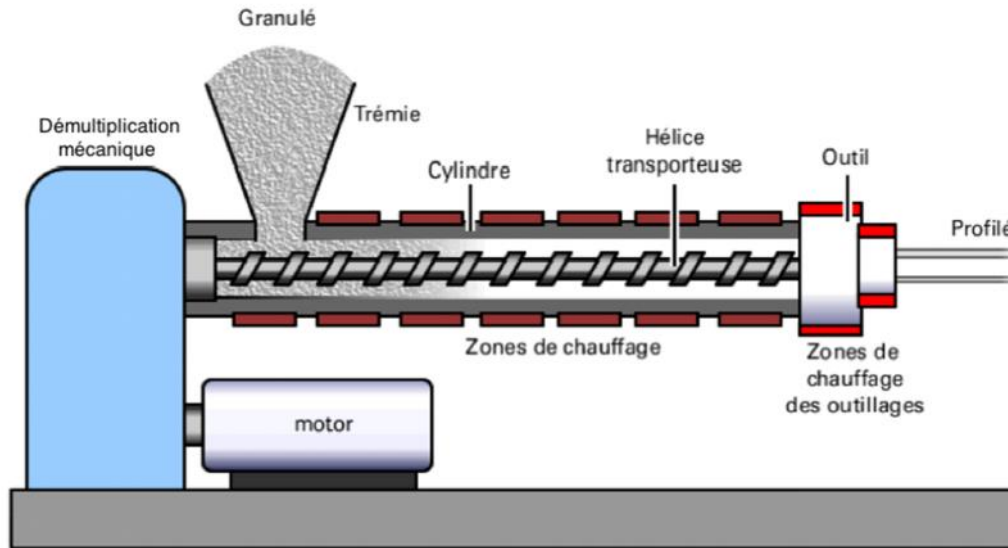


Figure 14: Schéma d'une extrudeuse [8].

I-5- Adhésion des composites à base de fibre végétales et d'une matrice thermoplastique

Dans les matériaux composites de type bois-polymère, l'adhésion et la compatibilité, entre les fibres de bois et la matrice polymérique ont été largement étudiées [11].

Les constituants de ces composites, ont des propriétés très différentes et qui sont séparées par une interface, cette interface joue un rôle primordial dans les propriétés mécaniques et physiques du matériau [33]. Le problème majeur dans le renforcement de ce dernier par des fibres naturelles est la mauvaise compatibilité entre les fibres hydrophiles et les matrices polymères caractérisées par une nature hydrophobe [13]. L'énergie nécessaire, pour réaliser la séparation lorsque le contact entre les deux matériaux est établi, s'appelle énergie d'adhésion [7].

Le problème peut être résolu par le traitement des fibres, en utilisant diverses méthodes telles que les traitements physiques ou par l'utilisation des traitements chimiques [13].

I-5-1- Méthodes de modification physique

Les différentes techniques de modifications physiques de la surface des fibres naturelles, sont celles qui résident dans les techniques d'extraction, telle que le rouissage à l'eau, enzymatiques ... et l'extraction mécanique ainsi dans d'autres techniques comme: la décharge de plasma, la technologie diélectrique de barrière, le traitement de laser, le traitement corona, et le traitement ultra-violet [13]

Le rôle du traitement corona est de modifier l'énergie de la surface des fibres végétales. C'est l'une des techniques les plus importantes pour l'oxydation et l'activation de la surface des fibres. En revanche, le traitement plasma a comme rôle de modifier la surface des fibres par altération ou éliminations des couches de surface faiblement attachée tout en formant de nouveaux groupes fonctionnels [34,35].

Le principal objectif du traitement physique consiste à provoquer un changement physique sur la surface de la fibre, sans modifier leur composition chimique [13].

I-5-2-Méthodes de modification chimique

La modification chimique du bois a été largement utilisée dans la fabrication des composites bois-polymère. Afin de rendre les fibres en bois à caractère polaires plus compatibles avec les polymères thermoplastiques non-polaires [11], donc le rôle du traitement chimique des fibres végétales et l'élimination de certains composés comme l'hémicellulose, la lignine, la pectine et d'autres impuretés de la surface des fibres afin de réduire leur caractère hydrophile et d'améliorer l'adhésion interfaciale fibre/matrice.

Plusieurs techniques chimiques des fibres naturelles sont rapportées dans la littérature telles que : la technique de soude, du silane, de l'acide acétique ...etc. [13].

L'état de l'art

Depuis plusieurs années déjà, plusieurs chercheurs se sont intéressés aux matériaux composites bois-plastique pour comprendre les paramètres qui interviennent lors de leurs élaborations et les méthodes de traitement de surface permettant d'améliorer leurs qualités. Cette partie est dédié à quelques travaux de chercheurs dans le domaine des WPC's.

- DJIDJELLI.H *et al.* [36] ont étudié l'effet de la benzylation du grignon d'olive (GO) sur les propriétés thermiques et mécaniques du composite PVC/grignon d'olive.

Chapitre I : Rappels bibliographiques

Pour l'étude, la charge de grignon a été lavé à l'eau chaude, prétraitée avec de la soude (NaOH) à 18 %p/p, suivi d'un traitement au chlorure de benzyle (C_7H_7Cl).

Aussi différentes formulations sous forme de plaques (2mm d'épaisseurs) ont été préparées, à base d'un PVC de type 4000M de Kwert 67 plastifié avec du Dioctyl Phtalate (DOP) et d'une charge non modifiée et modifiée, à savoir :

- F₀ : PVC seulement,
- F₅, F₁₅, et F₂₅ : PVC/farine du GO non traitée (5 % ,15 % et 25 % massique),
- F_{5b}, F₁₅ et F_{25b} : PVC/ farine du GO traitée avec du chlorure benzyle (b : indication que la charge est modifiée au chlorure de benzyle).

Pour pouvoir apprécier la réussite de la modification chimique de la charge végétale par la benzylation, les auteurs ont utilisé l'IRTF. Cette technique a montré que la bande aux alentours de 3500cm^{-1} des hydroxyles diminué, alors que la bande aux alentours de 1730cm^{-1} a augmenté, ce qui implique selon eux la réussite de la modification suite à une réaction d'éthérification de la charge végétale.

Les résultats des tests mécaniques pour les formulations F₀, F₂₅ et F_{25b} ont montré que l'allongement et la contrainte à la rupture ont diminué pour les composites à charges modifiées ainsi que pour les composites à charges non modifiées, comparativement au PVC vierge. Toutefois, les valeurs de ces deux propriétés ont confirmé que la modification apporte une amélioration pour les formulations à charges modifiées comparativement à celles non modifiées.

En effet, si l'on prend en exemple l'allongement à la rupture, ce dernier est presque de 141% pour le F₂₅ et de 166% pour le F_{25B}. Les auteurs ont attribués ces observations à la plastification engendrée par la modification du grignon d'olive et à l'amélioration de l'adhésion interfaciale entre la charge et la matrice.

En ce qui concerne le module d'élasticité ou module de Young (E), les auteurs ont noté que le module de la formulation F₂₅ a augmenté de 40 % comparativement à la formulation F₀, alors pour la formulation F_{25b}, il n' ya eu aucun changement. Les auteurs attribuent ceci au fait que la charge est devenue plastique à cause de la modification, alors que la charge non modifiée est rigide et apporte de la rigidité à la matrice PVC.

Chapitre I : Rappels bibliographiques

Pour le test de dureté, il est observé par Djidjelli *et al.* [36], que la dureté a augmenté de la formulation F₀ en fonction de la teneur de la charge et que la charge modifiée engendre des résultats inférieurs que la charge non modifiée, chose due à la plastification déjà signalée.

Concernant l'absorption d'eau, il est montré qu'elle a augmenté de la formulation vierge en fonction de la teneur en charge, toutefois la modification a réduit la quantité d'eau absorbée. En effet elle est moins de 50 % pour la formulation F_{25b} comparativement à la F₂₅.

L'analyse de la stabilité thermique faite par l'analyse thermogravimétrique (ATG/DTG), montre que l'incorporation de la charge du grignon modifiée ou non d'olive améliore la température de début de dégradation (Td) comparativement à celle de la formulation F₀. En effet un gain de 47 °C est observé pour la formulation F_{5b}, et un gain de 14 °C pour la F_{25b}. Aussi, il est remarqué par les auteurs que la modification a amélioré cette température comparativement à la charge non modifiée. Concernant la température de perte de 50 % en masse (T₅₀), il est noté qu'une légère amélioration, par l'incorporation de la charge, s'est opérée et la modification n'apporte pas de changement par rapport à l'effet de la charge non modifiée.

Les auteurs ont estimé que cette amélioration de la stabilité est liée à l'extraction de l'hémicellulose, qui est de faible stabilité thermique.

Enfin l'essai de changement de couleur par la dégradation thermique a montré que F_{5b} est la meilleure formulation et que la couleur de ce dernier est presque la même avec F₀.

- DJIDJELLI *et al.* [37] ont fait une étude thermique, diélectrique et mécanique du composite de poly (chlorure de vinyle)/Grignons d'olive.

Pour l'étude, le grignon d'olive (GO) a été utilisé comme charge ayant une dimension d'environ 100µm. Le GO a été lavé à l'eau chaude, prétraitée avec de la soude (NaOH) à 18 %p/p pendant 1h, puis suivi d'un traitement au chlorure de benzyle (C₇H₇Cl).

Aussi différentes formulations sous forme de plaques (2mm d'épaisseurs) ont été préparées, à base d'un PVC de type 4000M et de Kwert 67 plastifié avec du Di (phtalate de 2-éthylhexyle) (DEHP) et d'une charge non modifiée et modifiée, à savoir :

- F₀ : PVC seulement,
- F₅, F₁₅, et F₂₅ : PVC/ GO non traitée (5 % ,15 % et 25 % massique),
- F_{5b}, F_{15b} et F_{25b} : PVC/ GO traité avec du chlorure benzyle (b : indication que la charge est modifiée au chlorure de benzyle).

Chapitre I : Rappels bibliographiques

Les résultats de l'analyse spectroscopique à transformé de Fourier (IRTF) de la farine non traitée et traitée montre que l'intensité de l'absorption de la bande de groupes hydroxyle aux environs de 3500cm^{-1} diminue pour la farine traitée comparativement à la farine non traitée, et que la bande qui apparaît au environ de 1730cm^{-1} des carbonyles augmente pour le grignon traitée. Ces deux observations attestent de la réussite de la modification chimique par le chlorure de benzyle.

Les résultats des tests mécaniques pour les formulations F_0 , F_{25} et F_{25b} montrent que l'allongement et la contrainte à la rupture connaissent une diminution pour les formulations avec GO traité et non traité comparativement au PVC seul. Par exemple les valeurs de diminution de l'allongement à la rupture sont presque de 141% pour le F_{25} et de 166% pour le F_{25B} .

En ce qui concerne le module d'élasticité ou le module de Young (E), les auteurs notent que le module de la formulation F_{25} a augmenté de 40 % comparativement à la formulation F_0 et que le module est influencé par l'addition du GO modifié.

En effet le grignon non modifié fait passer la valeur de 71 pour la formulation F_0 à 101 MPa pour la F_{25} , alors la F_{25B} aucun changement n'est observé. Ils attribuent ceci au fait que la charge a subis une plastification après traitement avec du chlorure de benzyle.

L'analyse de la stabilité thermique faite par l'analyse thermogravimétrique (ATG/DTG) montre que l'incorporation de la charge du grignon modifiée ou non améliore la température de début de dégradation (T_d), comparativement à celle de la formulation F_0 .

Les résultats des tests diélectriques montrent que les valeurs de la permittivité et de la perte diélectrique augmentent en fonction de la température.

Par exemple pour l'échantillon F_{15B} la valeur de la perte diélectrique à 70°C est de 0,796, et à 100°C est de 1,537 ; alors que pour l'échantillon F_{25} , la perte est de 0,298 à 0°C et de 2,478 à 70°C .

- CRESPO *et al.* [38] ont étudié l'influence de la sciure de bois sur les propriétés mécaniques (le module d'élasticité, la dureté et la résistance à la traction), et sur la morphologie des formulations du composite PVC plastifié/sciure de bois.

Pour la préparation des différentes formulations du composite PVC/sciure de bois, les auteurs ont mis dans un mélangeur approprié le PVC, le stabilisant thermique à base de Ca-Zn, et le plastifiant (Di (isononyl) cyclohexane-1,2-dicarboxylate) à différentes teneurs variantes de 40 à 80 pcr.

Chapitre I : Rappels bibliographiques

Une fois le mélangeage s'est fait à température ambiante, pour chaque teneur en plastifiant et chaque diamètre granulométrique (150, 500, 1000 μm), la sciure est introduite dans le mélangeur à raison de 20 à 60 % massique.

Ensuite, chaque formulation préparée est portée dans un moule en aluminium mis dans un four à une température de 200 °C, et coupée ensuite en éprouvette avec une presse hydraulique.

D'après l'étude de CRESPO *et al.* [38], la taille granulométrique de 150 μm a donné de meilleurs résultats.

En effet, en comparaison avec les autres tailles, à savoir 500 et 1000 μm , le module de Young, la contrainte et l'allongement à la rupture, ainsi que la dureté D, se sont montrés plus importants et meilleurs pour la sciure à 150 μm , toutefois avec un optimum à 20 % massique.

Selon les auteurs, ceci est dû à la plus grande facilité de dispersion et à l'homogénéité de la sciure à 150 μm dans la matrice polymère, faits liés à la petite dimension de la sciure, comparativement aux deux autres dimensions. Il est important aussi de noter que si le module a une tendance à l'augmentation avec la teneur en sciure, quel que soit la teneur en plastifiant, la contrainte et l'allongement par contre ont diminué en fonction de la teneur en sciure quel que soit la dimension de cette dernière.

Enfin, d'après leur étude, les auteurs ont montré grâce au MEB, que les faciès de ruptures des échantillons chargés à 20 % massique en sciure (avec les différentes teneurs en plastifiant) ont donné un aspect ligneux ou fibreux et avec la présence de vide entre la matrice et la charge.

- HAMMICHE *et al.* [39] ont étudié l'effet du PVC-g-MA comme comptabilisant sur les propriétés morphologiques, Mécaniques et thermiques du PVC / alfa. En utilisant trois types de PVC-g-MA synthétisés (PVC-g-MA1, PVC-g-MA2 et PVC-g-MA 3).

Pour l'expérimentation, ils ont utilisé un PVC type SE-1200 de Kwert 70,2-72, plastifié avec le phtalate de dioctyle et une charge l'Alfa.

En ce qui concerne les analyses, ils ont utilisé en premier, la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF), cette technique a montré que le temps de réaction exercé sur le greffage du MA (anhydrides maléïques) ainsi que sur le PVC a augmenté avec l'augmentation de la teneur en MA greffé. Après 1h de réaction ils ont noté une valeur de 2,32% de greffé comparativement, d'une valeur plus élevée de 3,8% après 3h.

L'analyse avec le Microscopie électronique à balayage a montré que les agents de couplage améliore la comptabilisation au niveau de l'interface des composites.

Chapitre I : Rappels bibliographiques

Toutefois, la comparaison des matériaux non couplés renforcés avec 10% en poids de fibres avec ceux renforcés couplés Avec PVC-g-MA1, PVC-g-MA2, et PVC-g-MA3 ont démontré que le traitement des composites a fourni une forte adhérence inter facial.

Les résultats des tests mécaniques, notamment la résistance à la traction des composites montre une diminution en fonction de l'augmentation de la charge d'alfa. En effet, la valeur est passée de 24,38 MPa À 18,10 ; 9,80 et 8,54 MPa pour une charge de fibre avec 10, 20, Et 30% en poids.

Par exemple : le composite renforcé avec 20 et 30% en poids de fibres est couplé avec du PVC-g- MA3 atteint des valeurs de résistance à la traction voisines de 13,47 et 10,82 MPa, ce qui représente une amélioration de 61% et 59%, comparativement aux valeurs non couplées avec 20 et 30% en poids.

Pour l'allongement a la rupture, ils ont observé des valeurs plus faibles en fonction de l'augmentation de la charge.

Il a été observé que la perte de poids du PVC pendant la dégradation était légèrement supérieure à celle des composites traités. Ce résultat indique que la stabilité thermique des composites traités au PVC-g-MA été plus élevé, que celle du PVC non chargé.

D'après l'analyse des pics représentés sur DTG, ils ont noté un déplacement vers des températures plus élevées, résultat dû à la plus grande stabilité thermique des composites traités.

- SOMBATSOMPOP.N *et al.* [40] ont utilisés de la sciure de Bois (avec différents pourcentage de points en allant de 0 à 41,2) comme charge dans le polychlorure de vinyle (PVC) de kwert 58, pour étudier l'effet de sa teneur sur les propriétés rhéologique et les changements structurels, ainsi que les propriétés thermomécaniques du composite PVC/Sciure de bois.

Pour les tests des propriétés rhéologiques, notamment la chute de pression et couple moyen qui étaient stable avec un poids de SB de 23,1%, au-delà de ce poids ils ont observé des fluctuations des valeurs caractérisés par une diminution de ces propriétés.

Pour le gonflement extrudé du composite PVC/SB, en allant de 0 à 28,6 en poids de SB, ils ont noté une diminution prononcée de ce dernier avec l'augmentation de la charge donc le

Chapitre I : Rappels bibliographiques

gonflement extrudé diminue en fonction de l'augmentation de SB. En effet, au-delà du poids de 28,6 il y'avait toujours une diminution, mais moins prononcée.

Ainsi, les scientifiques ont ajouté que lorsque le poids de SB est de 33,3%, le gonflement extrudé disparaît. D'ailleurs les surface non gonflé extrudé à des teneurs en SB de 33,3-41,2 étaient relativement lisses et plus semblables à du bois, contrairement à celle obtenues avec des teneurs inférieures en SB.

En ce qui concerne les propriétés mécaniques, les scientifiques ont remarqué une tendance de diminution pour toutes les propriétés mécaniques en fonction de l'augmentation de la teneur de (SB).

En effet, autour de 0,0-16,7% et 16,7-41,2% en poids, on note une diminution de la résistance à la traction en raison de l'addition de la teneur de SB.

En ce qui concerne l'allongement à la rupture, elle diminue considérablement avec la présence de la sciure, sans être affectée par la quantité de sciure contrairement à la résistance à la traction.

La diminution du module de traction avec la présence de SB était attribuée d'abord à une dispersion médiocre des particules de sciure dans la matrice, ensuite au fait que la sciure capte l'humidité.

Pour le module de flexion, il y'avait une tendance de fluctuation, toutefois, ils ont noté une diminution avec l'augmentation de la teneur de SB, puis augmenté avec une SB de 28,6% en poids pour en final diminuer à nouveau à des concentrations de charge 37,5 et 41,2% en poids.

Les tests de stabilité thermique et de la modification structurelle montrent que la mesure effectuée en polyéne augmente avec l'augmentation de la sciure de bois. Et en ce qui concerne le début de la décomposition de la température, ils ont observé une diminution progressive avec l'augmentation de la teneur de SB qui été due à une reformulation des liaisons hydrogènes entre la fibre de bois et les molécules de PVC pendant le traitement.

Enfin, les analyses des propriétés DMA montrent que la température de transition vitreuse du PVC en ajoutant 9,1% en poids de sciure n'avait aucun changement, comparativement pour le poids 16,7%, où ils ont observé une forte augmentation de 91 jusqu'à 97 ° C et cette forte augmentation de Tg peut être due à la forte concentration d'hydrogène et les interactions polaires-polaires entre molécules de PVC et de sciure de bois.

Chapitre I : Rappels bibliographiques

Pour les valeurs des maximums $\tan \delta$ ($\tan \delta_{max}$), ils ont noté une diminution progressive en fonction de l'augmentation de la teneur de SB, ce qui indique une augmentation du module d'élasticité du composites PVC/Sciure de bois.

Pour conclure, les scientifiques ont suggéré qu'une teneur en humidité inférieure à 5% est recommandée pour l'optimisation des propriétés du composite étudié.

- SAINI *et al.* [41] Ont étudié l'effet de différentes tailles de la farine de l'écorce du bois d'*Eugenia jambolona* (Ej) sur les propriétés mécaniques, thermiques et morphologiques des composites PVC non plastifié/farine de Ej.

Pour ce faire le compound PVC sans plastifiant (PVC et additifs) et la farine de l'écorce d'Ej à différentes teneurs (10, 20,30 et 40 pcr) et pour deux tailles différentes (100-150 μm et $<50 \mu\text{m}$) sont introduits dans un mélangeur pendant 10 minutes. Ensuite le mélange PVC/farine est mis dans une calandre chauffée avant la compression pour l'obtention de films.

Suite aux différents tests et caractérisation, il ressort d'après les auteurs que l'absorption d'eau est comprise pour tous les composites dans l'intervalle 0,02–0,35%. Aussi l'absorption augmente avec la teneur en farine et que pour la farine ayant un diamètre granulométrique $<50 \mu\text{m}$ l'absorption est légèrement supérieure, comparativement à la farine dont le diamètre est compris entre 100 et 150 μm .

L'augmentation de l'absorption d'eau avec la teneur en farine est liée selon Saini *et al.* [41] aux groupes hydroxyles et carboxyliques libres, et les valeurs de l'absorption (0,02-0,035 %) dénotent le fait que le PVC enrobe la charge végétale.

L'étude des propriétés mécaniques a montré que le module de Young augmente avec la teneur en farine, toutefois les formulations ayant un diamètre $<50 \mu\text{m}$ donnent un module plus élevé. Selon les auteurs, ceci est dû à la rigidité des farines de faibles diamètres qui admettent des modules rigides.

La contrainte et l'allongement à la rupture quant à eux diminuent avec l'augmentation de la teneur en farine. Les auteurs notent que les propriétés d'élongations diminuent avec l'addition de constituants non miscibles dans une matrice polymère, et que la diminution de l'allongement est liée à la réduction de la mobilité du PVC et par conséquent la réduction de la déformation.

Chapitre I : Rappels bibliographiques

Pour ce qui est de la résistance à l'impact d'éprouvettes non entaillées, il est noté que la résistante à l'impact, pour la même teneur en farine, est double pour les formulations avec la farine de faible dimension granulométrique (50 μm) comparativement aux formulations à farine de diamètre granulométrique supérieur (100 et 150 μm).

Dans le cas de la dureté, la farine fait augmenter cette propriété en fonction de sa teneur, toutefois la farine de faible dimension granulométrique donne des meilleurs résultats que la charge de dimension granulométrique, entre 100-150 μm .

La stabilité thermique des composites a été étudiée en mode statique et par l'analyse thermogravimétrique (ATG) et la dérivé de cette dernière (DTG).

En mode statique, les auteurs ont laissé des échantillons à 200 °C et ont suivi le dégagement du chlorure d'hydrogène (HCl) par le changement de la couleur du papier pH. Il s'avère que plus le composite est chargé en farine, plus rapide est le changement de couleur du papier pH, et que la farine à faible dimension granulométrique engendre plus de stabilité que celle à dimension granulométrique comprise entre 100 et 150 μm .

Concernant l'ATG/DTG, les auteurs ont constaté l'augmentation de l'instabilité thermique en fonction de la teneur en farine. En effet, les températures de perte en masse de 10 % (T_{10}), 20% (T_{20}), 30% (T_{30}), 40% (T_{40}) et 50% (T_{50}) des composites ont montré que plus la teneur en farine est grande, plus la tendance à l'instabilité est accrue.

L'analyse mécanique dynamique (AMD) a permis de suivre l'évolution du module de stockage (MS) du PVC non chargé de farine végétale et des composites en fonction de la température. Il est constaté que le MS augmente jusqu'à une teneur de 30 pcr, quel que soit la dimension granulométrique, ensuite le module diminue quel que soit la température. Les auteurs ont noté, aussi, qu'à température ambiante et à une teneur de 10 pcr en farine à faible ou à grande dimension, le MS est respectivement de 5,84 GPa et 6,79 GPa, donc significativement supérieur au PVC non chargé (0,8 GPa). Ces résultats selon Saini et al., montrent que la farine est un agent de renforcement qui augmente la rigidité de la matrice.

La température de transition vitreuse (T_g), assimilée à la température correspondant à T_{ang} diminue pour les formulations à 10 pcr. Cependant, elle augmente ensuite avec la teneur en farine qu'elle soit à granulométrie comprise 100 et 150 μm ou inférieure à 50 μm , toutefois avec un effet plus prononcé pour la dernière. Ceci est attribué d'après les auteurs à la présence de la farine rigide qui réduit la mobilité du PVC et fait augmenter la T_g .

Chapitre I : Rappels bibliographiques

Enfin l'analyse morphologique du PVC sans charge et PVC chargé avec 10 et 30pcr avec de la farine de granulométrie 50 μm et une formulation avec 30 pcr de farine avec une granulométrie comprise entre 100 et 150 μm , montre qu'à petite teneur la charge est mieux dispersée, alors qu'à des teneurs élevées, il y a formation d'agglomérat .

- BOUKERROU.A *et al.* [42] ont étudié l'effet de la modification chimique de la cellulose sur les propriétés mécaniques et la morphologie du composite à base de PVC et de la cellulose.

Les auteurs ont utilisé un PVC plastifié avec 20 pour cent de résine (pcr) de Dioctylphthalate (DOP), et une cellulose microcristalline de diamètre inférieur à 100 μm .

La cellulose a subi une modification chimique, et pour ce faire les auteurs ont utilisé de l'huile de soja époxydée (HSE) avec un ratio massique de 1 :0.33. La réaction est réalisée à 55 °C pendant 30 min dans de l'acétone. La cellulose est ensuite filtrée, puis séchée pendant 24 h à 50 °C.

Le mélange PVC et additifs est obtenu dans un mélangeur à 2000 tr/min, avec la précaution d'avoir une température inférieure à 80°C, ensuite il est introduit en quantité adéquate dans une calandre dont la température est à 140 °C.

Une fois le compound est ramolli, la cellulose non modifiée (désigné par N) ou modifiée (désigné par H) est rajoutée dans le but d'obtention des formulations selon le tableau suivant :

Tableau V: Formulations du composite PVC/ cellulose N ou cellulose H.

| Formulations | F ₀ | F ₁₀ | F ₂₀ | F ₃₀ |
|--|----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| Taux de farines en % massique de cellulose non modifiée (N). | 0 | 10 | 20 | 30 |

Chapitre I : Rappels bibliographiques

| | | | | |
|---|---|----|----|----|
| Taux de farines en % massique de la cellulose modifiée (H). | 0 | 10 | 20 | 30 |
|---|---|----|----|----|

Une fois le compound et la cellulose (N ou H) sont bien mélangés, les différentes formulations sont compressées sous 250 kN à 170 °C pendant 5 minutes, afin d'obtenir des plaques de 2 mm d'épaisseur.

Pour les changements de structures liés à la modification, l'analyse infrarouge a transformé de Fourier (IRTF) a révélé une diminution de la bande des hydroxyles de la cellulose aux alentours de 3448 cm^{-1} , suite au traitement avec l'HSE. Les auteurs ont fait correspondre ce fait à l'éthérisation par les groupes hydroxyles de la cellulose et les groupes oxiranes de l'HSE, fait aussi justifié par la disparition de la fonction époxy aux alentours de 830 cm^{-1} et l'apparition aux alentours de 1747 cm^{-1} d'une bande associée au groupe C-O.

L'analyse de la morphologie faite par les auteurs par le microscope électronique à balayage pour les formulations à 10 % massique de cellulose a révélé que, pour le composite à cellulose N, la présence de vide entre la matrice et la charge non modifiée, attribuée par les auteurs à la faible adhésion entre la cellulose et la matrice. Par ailleurs, les composites à cellulose H a montré une meilleur dispersion attribuée à l'amélioration de l'adhésion entre la cellulose et la matrice.

L'étude des propriétés mécaniques a montré que pour la dureté, que les formulations à cellulose H est plus flexible. Par exemple, la formulation F₃₀H a donné une dureté inférieur de 17 % comparativement à la F₃₀E. Ce fait, est attribué à la plastification de la cellulose induite par la modification.

L'étude de la contrainte à la rupture a montré que cette propriété a diminué en fonction de la teneur en cellulose (N ou H), néanmoins, une amélioration est enregistrée pour les formulations à cellulose H. Par exemple, pour les formulations F₁₀ il est observé une amélioration de 14,3 % pour la F₁₀H comparativement à la F₁₀N.

Pour ce qui est de l'allongement à la rupture, une diminution en fonction de la teneur en cellulose N ou H est observée, ce que les auteurs ont lié à la mauvaise dispersion de la cellulose dans la matrice PVC.

Chapitre I : Rappels bibliographiques

Dans le cas du module de Young, une augmentation en fonction de la teneur en cellulose N est enregistrée. Par exemple de 202 MPa pour le PVC non chargé à 675 MPa, pour la formulation F₃₀N l'augmentation est significative.

Alors que pour la cellulose H, une diminution a été remarquée en fonction de la teneur en cellulose. La formulation F₃₀H prise comme exemple, offre une réduction de 66% du module comparativement à la formulation F₀, et une réduction de 90 % comparativement à la formulation F₃₀N. Ceci est attribué par les auteurs à la flexibilité apportée par la modification.

L'analyse de la stabilité thermique faite par ATG a montré que la modification améliore la stabilité thermique. Les auteurs ont montré effectivement que la température de début de dégradation T_d est supérieure pour les formulations à cellulose modifié par rapport à celles avec la cellulose non modifiée.

Ceci est dû à deux facteurs, un à la présence de groupes hydrocarbonés de l'HSE, qui ont besoin de plus d'énergie pour leurs dégradations, et deux à l'amélioration de la compatibilité entre la matrice et la cellulose du fait de la modification.

➤ But du Travail

Ce chapitre présente le procédé d'élaboration et la caractérisation de notre nouveau matériau composite à base d'une matrice PVC et de la farine du roseau commun.

Nous avons décrit le matériel et matériaux utilisés.

Ensuite, une caractérisation physico-chimique de la farine étudiée, et physico-mécanique des différentes formulations du composite élaboré (test d'absorption d'eau, module de traction, contrainte et allongement à la rupture), Et une analyse de microscopie à balayage (MEB).

II.1- Matériaux utilisés

➤ II.1.1- Résine de PVC

La matrice du polychlorure de vinyle utilisé au cours de cette étude est de type SE-1200 issu de la polymérisation en suspension fourni par la société CABEL, de masse volumique 0,509 -0,520 g/cm³ et de valeur K-wert 71, une densité de 0,481-0,561 g/cm et une viscosité de 0,99-1,030.

➤ II.1.2- Plastifiant

Un plastifiant est un solvant lourd, qui transforme un matériau initialement rigide en matériau souple et flexible. Nous avons utilisé un plastifiant qui est fourni par la société CABEL. Il s'agit du dioctyle phtalate (DOP) du formule brute C₂₄H₃₈O₄ (figure15) avec une teneur 30 pour cent de résine (pcr), et de masse molaire 390,6 g/mol.

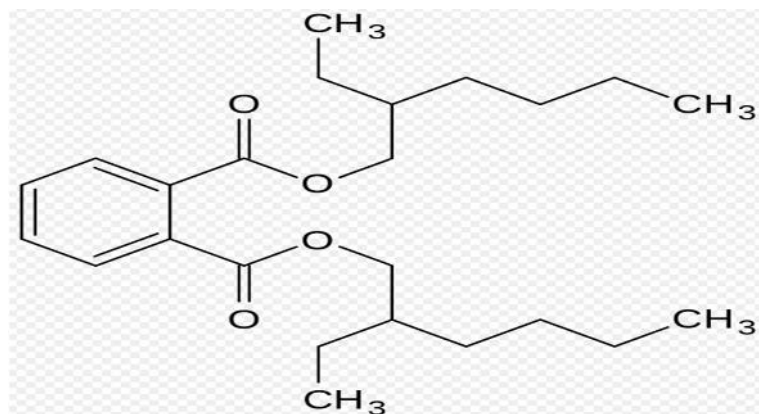


Figure15 : Formule chimique du DOP [43].

➤ II.1.3- Stabilisants thermiques

Les stabilisants thermiques sont destinés à prévenir les effets néfastes de la chaleur, de la lumière et de l'oxygène, sur la macromolécule. Nous avons utilisé un stabilisant nommé Calcium/zinc (Ca/Zn) avec 4 pcr, il été sous forme d'une poudre blanche.

➤ II.1.4- Lubrifiant

Le lubrifiant s'agit généralement de cires organiques d'alcools gras, d'acides gras, d'esters et de sels métalliques. Le lubrifiant utilisé est l'acide stéarique avec 0,5pcr, sous forme d'une poudre blanche. Sa formule chimique est donnée ci-dessous :

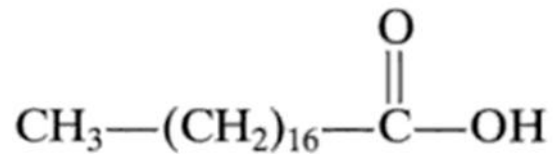


Figure16 : formule chimique du lubrifiant [43].

II.2- Mise en œuvre du composite

II.2.1- Récolte de la charge végétale

La récolte, qui s'est faite d'une manière rudimentaire, pour l'obtention de farine du roseau s'est effectuée en mois de novembre 2016. Elle a été faite au niveau de CHAMELAL situé sur l'autoroute qui mène vers Oued Aïssi à Tizi-Ouzou.

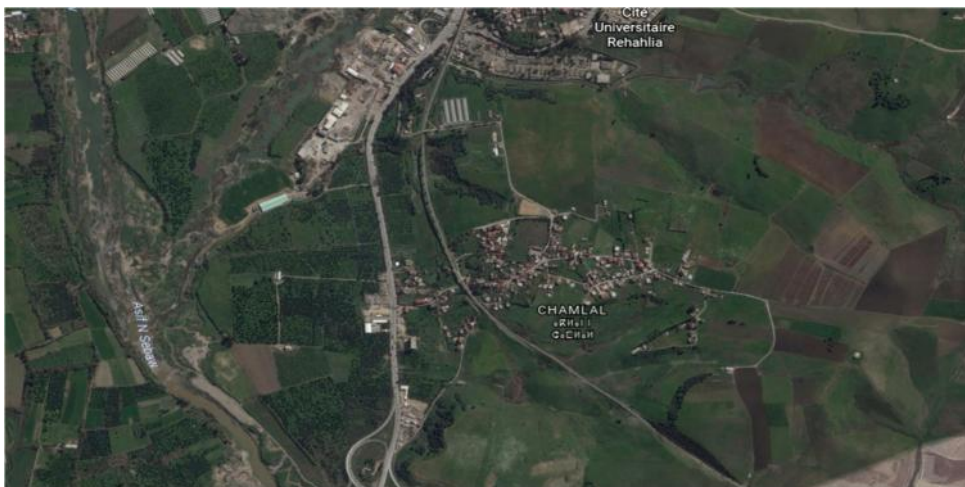


Figure 17: L'emplacement de CHAMELAL sur Google earth.

II.2.2- Broyage

Après la récolte, les tiges du roseau commun sont coupées, lavées plusieurs fois, et puis laissées séchées pour quelques jours afin de réduire leurs taux d'humidité. Ensuite, ont été coupées en petits morceaux (figure18). Enfin, ces derniers ont subi un broyage en utilisant un Moulin METAL8 de la marque SEB.



Figure 18: Roseau en petit morceau.



Figure 19: Moulin à café «SEB ».

(Originale, 2017).

II.2.3- Tamisage

Les fibres ainsi broyées ont été tamisées manuellement (figure 20) dans des tamis de la marque RTSCH avec des différents diamètres (0,6 ; 0,4 ; et 0,25mm) afin d'obtenir une farine très fine ayant un diamètre inférieure ou égale à 1250 μm (0.125 mm). Ce tamisage a été réalisé au laboratoire de béton du département génie civil au niveau de l'Université Mouloud Mammeri (Tizi-Ouzou).



Figure 20: Tamisage de la farine du roseau à différentes granulométrie

(Originale, 2017).

II.3- Elaboration du composite PVC/roseau commun

Cette partie expérimentale est exécutée au niveau d'une entreprise Etatique situé à Alger, qui est l'entreprise CABEL où on a fabriqué des plaques ainsi que la préparation des éprouvettes.

Ce tableau ci-dessous présente les quantités des produits utilisés avec nos 180 grammes de farine afin de réaliser le mélange.

Tableau VI : Les différentes quantités des produits utilisés.

| <u>Produits utilisés</u> | <u>Quantités utilisés</u> |
|--------------------------|---------------------------|
| Résine | 100pcr |
| DOP | 30pcr |
| Stabilisant | 4pcr |
| Lubrifiant | 0,05pcr |

Le compound obtenu appelé mélange à sec, a été utiliser pour la préparation des différentes formulations suivantes:

Chapitre II : Matériels et méthodes

| | |
|---------------------------------------|-----|
| 30g de charge + 270g de mélange à sec | 10% |
| 60g de charge+240g de mélange à sec | 20% |
| 90g de charge +210g de mélange à sec | 30% |

(a)



(b)



Figure 21: (a)-l'ajout du DOP dans le mélange, (b)- le mélange du compound

(Originale, 2017).

II.3.1- Obtention des plaques

Le mélange à sec est ramollis dans un mélangeur à cylindres de marque Le SCUYER de type A 80 à une vitesse de rotation de 29 tour/minutes et à une température de 136 °C, après nous avons introduit la farine à la teneur désirée soit 10%, 20% et 30 % massique du mélange total. Le malaxage est à maintenir pendant 3 minutes.

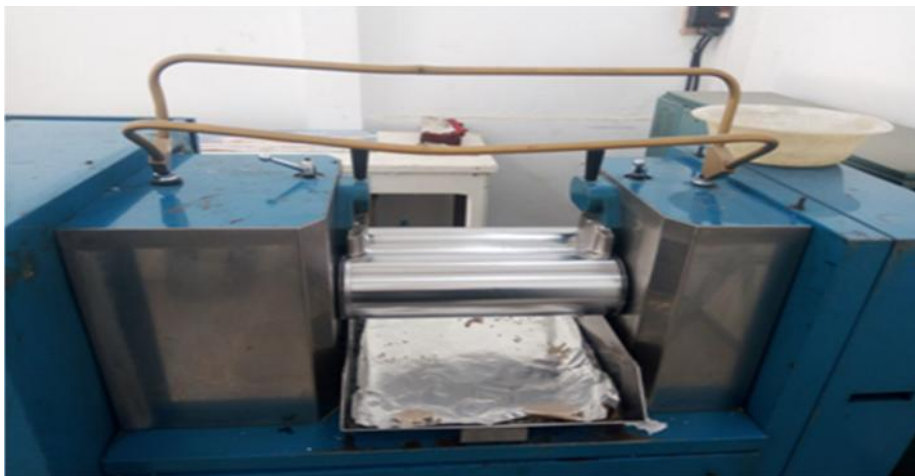


Figure 22: le mélangeur à deux cylindres de SCUYER de type A 80(Originale, 2017).

Chapitre II : Matériels et méthodes

Chaque formulation est ensuite soumise à un moulage par compression à chaud sous une pression de 300KN et à une température de 170°C, à l'aide d'une presse de marque FONTJINE de model TP400. Les plaques ainsi obtenues avec une épaisseur de 2 mm sont refroidies à température ambiante

(a)



(b)

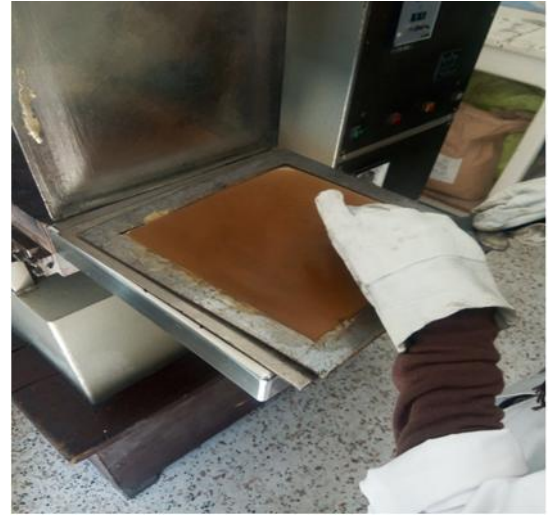


Figure 23: (a)- presse de marque FONTJINE DE MODEL TP 400, (b)- l'obtention de la plaque (Originale, 2017).

II.3.2- Préparation des éprouvettes de types H

Nous avons découpé les plaques préparées en éprouvettes de type H (figure24 a) à l'aide d'un appareil mécanique. Pour chaque échantillon cinq éprouvettes ont été découpées. Dont les caractéristiques sont les suivantes (figure24 b) :

- Longueur totale : $75 + 2\text{mm}$
- Longueur partie calibrée : $25 + 0,5\text{mm}$
- Largeur aux extrémités : $12.5 + 1\text{mm}$
- Largeur partie étroite : $4 + 0,1\text{ mm}$

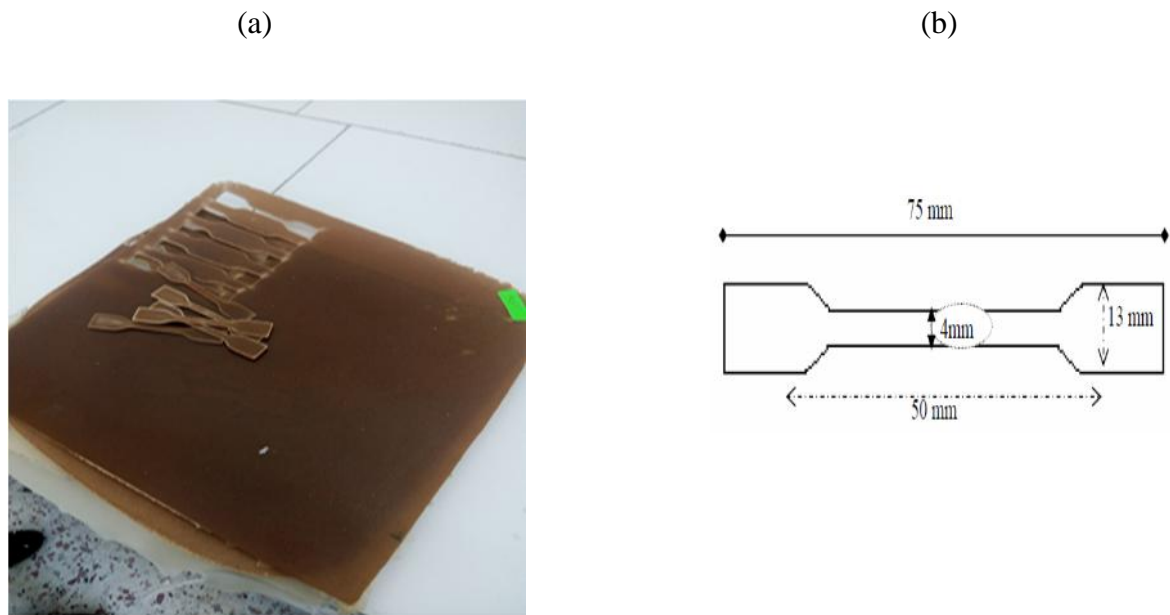


Figure 24:(a)-Model des éprouvettes de type H (Originale, 2017), (b)-les caractérisations d'éprouvettes obtenus.

II.4- Caractérisation chimique de la farine

II.4.1- Détermination du taux de cendre

L'expérience de la détermination du taux de cendre est réalisée au niveau du laboratoire commun du département Biologie à l'Université de Mouloud Mammeri (Tizi-Ouzou).

Le taux de cendre est le pourcentage des résidus de matière minérale restant après la calcination totale de la matière organique, et pour le déterminer différentes étapes ont été entreprises: [18,2].

1-En premier lieu, nous avons pris 3 creusets secs, puis à l'aide d'une balance analytique, nous avons pesé leurs masses vides.

2-Ensuite, nous avons introduit 5g de notre broyat de farine dans le creuset et nous avons pesé le creuset remplie (figure 25 et 26).

3-Après, nous avons mis le creuset remplie dans un four à moufle (figure27) à une température de 550°C pendant 3heures et 30minutes.

4- Au bout de ce temps écoulé, nous avons retiré les creusets du four, nous les avons mis dans un dessiccateur remplie de silicagel (figure28), pendant quelques minutes pour se refroidir.

Chapitre II : Matériels et méthodes

5- Une fois les échantillons refroidis, nous avons pesé une dernière fois le creuset.

Le Calcul de la teneur en cendre est effectué à l'aide de la formule suivante :

$$W = \frac{m1 - m2}{m0} \times 100$$

Avec:

- W La teneur en cendre en gramme.
- m1 Le poids de creuset avec les cendres en gramme.
- m2 Le poids de creuset vide en gramme.
- m0 Le poids de broyat utilisé « 5gramme ».

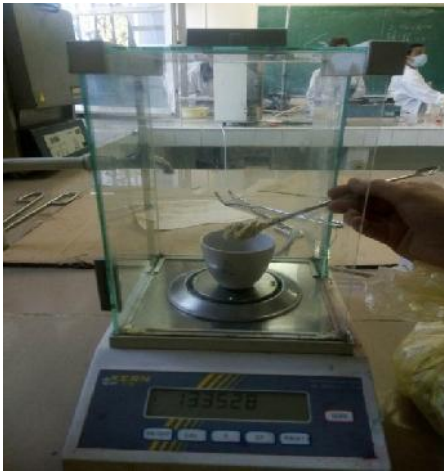


Figure 25: Balance analytique.



Figure 26: Creusets remplis.



Figure 27: Four à moufle.



Figure 28: Dessiccateur.

(Originale, 2017).

II.4.2-Détermination du taux d'absorption d'eau de la farine du roseau

Cette expérience est faite au niveau de laboratoire de chimie du socle SNV de l'Université de Mouloud Mammeri (Tizi-Ouzou).

Le taux d'absorption d'eau est la quantité d'eau maximale que peut absorber un échantillon préalablement étuvé pour qu'il puisse perdre son eau libre, après immersion complète dans de l'eau distillée [11,1].

Pour commencer, nous avons préparé trois échantillons de 5g de farine du roseau, puis nous avons mis chaque échantillon de farine dans des béchers (figure29) pour ensuite les peser. Ces différents échantillons ont été séchés pendant 24heures dans une étuve à 105°C (figure31) avant l'immersion dans l'eau distillée. Le lendemain, nous avons récupéré les échantillons, nous les avons placés dans le dessiccateur pour se refroidir pendant 45minutes. Après refroidissement, les échantillons ont été immergés dans 100ml d'eau distillée pendant 24heures (figure32).

Après les 24heures, à l'aide d'un passoir et du papier filtre, nous avons filtré les échantillons et nous avons pesé la farine.



Figure 29: Echantillons.



Figure 30: Pesés des échantillons.



Figure 31: Etuve.



Figure 32 : Immersion des échantillons dans des béchers

(Originale, 2017).

II.4.3-Détermination du taux de polyphénol de la farine du roseau commun

II.4.3.1-Définition des composés phénoliques

Les polyphénols sont des composés très précieux, présents spécifiquement chez les végétaux et jouent le rôle antioxydant puissant. IL existe trois grandes classes : les acides phénols, les flavonoïdes et les tanins.

II.4.3.2-Matériels et réactifs utilisés au laboratoire

Pour l'expérimentation, nous avons utilisés le matériel et réactifs suivants :

- Fiole jaugée de 250ml, bécher, erlenmeyer ;
- Pipettes, pro pipettes ;
- Spectrophotomètre, Cuve (cellule) en plastique ;
- Bain-Marie, balance ;
- Agitateurs, broyeur ;
- Cristalliseur, creuset ;
- Etuve, tubes à essai ;
- Réactif de Folin Ciocalteu dilué 10 fois (1ml de F.C+ 9 ml d'eau distillé) et 20 fois (1ml de F.C+ 19 ml d'eau distillé) ;
- Méthanol à 80% (80% de méthanol+20% d'eau distillée) ;

- Solution de NaCO_3 (carbonate de sodium) à concentration 74g/l ;

II.4.3.3-Extraction des polyphénols

Quatre pesées de 50mg de roseau sont préparées à l'aide d'une balance à 0,0001de précision. Par la suite, nous avons ajouté 20ml de méthanol pour chaque pesée à 80%. Ces dernières sont mises sous agitation pendant 2h puis filtrées et récupérées dans un erlenmeyer fermé.



Figure 33: Balance analytique.



Figure 34:Agitateurs « HEIDOLPH MOTOR »

(Originale, 2017).

II.4.3.4-Dosage des polyphénols totaux

Le dosage des polyphénols a été effectué à l'aide d'un spectrophotomètre à UV visible à une longueur d'onde de 760nm, au niveau de laboratoire chimie de département de Biologie 'SNV' à TAMDA.

Pour s'assurer que les résultats sont fiables, le dosage des composés phénoliques a été réalisé en quatre essais pour chaque concentration de folin 1/10 et 1/20, par la suite on a calculé la moyenne des densités optiques mesurées.



Figure 35: Spectrophotomètre « HELIOSEPSILON » (Originale, 2017).

Les polyphénols sont dosés par la méthode colorimétrique en utilisant le réactif Folin-Ciocalteu :

- Nous avons mélangé 0.5ml de la solution à doser ou du filtrat avec 2.5ml de réactif F.C.
- Après 1 mn de contact du Folin avec le filtrat, on ajoute 2ml de carbonate de sodium (Na_2CO_3) à concentration 74g/L, puis on met chaque mélange dans un tube à essai
- Nous avons met les tubes à essai dans le bain Marie à température $T = 50^\circ\text{C}$ pendant 5mn.
- Nous avons mesuré ensuite l'absorbance de chaque échantillon à 760nm.

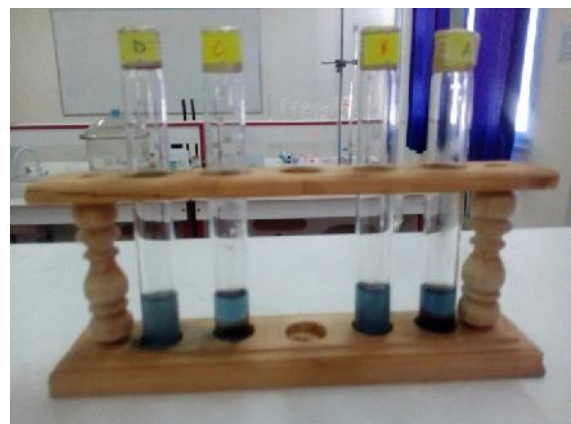
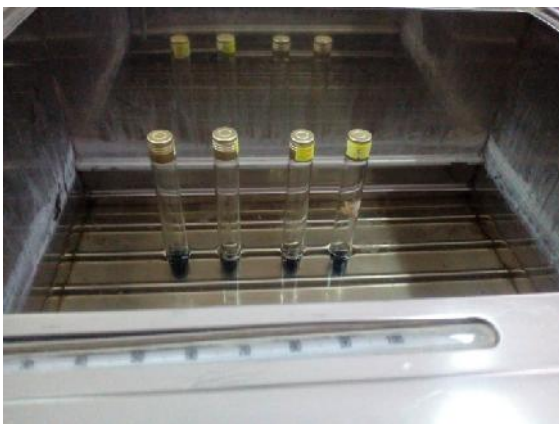


Figure36 : (a) tube à essai dans un bain Marie ; (b) tube à essai après le bain Marie (Originale, 2017).

Le pourcentage en polyphénols est calculé selon l'équation :

$$\% \text{Phénols totaux} = ((C * V) / 1000 * M) * 100$$

AVEC :

C : Concentration en équivalent acide gallique (g/l) ;

V : Volume de la solution (0.5ml) ;

M : Poids de l'échantillon à l'état frais (0.05g).50mg

II.4.4-Analyse morphologique par MEB

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy) est une technique qui est basée sur le principe des interactions électrons-matière. Elle nous renseigne sur la morphologie de surface des échantillons. Son principe consiste en un faisceau d'électrons balayant la surface de l'échantillon à analyser, qui à son tour réémet certaines particules. Ces différentes particules sont analysées par différents détecteurs qui permettent de reconstruire une image en trois dimensions de la surface.

Nos photomicrographies ont été obtenues au niveau du laboratoire de chimie situé à l'Université Mouloud Mammeri (Hasnaoua) à Tizi-Ouzou où nous avons effectué une observation sur un échantillon de la farine du roseau commun.

II.5-Tests et analyses des composites

II.5.1-taux d'absorption d'eau

Pour déterminer le taux d'absorption d'eau des composites, les étapes suivantes ont été suivies [11,1] :

1- Nous avons préparé des échantillons des plaques obtenus avec des dimensions de 50mm x 50mm x 2mm (figure40).

2- Ensuite, nous les avons pesés à l'aide d'une balance analytique.

3- Tous les échantillons ont été immergés dans 50ml d'eau distillé à une température de 25°C pendant 24heures (figure39)

Chapitre II : Matériels et méthodes

4- Après 24heures, ils ont été tirés au fur et à mesure de l'eau, essuyée soigneusement avec du papier absorbant, ensuite la masse des échantillons a été pesée.

5- Le taux d'absorption d'eau est donné par la formule de la figure36

6- Le taux d'absorption moyen pour chaque échantillon est enfin calculé.

$$[(M_f - M_o) / M_o] \cdot 100$$

Figure 37: formule de calcul d'absorption d'eau.

M_o La masse de l'échantillon avant l'immersion en gramme.

M_f La masse de l'échantillon après l'immersion en gramme.

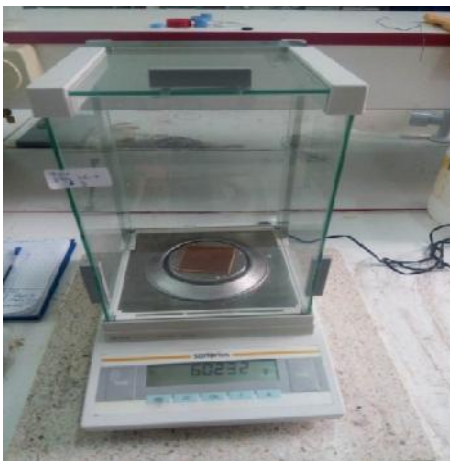


Figure 38: Pesée des plaques

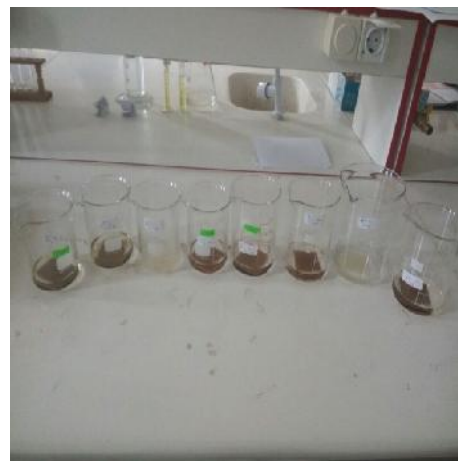


Figure 39: Immersion des plaques.

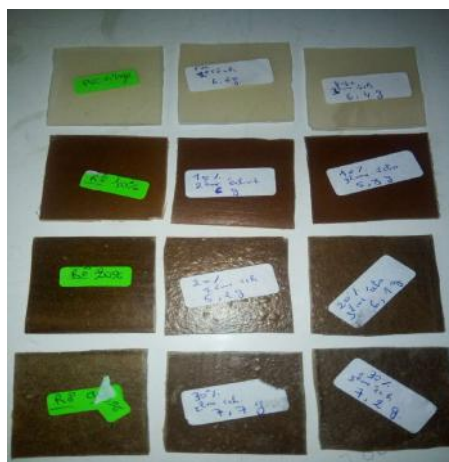


Figure 40: Plaques après immersion (Originale, 2017).

II.5.2-Test de traction

Cet essai consiste à placer une petite barre du matériau à étudier entre les mâchoires d'une machine de traction qui tire sur la barre jusqu'à sa rupture. Nous avons enregistré l'allongement et la force appliquée, que nous avons convertit ensuite en déformation et contrainte. Les essais de traction ont été effectués avec des éprouvettes obtenues sur une machine de la marque ZWICK de type BTC-FR 2.5TN.D09 (figure 41), en suivant la norme NFC 32-200 avec une température de 19.3°C et une vitesse de 50 mm/mn.



Figure 41: Machine d'essai de traction de marque ZWICK de type BTC-FR 2,5TN.N.09 (Originale, 2017).

(a)

(b)

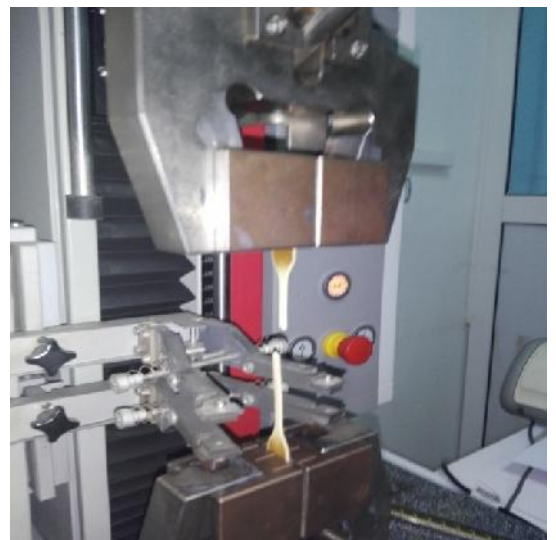


Figure 42: (a)- Eprouvette avant le test de traction et (b)- éprouvette après le test de traction (Originale, 2017).

II.5.3-L'analyse morphologique par MEB

Nous avons effectué cette observation avec le même appareil décrit dans le paragraphe (II.4.4). Le but a été d'analyser des faciès de rupture effectués sur 4 échantillons d'éprouvettes fracturées à l'aide de l'azote liquide réalisé chez un vétérinaire situé au TIMIZART LOGHBAR TIZI OUZOU. L'azote utilisé correspond au gaz diazote refroidi en dessous de son point d'ébullition à 77,36 K (-195,79 °C). Il a l'apparence d'un liquide limpide, d'où s'échappent des vapeurs blanches.

La raison de son utilisation est de subir une fracture ou cassure au milieu de l'éprouvette en gardant la même structure, propriétés mécanique, et physique de notre composite.

Chapitre III : Résultats et Discussions

III-1- Caractérisation chimique de la farine

III-1-1- Détermination du taux de cendre

Après calcination totale de la matière organique, les différents échantillons de la farine acquièrent une couleur grise. La figure (43) représente l'aspect des trois échantillons après calcination.



Figure 43 : l'aspect des trois échantillons après calcination (originale, 2017).

Le tableau ci-dessous montre les résultats du taux de cendre des échantillons obtenus lors des essais :

Tableau VII: les résultats de calcul du taux de cendre.

| Les creusets vides | Les creusets remplis | Les creusets avec cendre | Taux de cendre % |
|--------------------|----------------------|--------------------------|------------------|
| 31,77g | 36,77g | 31,97g | 4% |

Chapitre III : Résultats et Discussions

Le taux de cendre correspond à la disparition de la matière organique contrairement à la matière minérale (cendre) qui y'est reste.

La teneur en matière minérale de la fibre de roseau commun est de 4%. Cette valeur est légèrement élevée à celle que nous avons trouvée dans la littérature (3%) [39,12].

Cette richesse en matière minérale peut être expliquée par le fait que cette fibre est une plante semi-aquatique et dite vasculaire qui affectionne les milieux humides, et se trouve souvent dans les marais, donc elle prend les éléments nutritifs nécessaires à sa croissance grâce à la sève brute absorbée au niveau de ces racines.

Et aussi, il faut savoir que la teneur en cendre varie considérablement selon l'espèce, et dépend de la nature et la composition du sol sur lequel ces plantes poussent. En effet, ces dernières prennent du sol les éléments qui leurs sont indispensables.

III-1-2-Détermination du taux d'absorption d'eau de la farine du roseau commun

Les résultats obtenus après 24h d'immersion des trois échantillons dans de l'eau ainsi que le taux d'absorption d'eau sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau VIII: les résultats de calcul du taux d'absorption de la farine.

| M_f (masse après immersion) en g | M_o (masse avant immersion) en g | Taux d'absorption % |
|------------------------------------|------------------------------------|---------------------|
| 35,2133 | 28,3654 | 24,14% |

Nous avons remarqué du tableau qui précède que le taux d'absorption de la farine, est de 24,14%. Ceci est dû au caractère hydrophile de la fibre qui renferme dans sa structure

Chapitre III : Résultats et Discussions

chimique, comme toutes charges lignocellulosiques, des groupements polaires capabent d'interactions physiques avec l'eau.

III-1-3-Détermination du taux de polyphénol

Les résultats sont transformés en un histogramme représenté dans la figure ci-dessous :

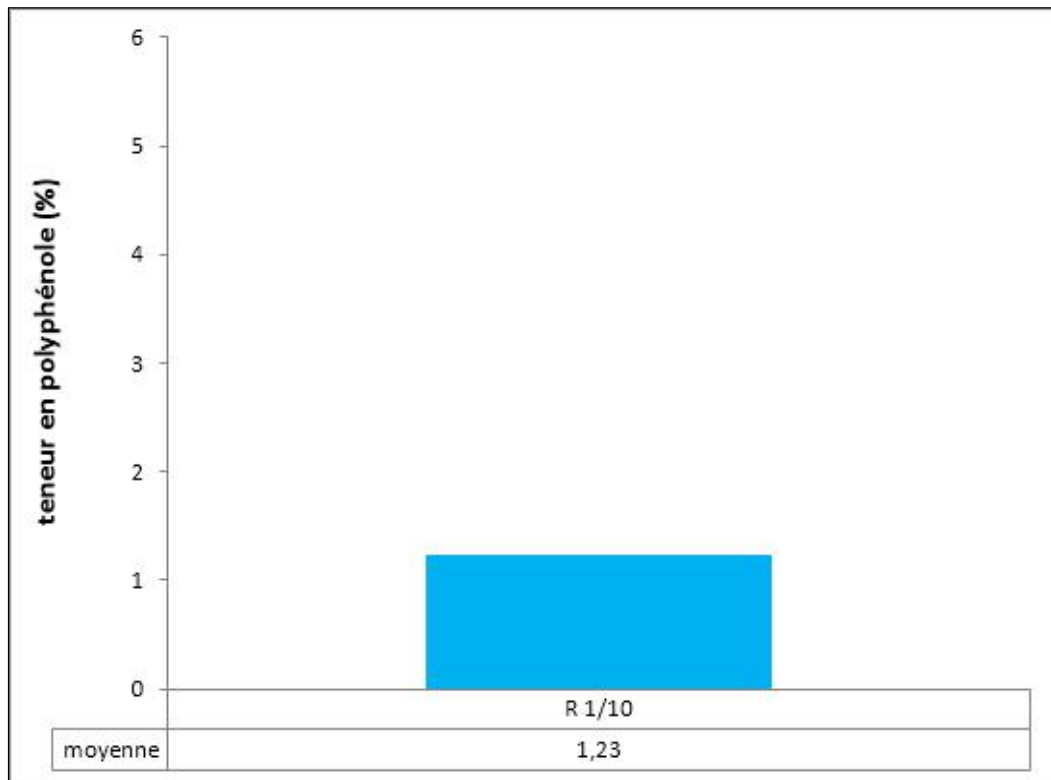


Figure 44: Les valeurs moyennes du taux des phénols totaux dans le roseau.

D'après l'histogramme, nous avons remarqué que le taux des polyphénols dans notre fibre est faible. Ceci est en accord avec les travaux de [44] sur l'Alfa (2,80mg/g) qui sont donc proche de nos résultats obtenus sur le roseau commun, car elles sont toutes les deux des plantes annuelles.

La nature de l'espèce influence sur le taux de polyphénols où sa teneur est élevée dans le bois et moindre dans les plantes annuelles, ceci est confirmé par l'étude de [45] qui a trouvé un taux du polyphénol supérieur dans le chêne zen (duramen, l'aubier).

Ainsi l'extraction des composés phénoliques à partir des plantes est influencée par la nature chimique, la présence de lignine et l'extractible sont essentiellement formées d'unité

Chapitre III : Résultats et Discussions

phénolique. Cette teneur en phénol rend la lignine hydrophobe [45]. Cela confirme la faible teneur déjà citée du phénol de notre fibre en raison de sa nature cellulosique.

III-2-Tests et analyses des composites

III-2-1-Test d'absorption d'eau

L'étude de l'absorption d'eau est un paramètre important du point de vue qualitatif que quantitatif, qui permet d'apprécier la qualité de renforcement en comparant les composites à la matrice vierge, et d'envisager l'utilisation des matériaux dans des milieux plus ou moins humide.

Les taux de l'absorption d'eau des différentes formulations du composite PVC/farine de roseau sont donnés sur la figure 45 :

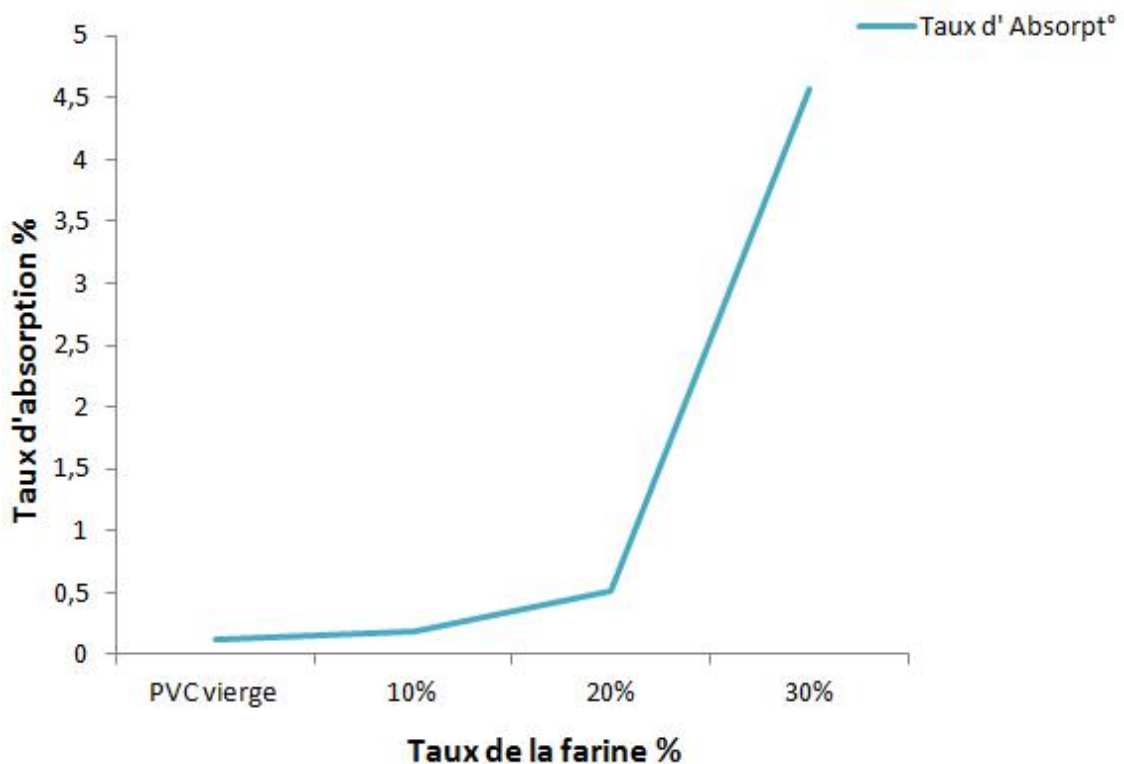


Figure 45 : Taux d'absorption en fonction de taux de la farine.

De la figure 45, il apparaît que le taux d'absorption en fonction de la farine du RO augmente en fonction de la teneur en charge, et aussi les échantillons qui contiennent 10%

Chapitre III : Résultats et Discussions

massique de la fibre absorbent moins d'eau que les échantillons avec 30 % massique. Ceci est en accord avec la littérature scientifique [36].

Nous pouvons attribuer ceci à la présence des groupes hydroxyles dans la farine utilisée ainsi que la porosité. En effet, les groupes hydroxyles sont présent dans l'hémicellulose et la cellulose, toutefois, comme cette dernière est cristalline, il serait plus aisé à l'eau de développer des liaisons par pont hydrogène avec les groupes hydroxyles de l'hémicellulose, qui rappelant, il est amorphe [41]. Pour ce qui est de la porosité, il pourrait être responsable de phénomène de capillarité, ce qui fait augmenter aussi le taux d'absorption.

Ainsi comme les groupes hydroxyle et la porosité augmentent avec la teneur en farine de roseau, alors le taux d'absorption augmente.

III-2-2-Test de traction

Les histogrammes suivant illustrent l'allongement et la contrainte à la rupture en fonction de différentes teneurs en charge (10, 20 et 30%).

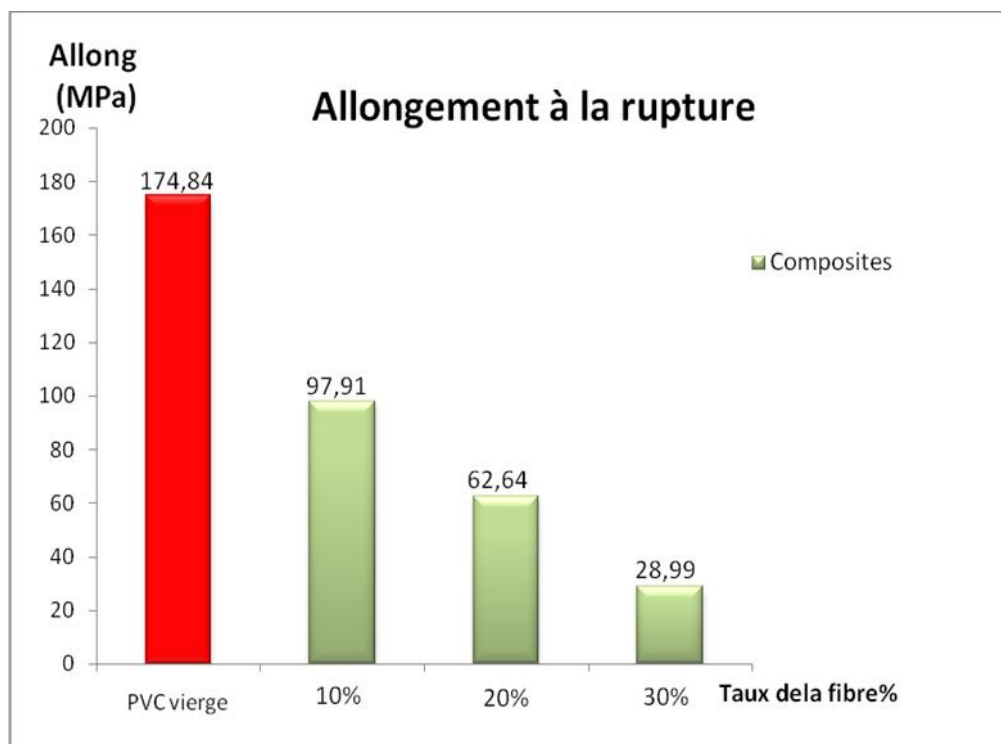


Figure 46 : Allongement à la rupture des différentes formulations du composite PVC/Roseau commun.

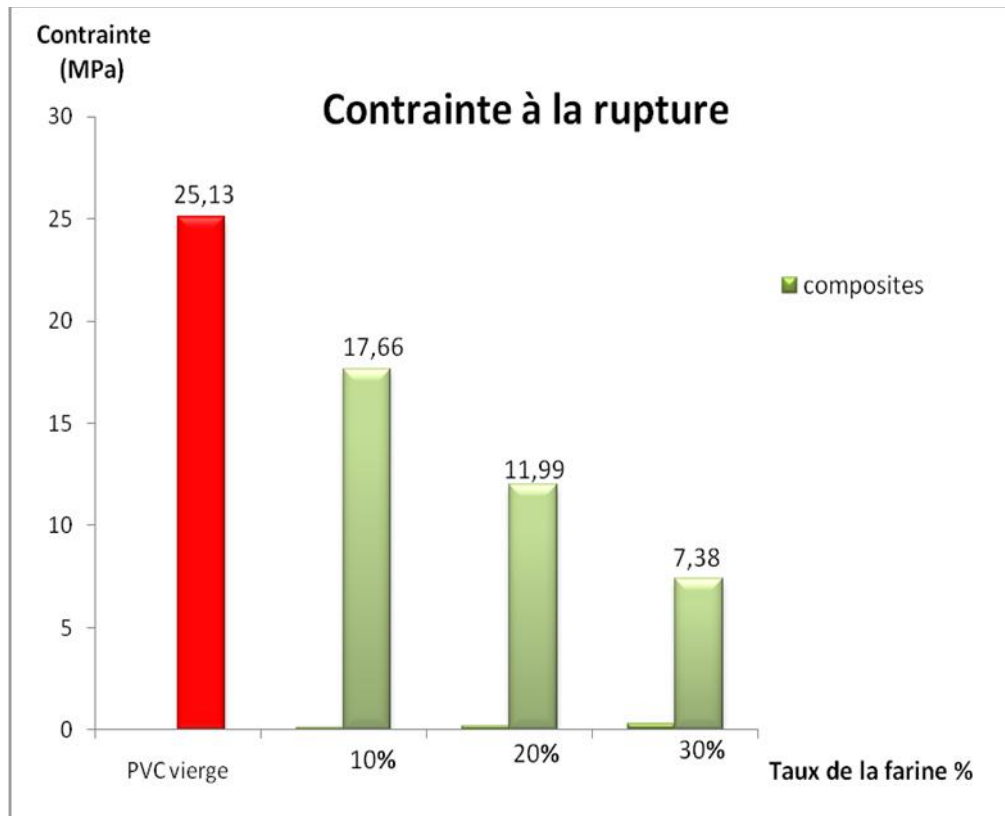


Figure 47 : Contrainte à la rupture des différentes formulations composites PVC/roseau commun.

D'après les histogrammes, nous avons remarqué que les résultats obtenus montrent que les deux propriétés mécaniques ont tendance à diminuer en fonction du taux de la farine comparativement au PVC vierge.

Effectivement, le PVC vierge admet une contrainte à la rupture de 25,13MPa, alors que toutes les autres formulations de 10, 20 et 30% ont des contraintes inférieures avec les valeurs suivantes : 17,66 ; 11,97 et 7,38MPa.

Pour l'allongement à la rupture, le PVC admet une valeur de 174,84MPa, alors que toutes les autres formulations des composites ont des allongements inférieurs. Mais pour les composites 10 % avec 97,91MPa et 20% avec 62,64MPa, la diminution est moins prononcée que celle de 30% avec 28,99MPa, cela est conformes avec d'autres auteurs [39].

Cette diminution est due au fait que les fibres sont à caractère hydrophiles et le PVC est hydrophobe, qui conduit à une absorption d'eau, et à l'incompatibilité qui existe entre la matrice et la charge végétale.

Chapitre III : Résultats et Discussions

En effet, l'absorption est à l'origine de défauts tel que les vides après la compression dans l'étape d'élaboration, qui conduit à l'évacuation de l'eau retenue. Pour ce qui est de l'incompatibilité, elle occasionne un mauvais transfert de contrainte entre la matrice et la charge, ce qui réduit les propriétés limites [40].

Toutefois, nous pouvons avancer l'argument de la mauvaise adhésion. En effet, à taux de charge élevé 30%, la mauvaise dispersion conduit à la détérioration de l'allongement et de la contrainte à la rupture [46, 47, 48,49].

Le module de Young du composite PVC/roseau, qui indique la rigidité des matériaux, est porté sur la figure 48.

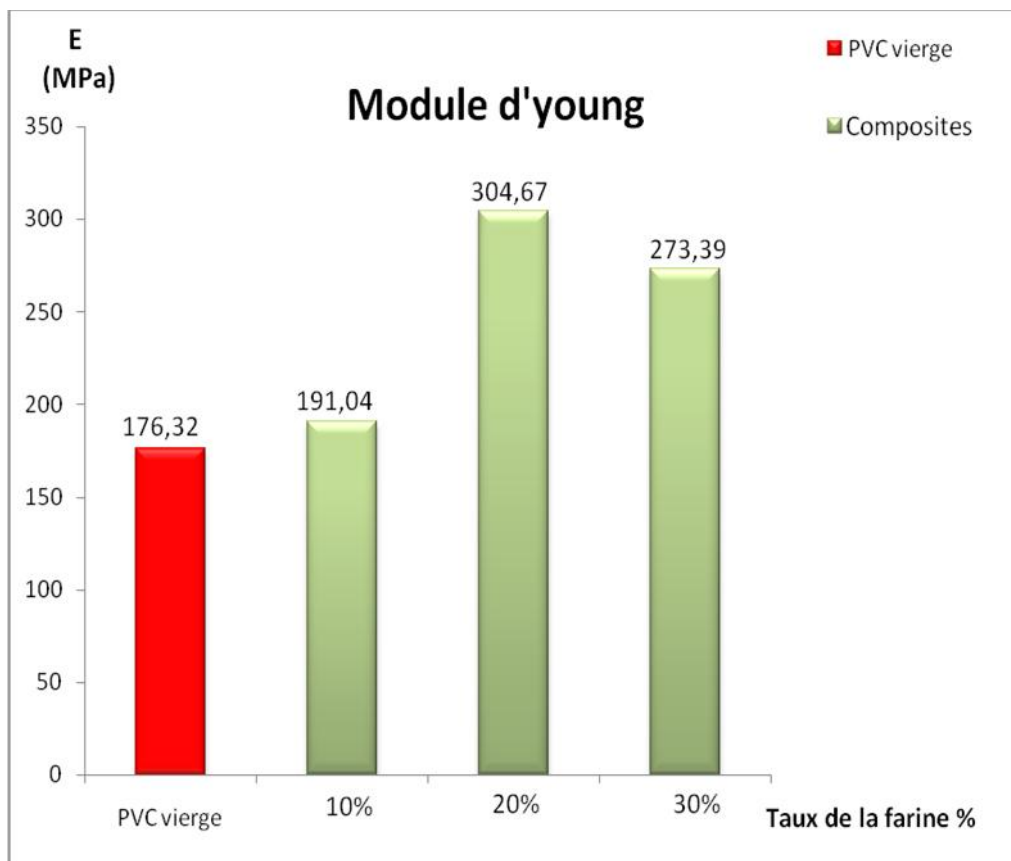


Figure 48 : Module de Young des différentes formulations du composite PVC/farine du roseau commun.

Nous avons remarqué que tous les modules des différents composites de 191,04 (10%) ; 273,39 (30%) et 304,67 (20%) MPa, sont supérieurs au module du PVC vierge avec 176,32%, résultat conforme à la littérature [50].

Chapitre III : Résultats et Discussions

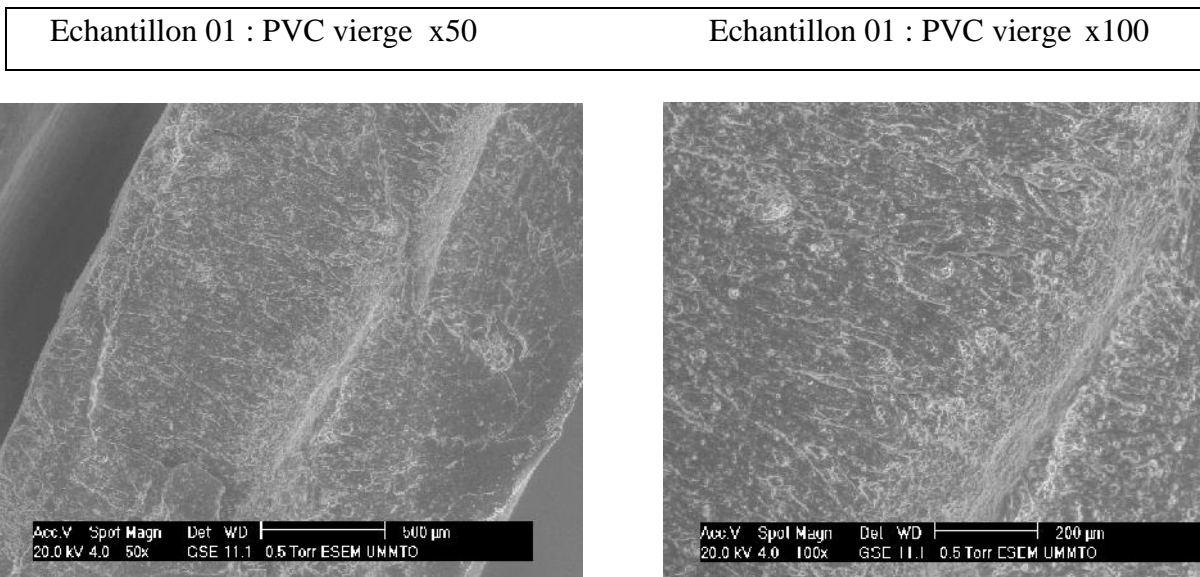
De la figure 47, le Module de Young a tendance à augmenter en fonction du taux de la farine, probablement expliqué par la rigidité apportée par la fibre au PVC. Nos résultats sont confirmés par certains travaux [38,36]. Toutefois, d'autres auteurs ont montré une augmentation linéaire en fonction du taux de charge [8].

L'augmentation est liée à la rigidité et ainsi à l'apport de la charge végétale, mais à partir de 20 % la difficile dispersion de la charge végétale dans la matrice polymère et la mauvaise orientation sont à l'origine de défaut qui influence négativement le module de Young. En effet, d'après la littérature le module dépend de la dispersion, de l'orientation, du facteur de forme et même de la compatibilité [36-5]. Ce qui confirme la diminution du composite à 30%. En effet, à fortes teneurs en fibres, le matériau devient rugueux et la surface se fissure.

III-2-3-Analyse morphologique par le MEB

III-2-3-1- Analyse des constituants vierges

La figure(49) montre la micrographie de MEB des éléments vierges à différents agrandissements, le PVC et la fibre respectivement. Nous avons remarqué que la surface du PVC est plate, lisse et compacte sans défauts, aussi, nous avons observé dans les fibres vierges la présence d'une constitution fibreuse, de pores, et des fissures clairement apparu sur l'image avec un agrandissement de 250.



Chapitre III : Résultats et Discussions

Echantillon 02 : fibre vierge x250

Echantillon 02 : fibre vierge x1000



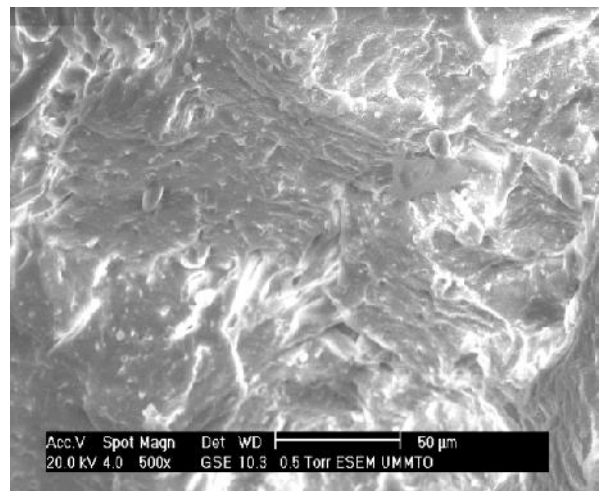
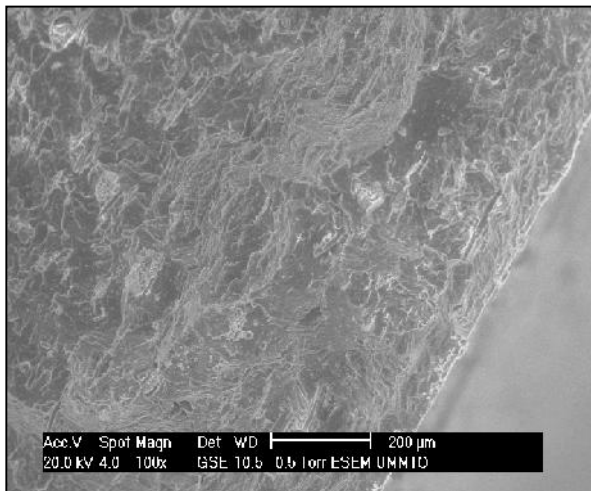
Figure 49 : Micrographie des constituants vierges.

III-2-3-2- Analyse MEB des différentes formulations

La figure (50) présente l'imagerie MEB des faciès de rupture des formulations 10, 20, et 30% du composite PVC/farine du roseau.

Echantillon 03: WPC 10% x100

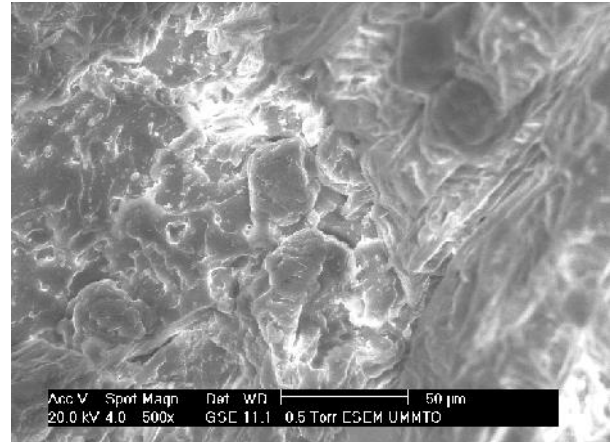
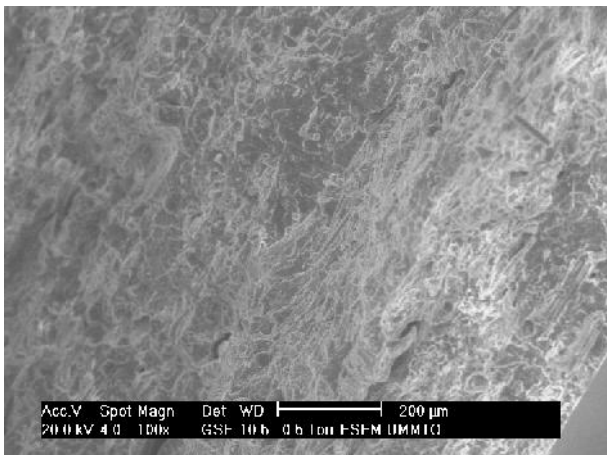
Echantillon 03: WPC 10% x500



Chapitre III : Résultats et Discussions

Echantillon 04 : WPC 20% x 100

Echantillon 04 : WPC 20% x 500



Echantillon 05: WPC 30% x100

Echantillon 05: WPC 30% x500

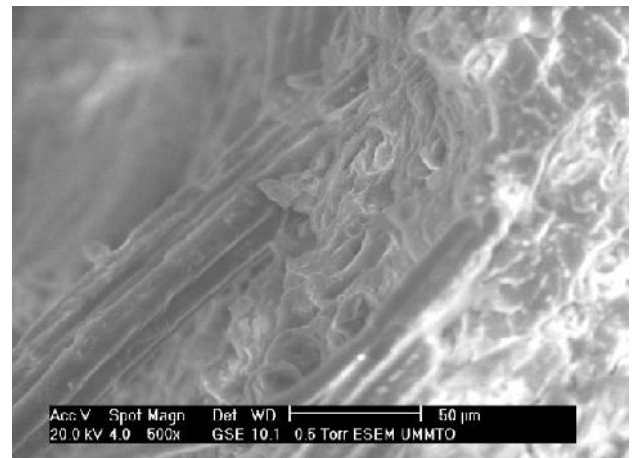
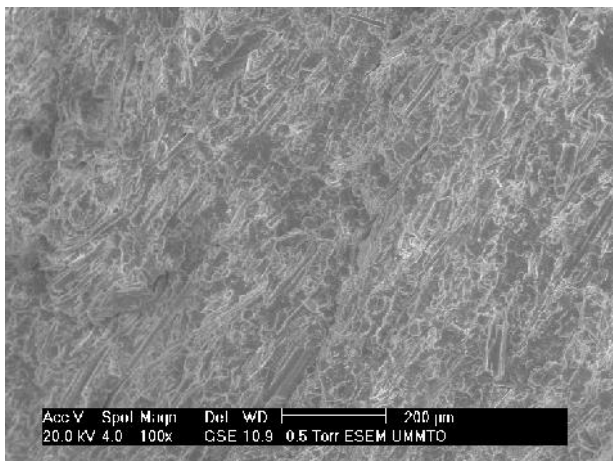


Figure50 : Micrographie du faciès de rupture des composites

Toutefois, nous avons remarqué que le chargement de taux de charge influence grandement sur la surface des différentes formulations. En effet, des déchaussements, une mauvaise dispersion, ainsi que la formation d'agglomérat sont observés particulièrement pour la formulation chargée avec 30 % massique de la farine du roseau.

Chapitre III : Résultats et Discussions

Le composite avec une charge de 10 % offre une meilleur dispersion et un déchaussement de fibre moindre comparativement avec les échantillons chargés avec 20 et 30 % massique, cela est en accord avec d'autres travaux [41].

Nous pouvons expliquer ces différents observations par la nature antagoniste du polymère (hydrophobe) et la farine du roseau commun (hydrophile), qui influence négativement sur la dispersion, l'interface entre la charge et la matrice et conduit à une fragilisation du matériau. Aussi, à cause des interactions charge-charge, la formation des agglomérats est prononcée à de forte teneur en roseau.

Néanmoins, ces défauts sont de moindre importance pour les formulations à 10 et 20 % massique de la farine végétale utilisée, particulièrement pour la première citée.

Conclusion Générale

L'objectif de ce travail est l'élaboration d'un composite biodégradable à base de PVC chargé par la fibre de roseau commun, afin de valoriser cette plante en raison de sa grande disponibilité en Kabylie et du fait qu'elle est une espèce colonisatrice.

Aussi, un point importants qui a incité au développement de cette recherche est le fait d'utiliser des techniques simples et peu coûteuses par rapport aux autres.

Au cours de cette étude, le PVC a été chargé par de différentes teneurs en roseau, à savoir 10, 20 et 30% avec un diamètre de 0,125mm, pour élaborer trois formulations à base de PVC/farine du roseau.

À l'issu de notre travail on peut conclure ce qui suit :

- le composite qui contient 10% de la fibre absorbe moins d'eau que les autres charges de 20% et 30% tel que le montre les résultats d'absorption 0,1813%, 0,5150%, 4,9752%, respectivement ;
- les résultats des tests mécaniques (module, allongement et contrainte à la rupture), qui renseignent sur la compatibilité indirectement, montrent que le composite chargé avec 10 % offre un bon compromis entre le module, l'allongement et la contrainte à la rupture, faits lié à sa relative bonne adhésion de la charge végétale et à sa bonne adhésion ;
- les résultats MEB montre que la formulation chargé de 10 % massique offre une meilleure dispersion et un déchaussement de fibre moindre que les échantillons de fibres plus chargés ;

Concernant les perspectives à ce travail, on pourra suggérer :

- de traité la fibre du roseau ou encore l'ajout d'agent couplant afin d'améliorer les propriétés mécaniques et l'adhésion, la qualité de la dispersion des fibres de roseau au sein de la matrice ;
- il convient aussi de tester d'autres types de fibres naturelles avec le Polychlorure de vinyle tels que sorgo, le bois rouge ou un mélange de charges végétales ;

Conclusion Générale

- d'un autre côté, il est aussi possible d'expérimenter la même farine de roseau avec d'autres matrices polymères tels que le polyéthylène (PE) et polypropylène (PP) ;

Références bibliographiques

- [1]- **FADEL A., 2014.** Influence des diverses modifications du genêt d'Espagne sur les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermiques de composites à matrice thermoplastique .Mémoire de magister. Université Sétif-1.106P
- [2]- **BOURAHLI M.E.H., 2014.** Caractérisation d'un composite verre / époxy. Thèse de doctorat. Université Ferhat Abbas-Sétif 1.137P
- [3]- **DUY CUONG NGUYEN., 2016.**caractérisation de l'interface fibre/matrice. Application aux composites polypropylène/chanvre. Thèse de doctorat. Université de technologie de troyes.112P
- [4]- **EDWIGE P., 2013.** Matériaux ligno–cellulosiques' élaboration et caractérisation'. Ecole nationale supérieure des mines de paris.166P
- [5]-**BALEY C., 2006.**renforcement des polymères par des fibres végétales. Revue des composites et des matériaux avancés vol. 16. N°1.hermès / Lavoisier.140P
- [6]-**MICHAUD F., 2003.**Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique: aptitude au post formage. Mémoire de thèse Université bordeaux i.
- [7]-**BEN'MBAREK.T., 2011.** Utilisation d'une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique de composites bois/plastique 'WPC'. Thèse de docteur de l'université de Pau et des pays de l'Adour. Ecole doctorale des sciences exactes et de leurs applications éd 211.167P
- [8]-**ABIR MAHFOUD., 2013.** Etude de la production et de la caractérisation de composites bois-plastiques. Université Laval Québec, canada. 101P
- [9]-**MOKHTARI A., 2016.**modélisation du comportement et de l'endommagement des composites à matrice thermoplastiques. Mémoire de doctorat. Université mouloud Mammeri tizi-ouzou.p6-25.
- [10]-**MINISTERE DES RESSOURCES NATURELLES DIRECTION DU DEVELOPPEMENT DE L'INDUSTRIE DES PRODUITS FORESTIERS., 2003.** Produits composites bois-polymère.rapport présenté au ministère des ressources naturelles par le centre de recherche industrielle du Québec. Gouvernement du Québec ministère des ressources naturelles. Bibliothèque nationale du Québec.53P

Références bibliographiques

- [11]- **BENALI M., 2016.**effet du traitement thermique des fibres sur les propriétés des composites bois-polymère. Mémoire présenté comme exigence partielle de la maîtrise en ingénierie. Université de du Québec en Abitibi-Témiscamingue. 121P
- [12]- **BOURAI K., 2010.** Étude du comportement thermique d'un composite bois-polymère pour une application en rotomoulage (Mémoire M.Sc.), Université Laval, Québec, 128P.
- [13]-**BELOUADAH Z., 2017.**contribution à l'étude d'endommagement et du comportement mécanique des matériaux composites renforcés par des fibres végétales existantes dans la région du Hodna. Thèse de doctorat. Université mouloud mammeri.p18-44.
- [14]-**BERTHELOT J.M., 2012.**matériaux composites : comportement mécanique et analyse des structures.5e édition. Elodie lecoquerre. Lavoisier, paris.633P
- [15]-**CHEVALIER A., 1968.** Usinage sans copeaux : production des pièces mécaniques par changement de forme. Technologie des fabrications mécaniques. Paris, librairie. P73-79
- [16]- **BATHIAS C., 2013.**matériaux composites. Technique et ingénierie. Dunod: paris ; 2e édition.528P
- [17]- **DO THI VI VI., 2011.** Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non. Thèse docteur de l'université de Grenoble et de l'université des sciences de hochiminh ville. Lcme et du laboratoire des polymères dans l'école doctorale siseo.189P
- [18]- **YAHIAOUI L., 2011.**caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (diss).mémoire de magister. Université Ferhat Abbas-Sétif UFAS (Algérie).96P
- [19]-**SEDAN D., 2007.** Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite. Thèse de Doctorat de l'université de limoges.129P
- [20]- **RAGOUBI M., 2010.** Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne. Thèse de doctorat. L'université Henri Poincaré Nancy 1.186P

Références bibliographiques

- [21]-**SALTONSTALL K., 2002.**l'invasion cristallique par un génotype non indigène du roseau commun, phragmites australes, en Amérique du nord. Edited by Barbara a. School, Washington University, St. Louis, mo.pnas _ February 19, 2002 _ vol. 99 _ no. 4.p2445–2449.
- [22]-**CHETOUANE M., 1982.**étude de la variabilité morphologique et biogéochimique de quelque population de phragmites communis du nord est algérien. Mémoire en biologie végétale intitulé. Université mouloud mammeri.67P
- [23]-**LAVOIE C., 2008.**rapport préparé pour le comité interministériel du gouvernement du Québec sur le roseau commun et pour canards illimités.44P
- [24]- **REGUANT J. et RINAUDO M., 1999.** Etude bibliographique sur les matériaux issus biomasse végétale, CEMAV-CNRS. Grenoble cedex 9.
- [25]-**MEDJA F., 2014.** Etat des polymères et leurs mélanges (état fondu) additionné de composé d'origine minérale. Mémoire de fin d'étude master. Université Med kider BISKRA.56P
- [26]-**TINGAUT PH., 2006.**Modification de la structure chimique du bois par des alcoxysilanes diversement substitués, thèse de doctorat. Université bordeaux. P17-27.
- [27]-**BOUDET A., 2003.** Voyage au cœur de la matière plastique : les microstructures des polymères. Cnrs éditions, paris. 200P
- [28]-**CARREGA M. et VERNEY V., 2012.**matières plastiques - propriétés, mise en forme et applications industrielles des matériaux polymères. DUNOD ; paris.3e édition.664P
- [29]-**MERCIER J.P., 1983.**polymérisation des monomères vinyliques, presse polytechnique romandes.
- [30]- **CARREGA M., 2009.**matières plastiques. Aide-mémoire. DUNOD, 2e édition. 256P
- [31]-**SLAMA I., 2008.** Caractéristiques physico-mécaniques des composites bois plastiques provenant de la valorisation des résidus des panneaux mdf- étude des possibilités de recyclage. Thèse de la maîtrise en ingénierie. Québec: université du Québec à Chicoutimi. P3-6-14-28-1-38-70.
- [32]-**DUVAL C., 2004.**matières plastiques et environnements : recyclage, valorisation, biodégradabilité, écoconception. DUNOD : paris. 2e édition.352P

Références bibliographiques

- [33]-**BOURBAN P.E., CARLSSON L., MERCIER.J P et MANSON J.A., 2004.** Matériaux composites à matrice organique: constituants, procédés, propriétés. Pour presses polytechniques. Vol.15.234P
- [34]-**BOUZOUITA S., 2011.**Optimisation des interfaces fibres-matrice de composites à renfort naturel. Thèse de doctorat, Ecully, Ecole centrale de Lyon.
- [35]-**NTENGA R., 2007.** Modélisation multi-échelle et caractérisation de l'anisotropie élastique de fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites. Thèse de doctorat, Université blaise Pascal-Clermont-Ferrand II ; Université de Yaoundé.
- [36]-**DJIDJELLI H., BOUKERROU A., RABOUHI A., FOUNAS R., KACI M., ZEFOUNI O., DJILLALI N., BELMOUHOUB L., 2007.**effet de la benzoylation de résidu d'olive sur les propriétés thermiques et mécaniques du composite polychlorure de vinyle (pvc)/grignon d'olive. Journal of applied polymer science doi 10.1002/app.1460-1465
- [37]-**DJIDJELLI H., BENACHOUR A., BOUKERROU A., ZEFOUNI O., MARTINEZ-VEGA J., FARENC J. et KACI M., 2007.**Etude thermique, diélectrique et mécanique du composite de poly (chlorure de vinyle) / grignons d'olive. Express polymer letters vol.1, no.12. P846–852.
- [38]-**CRESPO J.E., SANCHEZ L., PARRES F. et LOPEZ J., 2009.** Influence de la sciure de bois sur les propriétés mécaniques du composites plastifiés de vinyle. Journal of thermoplastic composite materials, vol. 22. P259-272
- [39]-**HAMMICHE D., BOUKERROU A., DJIDJELLI H., DJERRADA A., 2013.**Effets de certains anhydrides maléiques greffés de pvc (pvc-g-ma) sur la morphologie, et la mécanique et propriétés thermiques de matériaux composites pvc renforcé/fibre d'Alfa.232 journal of vinyl & additive technology.doi 10.1002/vn.226-232.
- [40]-**SOMBATSOMPOP N., CHAOCHANCAIKUL K., PHROMCHIRASUK C. et SIRINTHORN THONGSANG., 2003.** Effet de la teneur en sciure de bois sur les propriétés rhéologiques et les changements structurels, et propriétés thermomécaniques des matériaux composites pvc / sciure de Bois.Polym Int 52:1847–1855
- [41]-**SAINI G., CHOUDHARY V., BHARDWAJ R., NARULA A.K., 2008.**Study on PVC composites containing *Eugenia Jambolana* wood flour. Journal of Applied Polymer Science, vol. 107. P2171–2179.

Références bibliographiques

- [42]-**BOUKERROU A., BEZTOUT M., DJIDJELLI H., KRIM S., HAMMICHE D., 2012.**The Effect of Chemical Treatment of Cellulose with Epoxidized Soybean Oil (ESO) on the Properties PVC/Cellulose Composites Mol. Cryst. Liq. Cryst.556: 223-232.
- [43]-**GHETTAS M., 2013.**Influence d'huile de tournesol Epoxyde comme Co-plastifiant sur la stabilité Thermique du PVC. Mémoire de master Academique.université KASDI MERBAH OUARGLA.P32 plastifiant.
- [44]- **SABRINE H., 2011.**Les fibres végétales Tunisiennes : propriétés et applications dans les biocomposites. Mag en chimie industrielle. Univ de Carthage. Institut National des sciences appliqués et de technologie.79P
- [45]- **DEBIT Z., 2015.**Caractérisation chimique du bois de chêne zéen (*Quercus canariensis* Willd.) et du roseau commun (*Phragmites australis*) : Dosage des polyphénols. Mémoire de Fin d'étude en chimie. Université Mouloud Mammeri de Tizi ouzou.37P
- [46]- **MALDAS D., KOKTA V. et DANEULT C.J., 1989.**Vinyl .Technol.11(2).
- [47]- **MATUANA L.M., MENGELOGLU F., VINYL J., 2001.** Addit. Technol. 7(67).
- [48]- **ISLAM MD.N., RAHMAN MD.R., HAQUE MD.M. et HUQUE M.M., 2010.** Comp. A. 41.192P
- [49]- **ZURINA M., ISMAIL H., BAKAR A.A. et REIN J., 2004.**Plast. Compos. 23(13).1397.
- [50]- **CHEN Y.Z., WANG C., CHU Y.L.F., JIN L., 2014.** BioRes.9(4).7389.



Localisation de la région de CHAMELAL (GoogleMaps, 2017).

Test de traction

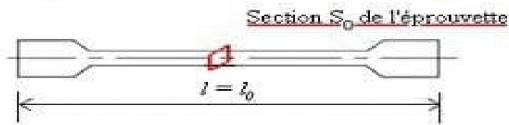
L'essai de traction donne plusieurs valeurs importantes :

Module d'élasticité : C'est le rapport de la contrainte de traction à la déformation correspondante dans la limite de contrainte maximale qu'une matière peut supporter.

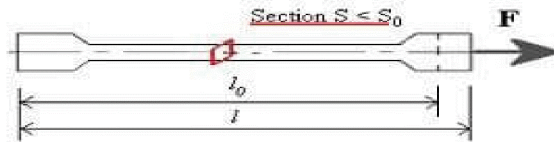
Contrainte à la rupture : C'est la charge de traction supportée par l'éprouvette à l'instant de sa rupture par unité de surface.

Allongement à la rupture : C'est l'augmentation de la distance entre les repères sur la partie calibrée de l'éprouvette produite par une charge de traction au moment de la rupture de l'éprouvette.

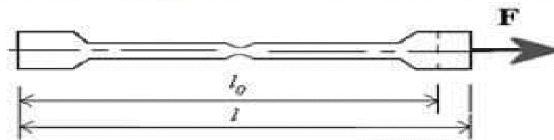
Eprouvette avant traction



Pendant la traction – Allongement de l'éprouvette



Résistance mécanique R_m atteinte – Apparition d'une striction



Résistance à la rupture R_r atteinte – Rupture de l'éprouvette



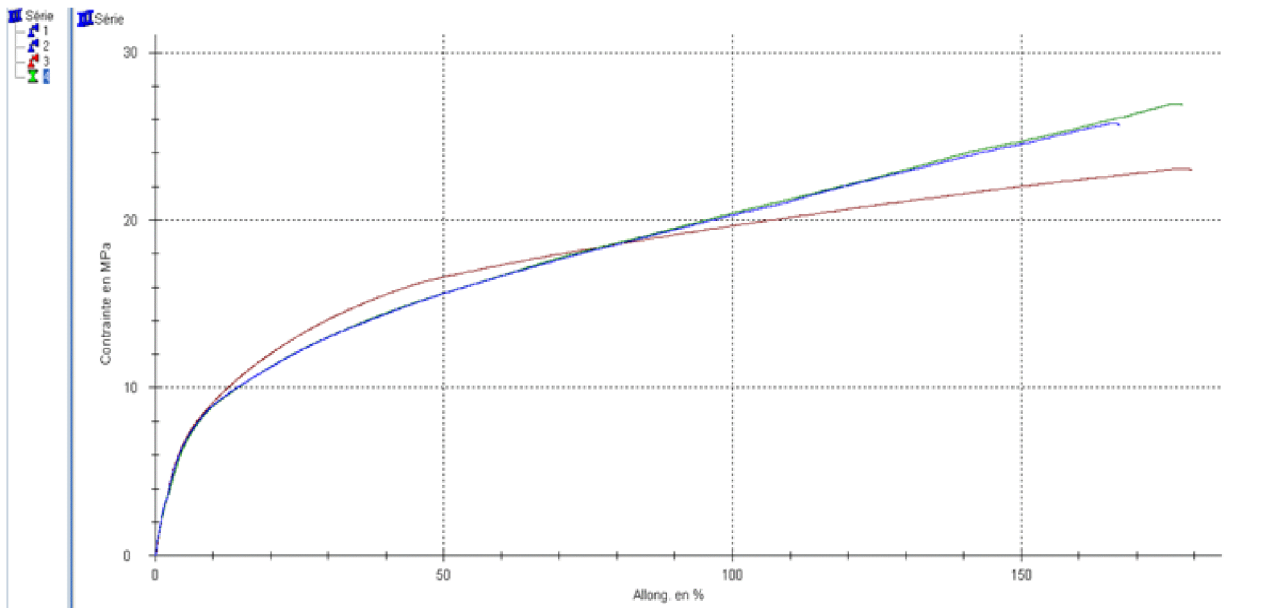
Evolution d'une éprouvette soumise à un essai de traction

Avec :

L_0 : la longueur initiale, longueur de la barre avant le début de l'essai de traction.

L : longueur de la barre juste avant la rupture.

Les différents tests d'essais de tractions du PVC vierge, et les composites à charge 10,20 et 30% respectivement,

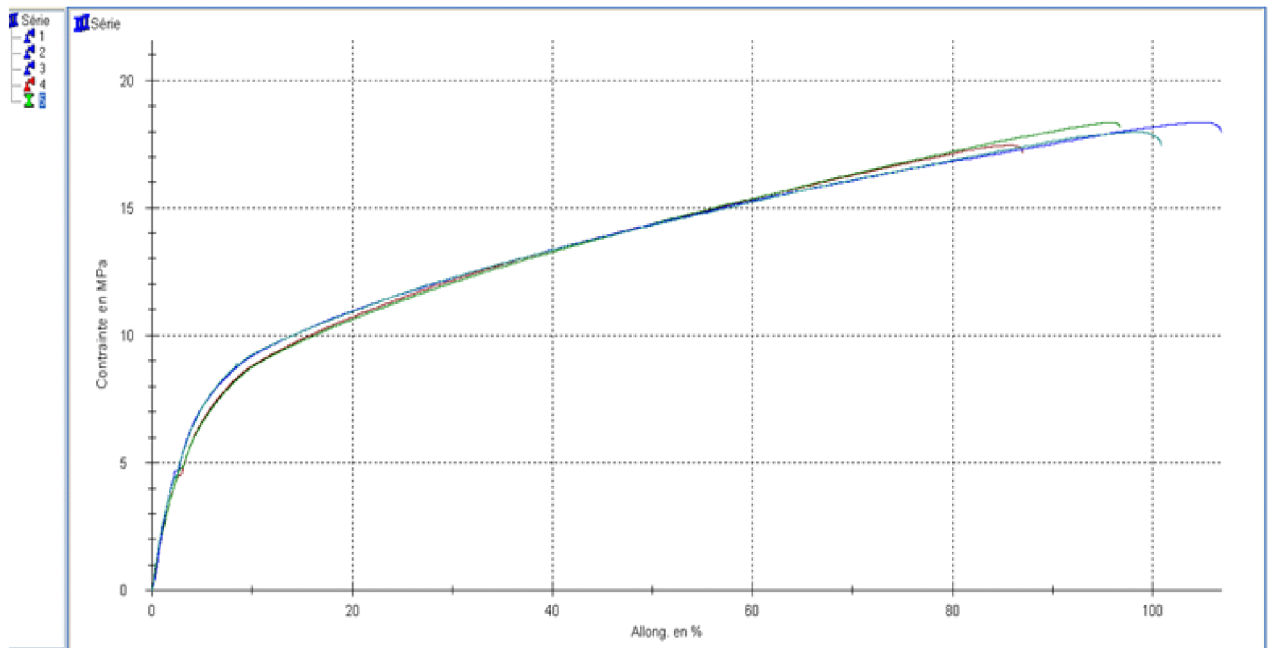


Ce Graphe représente les propriétés mécaniques du PVC vierge.

Ce Tableau représente la moyenne des propriétés mécaniques du PVC vierge.

| Nr | Ep mm | L mm | L0 mm | S0 mm ² | FR MPa | Along-Rupt. % | Module MPa |
|----|----------|---------|----------|-----------------------|-----------|------------------|---------------|
| 1 | 2.13 | 4.16 | 50.04 | 8.861 | 22.96 | 179.56 | 123.89 |
| 2 | 1.84 | 4.13 | 50.07 | 7.599 | 26.80 | 177.94 | 192.55 |
| 3 | 1.97 | 4.13 | 50.06 | 8.136 | 25.63 | 167.02 | 212.52 |

| Série n = 3 | Ep mm | L mm | L0 mm | S0 mm ² | FR MPa | Along-Rupt. % | Module MPa |
|----------------|----------|---------|----------|-----------------------|-----------|------------------|---------------|
| x | 1.98 | 4.14 | 50.05 | 8.199 | 25.13 | 174.84 | 176.32 |

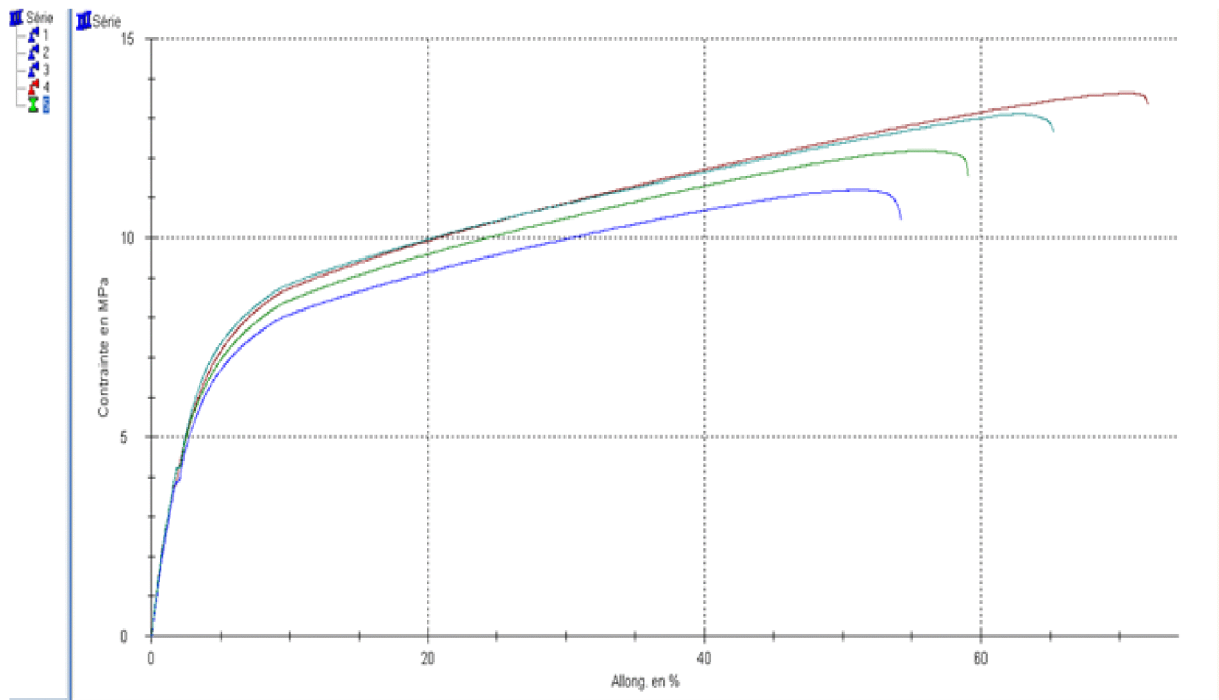


Ce Graphe représente les propriétés mécaniques du composite avec 10%

Ce tableau dresse la moyenne des propriétés mécaniques du composite avec 10%

| Nr | Ep mm | L mm | L0 mm | S0 mm ² | FR MPa | Along-Rupt. % | Module MPa |
|----|----------|---------|----------|-----------------------|-----------|------------------|---------------|
| 1 | 1,43 | 4,12 | 50,06 | 5,892 | 17,13 | 87,07 | 178,77 |
| 2 | 1,54 | 4,09 | 50,07 | 6,299 | 18,16 | 96,74 | 132,11 |
| 3 | 1,34 | 4,21 | 50,08 | 5,641 | 17,94 | 106,90 | 180,21 |
| 4 | 1,48 | 4,2 | 50,05 | 6,216 | 17,41 | 100,92 | 273,07 |

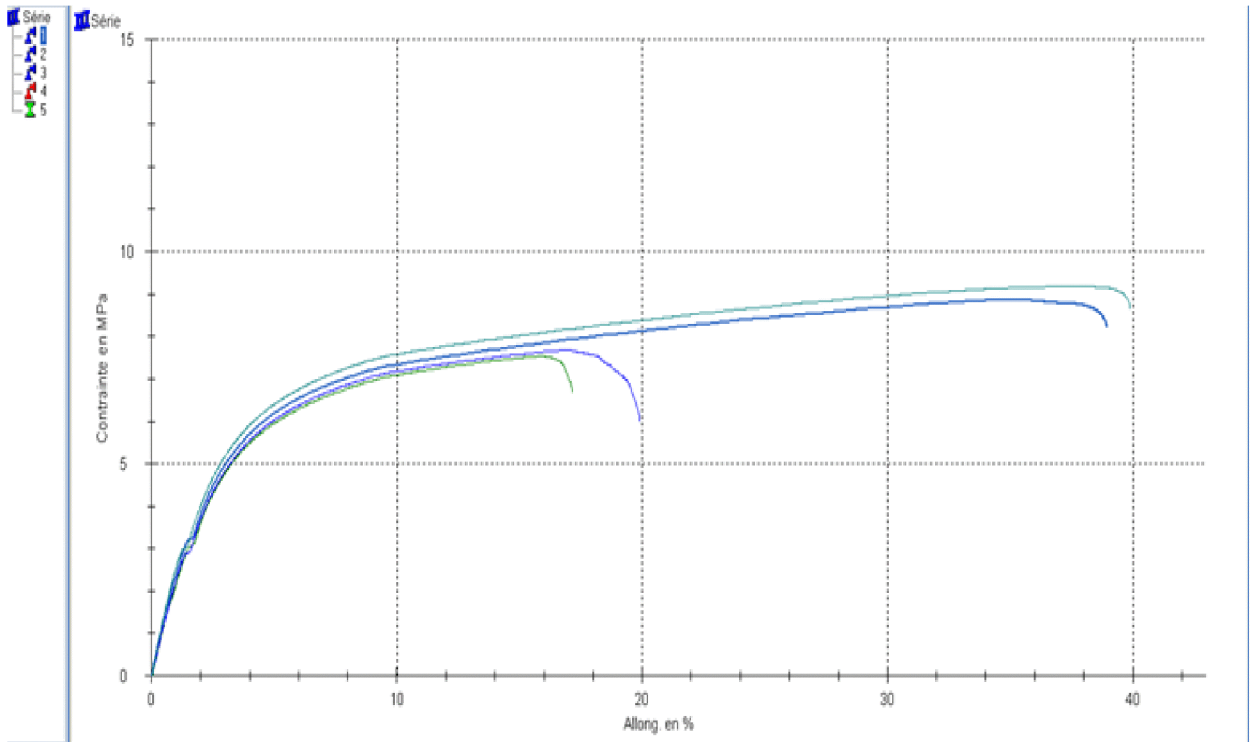
| Série n = 4 | Ep mm | L mm | L0 mm | S0 mm ² | FR MPa | Along-Rupt. % | Module MPa |
|----------------|----------|---------|----------|-----------------------|-----------|------------------|---------------|
| \bar{x} | 1,447 | 4,155 | 50,06 | 6,012 | 17,66 | 97,91 | 191,04 |



Ce Graph représente les propriétés mécaniques du composite avec 20%

Ce tableau représente la moyenne des propriétés mécanique du composite avec 20%

| Nr | Ep mm | L mm | L0 mm | S0 mm ² | FR MPa | Along-Rupt. % | Module MPa |
|------------------------|------------------|-----------------|------------------|------------------------------|-------------------|--------------------------|-----------------------|
| 1 | 1.79 | 4.11 | 50.07 | 7.357 | 13.33 | 72.06 | 347.78 |
| 2 | 1.62 | 4.15 | 50.07 | 6.723 | 11.54 | 59.07 | 309.11 |
| 3 | 1.72 | 4.18 | 50.09 | 7.19 | 10.43 | 54.22 | 263.28 |
| 4 | 1.7 | 4.11 | 50.07 | 6.987 | 12.66 | 65.21 | 298.50 |
| Série n = 4 | Ep mm | L mm | L0 mm | S0 mm² | FR MPa | Along-Rupt. % | Module MPa |
| x̄ | 1,708 | 4,138 | 50,08 | 7,064 | 11,99 | 62,64 | 304,67 |



Ce Graphe représente les propriétés mécaniques du composite avec 30%

Ce tableau représente la moyenne des propriétés mécaniques du composite avec 30%

| Nr | Ep mm | L mm | L0 mm | S0 mm ² | FR MPa | Along-Rupt. % | Module MPa |
|----|----------|---------|----------|-----------------------|-----------|------------------|---------------|
| 1 | 2,24 | 4,14 | 50,09 | 9,274 | 8,23 | 38,97 | 281,34 |
| 2 | 2,34 | 4,15 | 50,12 | 9,711 | 6,66 | 17,17 | 254,25 |
| 3 | 2,5 | 4,16 | 50,10 | 10,4 | 5,99 | 19,92 | 257,42 |
| 4 | 2,21 | 4,12 | 50,08 | 9,105 | 8,64 | 39,89 | 300,56 |

| Série n = 4 | Ep mm | L mm | L0 mm | S0 mm ² | FR MPa | Along-Rupt. % | Module MPa |
|----------------|----------|---------|----------|-----------------------|-----------|------------------|---------------|
| x | 2,322 | 4,143 | 50,10 | 9,622 | 7,38 | 28,99 | 273,39 |

Le tableau suivant donne les valeurs obtenues lors du test d'absorption du composite

| Taux de la fibre | 10% | | | 20% | | | 30% | | | PVC vierge | | |
|-------------------|-------------------------|-------|-------|---------|-------|-------|---------|-------|--------|------------|-------|-------|
| | E1 | E2 | E3 | E1 | E2 | E3 | E1 | E2 | E3 | E1 | E2 | E3 |
| M ₀ | 5,6885 | 6,018 | 5,829 | 5,2229 | 5,249 | 6,129 | 8,8275 | 7,793 | 7,2121 | 5,5836 | 6,580 | 6,389 |
| M _f | 5,7053 | 6,023 | 5,839 | 5,2843 | 5,264 | 6,138 | 9,2258 | 8,104 | 7,591 | 5,5859 | 6,597 | 6,391 |
| La moyenne | M ₀ =5,8451g | | | 5,5336g | | | 7,9442g | | | 6,1842g | | |
| | M _F =5,8557g | | | 5,5621g | | | 8,3069g | | | 6,1913g | | |
| Taux d'absorption | 0,1813% | | | 0,5150% | | | 4,5655% | | | 0,1148% | | |

Le tableau suivant donne les valeurs obtenues lors du test d'absorption de la farine

| | Les creusets vides | Les creusets remplie | Creuset après étuve | Creuset après immersion |
|--------------|--------------------|----------------------|---------------------|-------------------------|
| Echantillon1 | 24,7682 | 29,7682 | 29,3467 | 34,3544 |
| Echantillon2 | 24,6219 | 29,6219 | 29,2121 | 37,044 |
| Echantillon3 | 21,9518 | 26,9518 | 26,5375 | 34,2417 |
| La moyenne | 23,7806 | 28,7806 | 28,3654 | 35,2133 |