

N° d'ordre :

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOULOUD MAMMERI DE TIZI-OUZOU

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE CHIMIE



DOMAINE : SCIENCES DE LA MATIERE
FILIERE : CHIMIE

MEMOIRE DE MASTER

SPECIALITE : CHIMIE DE L'ENVIRONNEMENT

THEME

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

Présenté par : **AROUN** **OUAHIBA**
AGROUCHE **DJEDJIGA**

Soutenu publiquement, le 27 / 09 / 2017, devant le Jury composé de :

Mr KADOUCHE	SLIMANE	Maitre de conférences classe A	PRESIDENT
Mr RAHMOUNE	Md Ameziane	Maitre de conférences classe B	ENCADREUR
Mme Louni	Dallila	Maitre assistante classe A	Co-ENCADREUR
Mr LATEB	Yacine	Maitre assistante classe A	EXAMINATEUR
Mme ABANE	Lamia	Maitre assistante classe A	EXAMINATRICE

Remerciements

Je remercie ALLAH le tout puissant de nous avoir donné le savoir et la faculté de pouvoir poursuivre nos études afin de choisir un métier d'avenir noble.

On voudrait tout d'abord adresser notre gratitude à notre promoteur Mr Rahmoune Md Ameziane pour son soutien, 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-promotrice Mme Louni Dallila pour son soutien et ses précieux conseils tout au long de ce travail.

Nous tenons à remercier le personnel du 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), plus particulièrement monsieur Allouche Y.

Merci également à :

- Mr. Kadouche. S, d'avoir accepté de présider l'honorable jury ;*
- Mr. Lateb. Y, d'avoir accepté d'examiner et d'évaluer ce travail.*

Nous tenons également à adresser nos plus vifs remerciements au :

- personnel du laboratoire de chimie de Tamda de la faculté des sciences biologiques et des sciences agronomiques ;*
- enseignants qui nous ont formés durant tout notre cursus ;*
- personnel de la bibliothèque de chimie pour leur patience et leur compréhension ;*
- personnel de l'administration de département chimie ;*
- à tous ceux et celles qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

*A mes chers parents : Hocine et Dahbia,
qui sont la joie de ma vie, et qui me procurent
tant de soutien, d'amour et d'affection ; ma
moindre réussite est le fruit de leur sacrifice,
dévouement et persévérance.*

A mon frère : Abdenour.

*A mes chères sœurs : Fadhila, Hafida, Lila et
Nassima, Lynda, ainsi que son époux Kamel*

*A la personne qui ma soutenu et qui ma
toujours encouragé pour avancer Dahmane,
ainsi toutes sa famille.*

A toutes la famille « AROUN ».

A mes amis (es), surtout Moumouh.

A ma binôme : djedjiga et toute sa famille.

A toute personne que j'aime et qui m'aime.

Ouahiba

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

A la mémoire de ma chère Mère, que le Bon Dieu le tout puissant puisse l'accueillir dans son vaste paradis.

A mon cher père, qui m'a toujours apporté son soutien inconditionnel tout au long de mes études.

A mes chères sœurs et frères.

A toute la famille « AGROUCHE ».

A mes nièces et neveux.

A tous mes amis (es) sans exceptions.

A ma binôme : ouahiba et toute sa famille.

Djedjiga

Liste des figures

Figure 1: Production mondiale des WPC's	3
Figure 2 : Exemples de quelques applications des WPC's	4
Figure 3 : Schéma de la structure d'une fibre végétale	6
Figure 4 : Structure moléculaire de la cellulose	6
Figure 5 : Structure chimique partielle de deux hémicelluloses	7
Figure 6 : Monomère constitutifs de la lignine	8
Figure 7: Image d'une population de roseaux communs	10
Figure 8 : Image correspond à la fixation de roseau sous l'eau	11
Figure 9 : Schéma de polymérisation du chlorure de vinyle	16
Figure 10 : Schéma de fabrication du composant de base : la résine PV ou compound	16
Figure 11 : Structure chimique de plastifiant	19
Figure 12 : Grignon d'olive et tige de roseau	20
Figure 13 : Echantillons dans l'étuve	22
Figure 14 : Filtrage des échantillons	22
Figure 16 : Mélangeur à cylindres de SCUYER de type A 80	25
Figure 17 : Presse de marque FONTJINE	25
Figure 18 : Exemple de plaque obtenue	25
Figure 19 : Eprouvette de type H	26
Figure 20 : Appareil mécanique utilisé pour l'obtention des éprouvettes H	26
Figure 21: Image de machine	27
Figure 22 : Image éprouvette avant essai mécanique	27
Figure 23: Les valeurs moyennes de la teneur en phénols totaux dans le R.C et le G.O	29

Liste des figures

Figure 24 : Spectre IR de la farine de roseau	30
Figure 25: Spectre IR de la farine de grignon	30
Figure 26 : Analyse thermogravimétriques de la farine de G.O	31
Figure 27 : Graphe du taux d'absorption en fonction de taux de la charge végétale	32
Figure 28 : Contraintes à la rupture des différentes formulations	33
Figure 29 : Allongements à la rupture des différentes formulations	33
Figure 30 : Module de Young des différentes formulations	34

Liste des tableaux

Tableau 1 : Classification de roseau commun	11
Tableau 2 : Composition chimique d'une fibre de roseau	12
Tableau 3 : Composition chimique des différents types de grignon	14
Tableau 4 : Teneurs des composants minéraux en % des cendres totales	14
Tableau 5 : Les teneurs du PVC et ses additifs dans le blend	19
Tableau 6 : Masse des différentes fibres	25

Liste des abréviations

A.G : Acide Gallique

ATG : Analyse Thermogravimétrique

C : Carbone

Ca : Calcium

C.à.d : C'est-à-dire

CaO : Oxyde de Calcium

Cl : Chlore

Cm : Centimètre

CO₂ : Dioxyde de Carbone

°C : Degré Celsius

°C/min : Degré Celsius par Minute

F.C : Folin-Ciocalteu

Fe₂O₃ : Oxyde de Fer (III)

G. : Grignon

G.O : Grignon d'Olive

G Pa : Giga Pascale

G : Gramme

g/cm : Gramme par Centimètre

g/cm³ : Gramme par Centimètre cube

g/l : Gramme par Litre

H : Heure

IRFT: Infra Rouge à Transformation de Fourier

j/m : Joule par Mètre

K₂O : Oxyde de Potassium

Kcal/kg : Kilocalorie par Kilogramme

Kg/m³ : Kilogramme par Mètre cube

mg/g : Milligramme par Gramme

Liste des abréviations

min : Minute

MPa: Méga Pascal

μm : Micromètre

Na_2O : Oxyde de Sodium

nm: Nanomètre

PA: Polyamide

PAV : Poly acétates de Vinyle

PC : Polycarbonates

Pcr : Partie par Centaine de Résine

PE : Polyéthylène

PP : polypropylène

P_2O_5 : Oxyde de Phosphore

R.C : Roseau commun

SO_3 : Oxyde de Sulfure

SiO_2 : Oxyde de Silicium

T: Température

Tf : Température de Fusion

Tg : Température de Transition Vitreuse

UV: Ultra Violet

WPC : Wood Plastique Composite

Zn : Zinc

Table des matières

Introduction générale	1
-----------------------------	---

Chapitre I : Généralités sur les matériaux composites bois-polymères

I. Généralités sur les composites bois-polymères	3
II. Application des composites à base des fibres végétales	3
III. Matrices thermoplastiques	4
IV. Matériaux thermodurcissables	4
V. Fibres végétales	5
V.1. Constitution d'une fibre naturelle	5
V.1.1. La cellulose	6
V.1.2. L'hémicellulose	7
V.1.3. Les lignines	7
VI. Adhésion fibre/matrice	8
VII. Méthodes de mise en oeuvre	8
VII.1. Les techniques plasturgistes	8

Chapitre II : Généralités sur le roseau commun, grignon d'olive et PVC

Partie A: Le roseau commun

I. Généralités sur le roseau commun	10
II. Classification de roseau commun	11
III. Composition chimique de la fibre de roseau	11
IV. Utilisations de roseau commun	12
V. Impacts sur l'environnement	12

Partie B : Le grignon d'olive

I. Définition de grignon d'olive	13
II. Différents types de grignon d'olive	13

Table des matières

II.1. Le grignon brut	13
II.2. Le grignon épuisé	13
II.3. Le grignon partiellement dénoyauté (tamisé)	13
III. Composition chimique de grignon d'olive	13
III.1. La teneur en cendre (matière minérale)	14
III.2. La teneur en cellulose brute	14
III.3. La teneur en matières azotées totales	15
III.4. La teneur en matières grasses (les lipides)	15
III.5. La teneur en composés phénoliques	15
IV. Valorisation de grignon d'olive	15

Partie C: Le PVC

I. Définition	16
II. La synthèse de PVC	16
II.1. La polymérisation en suspension	17
II.2. La polymérisation en émulsion	17
II.3. Polymérisation en masse	17
III. Les usages actuelle du PVC	18

Chapitre III : Matériel et méthodes

I. Matériaux utilisés	19
I.1. La résine du PVC	19
I.2. Les additifs	19
II. La mise en œuvre des matériaux	20
II.1. Préparation de la farine du grignon d'olive et du roseau commun	20

Table des matières

III. Caractérisation physico-chimique des fibres	20
III.1. Détermination du taux de cendre	20
III.2. Détermination du taux d'absorption de chaque farine	21
III.3. Détermination de la teneur en polyphénols	22
III.3.1. Extraction des composés phénoliques	22
III.3.2. Dosage des polyphénols totaux	23
III.4. Analyse par IRFT.....	24
III.5. Analyse ATG	24
IV. Elaboration des composites PVC/Fibres du roseau et de grignon	24
IV.1. Préparation des éprouvettes de types H	26
V. La caractérisation du composite PVC/roseau commun et grignon d'olive	26
V.1. Caractérisation chimique des composites PVC/Grignon d'olives et Roseau commun	26
V.2. Caractérisation mécaniques des composites PVC/Grignon d'olive et Roseau commun	27
➤ Contrainte à la rupture	27
➤ Allongement à la rupture	27
➤ Module d'élasticité	27

Chapitre IV : Résultats et discussions

I. La caractérisation de la fibre	28
I.1. Détermination du taux de cendre	28
I.2. Détermination du taux d'absorption des farines	28
I.3. Détermination de la teneur en polyphénols	29
I.4. Analyse par IRFT	30
I.5. Analyse ATG	32
II. La caractérisation du composite	33

Table des matières

II.1. Détermination du taux d'absorption des plaques	33
II.2. Propriété de traction	34
II.2.1. Contraintes et allongements à la rupture	34
II.2.2. Module de Young	35
Conclusion	37
Références bibliographiques	
Annexes	

PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

Introduction

Introduction

L'industrie des matériaux composites, qui contiennent dans leurs constitutions des fibres minérales tel que le verre, le kevlar,...etc., s'est tournée vers de nouveaux matériaux avec de bonnes performances mécaniques, mais aussi respectueux de l'environnement [1,2]. En effet, les contraintes environnementales et les nouvelles réglementations sur le recyclage des matériaux composites ont poussé les industriels à développer de nouveaux matériaux issus de ressources renouvelables [3].

L'introduction de fibres naturelles dans des matrices polymères (biodégradables ou non) peut apporter des avantages par rapport aux fibres traditionnellement utilisées dans les composites à savoir : faibles densités, bonnes propriétés mécaniques, faibles coûts, biodégradabilité [4].

Les matériaux composites à matrice polymère de synthèse renforcée ou chargée par des fibres de bois sont appelés internationalement *Wood Plastic Composites* et connus sous le sigle WPC [1]. Toutefois, ce sont les polymères thermoplastiques, à cause de leurs qualités à être recyclés, leurs grands tonnages de production et leurs importantes applications qui sont les plus utilisés dans cette catégorie de matériaux [5].

Cependant, la réussite de l'élaboration de ce genre de matériaux à matrice thermoplastiques dépend de la nécessité de palier ou d'éliminer certaines contraintes liées à la nature des charges ou renforts végétales. Effectivement, la nature antagoniste des matériaux lignocellulosiques (renfort ou charge végétale), qui sont hydrophiles, et les polymères thermoplastiques, qui sont hydrophobes, porte préjudice sur la dispersion des charges ou renforts végétales dans la matrice polymère, occasionne une interface non propice au transfert de contraintes et des poches d'eau causant des cavités lors de la transformation [6,7]. Ces différentes contraintes conduisent à un matériau de faible propriété mécanique [6,7].

Ainsi, le procédé d'obtention des fibres végétales ainsi que la modification de surface de la fibre ou bien du polymère, sont d'une importance cruciale pour aboutir à un matériau ayant de bonnes propriétés mécaniques.

Dans ce travail, nous voulons mettre en valeur deux ressources végétales locales de la Wilaya de Tizi-Ouzou (Algérie), à savoir les grignons d'olives de la région de Illoula-oumalou, et le roseau commun de Tazmalt El Kaf, en vue d'élaboration d'un matériau composite à base du Polychlorure de Vinyle (PVC) et de ses deux types ressources.

Afin de remédier à l'incompatibilité qui existe entre les charges utilisées et le PVC, nous avons opté pour l'utilisation de la farine du grignon d'olive comme agent de couplage, à cause de sa teneur en lignine importante comparativement au roseau, rappelant que ce

Introduction

constituant des fibres végétales est hydrophobe, et que des travaux ont signalé que seul il pouvait jouer le rôle d'agent de couplage pour certains système PVC-fibres végétales [8].

Les grignons d'olives (G.O) et le roseau commun (R.C) ont été étudiés par le test d'absorption d'eau, et l'analyse thermogravimétrique (ATG). Cette dernière est importante car elle nous informe sur la stabilité thermique de nos fibres et les limites de leurs dégradations thermiques.

Différentes teneurs en fibres végétales ont été utilisées, à savoir 10, 20, 30 pcr (partie pour cent de résine), pour élaborer les WPCs. Ces derniers ont été caractérisés par le test d'absorption d'eau et tests mécaniques de traction (contrainte-déformation).

Le présent travail s'articule en deux grandes parties et une conclusion générale :

- la première est théorique, est consacrée à une étude bibliographique sur les matériaux composites à base de fibres végétales, présentation sommaire du grignon d'olive, du roseau commun (*Phragmites australis*) et du PVC ;
- la seconde est la partie pratique subdivisée en matériels et différentes méthodes d'analyses effectuées, suivie de résultats obtenus au cours de notre expérimentation et de leurs discussions.

CHAPITRE I

Généralités sur les matériaux composites bois-polymères

Chapitre I : Généralités sur les matériaux composites bois-polymères

I. Généralités sur les composites bois-polymères

Les composites bois – polymère ou WPC's (Les Wood - plastic composites) sont des composites contenant une matrice polymère thermoplastique ou thermodurcissable et un renfort ou charge végétale [8,9]. Malgré qu'ils soient produits industriellement depuis les années 80, leur véritable développement c'est vers les années 90 du vingt unième siècle essentiellement aux Etats-Unis, et en chine récemment [1, 10, 11].

La figure 1 donne la production mondiale comparative entre plusieurs régions du monde et pays, et on voit que pour l'année 2015 la chine dépasse tout les autres pays, y compris les USA.

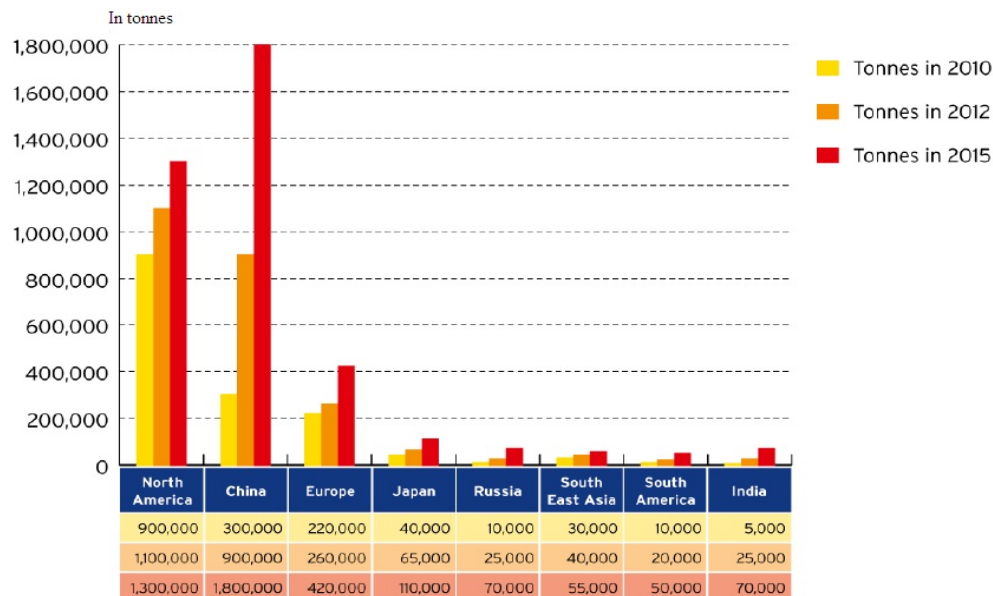


Figure 1: Production mondiale des WPC's [11].

II. Application des composites à base des fibres végétales

À cause de leurs nombreux avantages, les composites bois-polymères sont utilisés dans différents secteurs [12] :

- matériaux de construction (planches, volets, châssis, portes et fenêtres) ;
- matériels de consommation et industriels, (armoires, planchers, palettes, revêtement de sols) ;
- véhicules automobiles (panneaux de portes, composants de coffres arrières, des vide poches, des couvercles de pneus de rechange) ;

Chapitre I : Généralités sur les matériaux composites bois-polymères

➤ autres applications (bancs, tables de pique-nique, modules de jeux, ordures de jardin. ponts et pièces de bateaux).

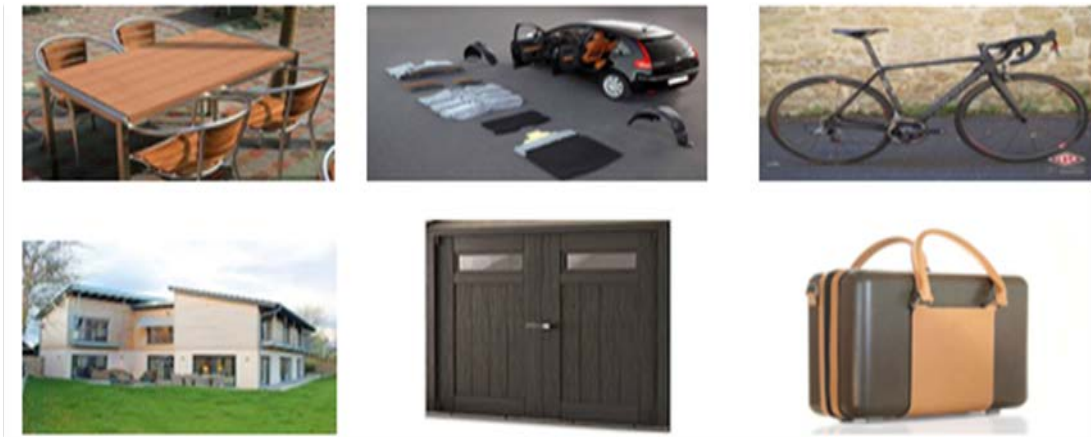


Figure 2 : Exemples de quelques applications des WPC's [1].

III. Matrices thermoplastiques

Les thermoplastiques sont des chaînes polymères reliées entre elles par de faibles liaisons. Ils sont recyclables et possèdent au moins un solvant pour les dissoudre [13-14]. Ainsi qu'ils représentent le plus grand tonnage en termes de production à cause de leur facilité de mise en œuvre et des faibles coûts [14]. Dans cette catégorie, on peut citer : le PVC, PE, PP, PA, PC, PAV, l'acétate, etc.

Il existe aussi des thermoplastiques à usage spécifique qui peuvent résister à des températures de l'ordre de 200°C voire plus.

IV. Matériaux thermodurcissables

Les thermodurcissables sont des polymères qui ne peuvent être mis en forme qu'une seule fois, mais possèdent une stabilité thermique beaucoup plus élevée en comparaison avec les matériaux thermoplastiques, un grand avantage pour des applications d'une demande très élevée [14]. On retrouve dans cette famille les polyesters insaturés (vinyle ester, les dérivés allyliques, les polyesters condensés, etc.), les résines époxydes, les résines de condensation (les phénoliques, les aminoplastes, etc.) [14].

Des remplisseurs ou charges sont employés en polymères pour une variété de raisons, à savoir réduire le coût, améliorer le traitement, la densité de commande, conductivité thermique, dilatation thermique, propriétés électriques, propriétés magnétiques, retard de flamme, et pour améliorer les propriétés mécaniques [14].

Chapitre I : Généralités sur les matériaux composites bois-polymères

V. Fibres végétales

Les fibres végétales sont réparties entre les fibres libériennes, les fibres de feuilles, de graines, de fruits, de bois, de la paille de céréales et d'autres fibres d'herbe [15].

Ces fibres sont des structures biologiques principalement composés de cellulose, hémicellulose et de la lignine, avec des petites proportions des extractibles, protéines et certains composés inorganiques [16,17].

Les fibres végétales présentent des propriétés spécifiques importantes et de nombreux atouts. Elles sont des ressources renouvelables et biodégradables, neutre quant aux émissions de CO₂, et ont une faible demande en énergie pour la production [3, 17].

V.1. Constitution d'une fibre naturelle

Une fibre végétale est assimilable dans une première approche, à un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose (voir figure 2) [15]. La matrice est principalement composée d'hémicellulose et de lignine. Les fibrilles de cellulose sont orientées en hélice suivant un angle nommé angle micro fibrillaire [15,17].

Habituellement, dans un matériau composite, le taux de renfort et l'orientation des fibres conditionnent les caractéristiques élastiques et de résistance à la rupture. De même, dans une fibre végétale, les propriétés physiques des fibres naturelles sont principalement déterminées selon la composition chimique et physique, la structure, le pourcentage de cellulose, l'angle micro fibrillaire, la section et le degré de polymérisation [15]. Autrement dit, pour un pourcentage de cellulose donné, plus l'angle micro fibrillaire sera faible et plus la rigidité et la résistance de la fibre seront élevées ; plus l'angle micro fibrillaire sera important, plus l'allongement à la rupture sera important [17].

Chapitre I : Généralités sur les matériaux composites bois-polymères

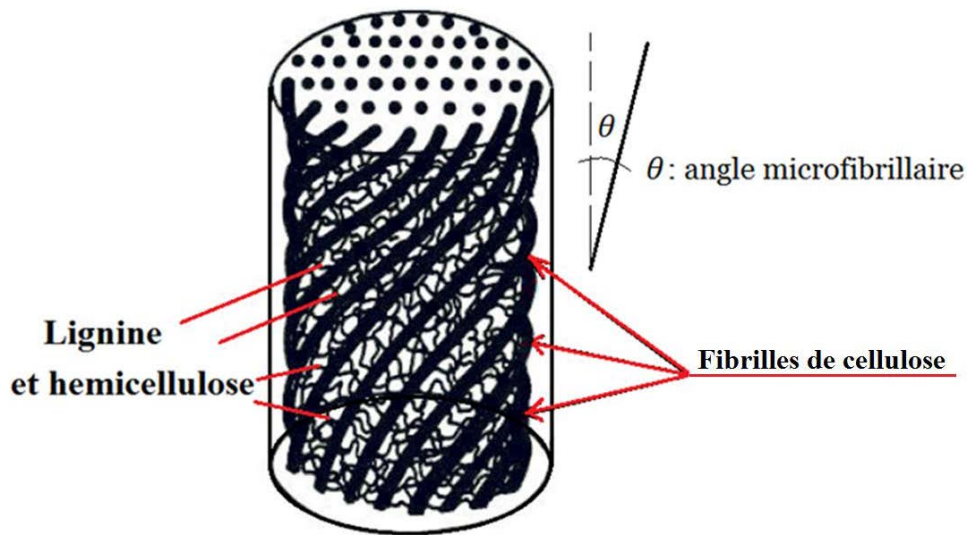


Figure 3 : Schéma de la structure d'une fibre végétale [15].

V.1.1. La cellulose

La cellulose représente la molécule biologique la plus abondante sur terre. D'un point de vue chimique, la cellulose est une macromolécule constituée par une très longue chaîne stéréorégulière composée de maillons de glucose $C_6H_{12}O_6$ (voir figure 4). Le motif de répétition est le dimère cellobiose. Le nombre de motifs de répétition ou le degré de polymérisation varie suivant l'origine de la cellulose. Ce polymère présente un grand intérêt du point de vue industriel puisque de nombreuses fibres sont composées de cellulose [15].

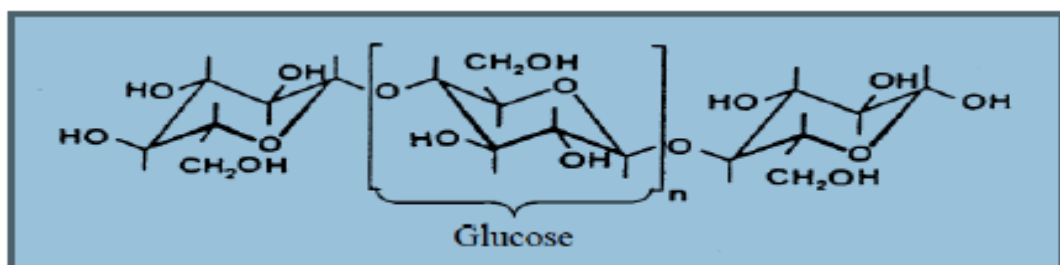


Figure 4 : Structure moléculaire de la cellulose [16].

La cellulose possède une structure fibrillaire et partiellement cristalline, microfibrilles de cellulose sont constituées de zones cristallines ordonnées (les chaînes cellulosiques sont disposées parallèlement les unes aux autres, liées par des liaisons hydrogènes intra et intermoléculaires) et de zones amorphes totalement désordonnées [15].

Grâce à sa grande cohésion, la cellulose est insoluble dans la plupart des solvants. Elle est résistante aux alcalins forts, mais est facilement hydrolysée par les acides [18].

Chapitre I : Généralités sur les matériaux composites bois-polymères

V.1.2. L'hémicellulose

Les hémicelluloses sont des hétéropolysaccharides composés d'unités de glucose, xylose, mannose, etc. Leur hétérogénéité et leurs ramifications empêchent la formation significative de zones cristallines. Les hémicelluloses forment des liaisons covalentes ester ou éther avec la lignine et des liaisons hydrogènes avec la cellulose, assurant ainsi un rôle d'interface entre ces deux biopolymères (voir figure 4) [16].

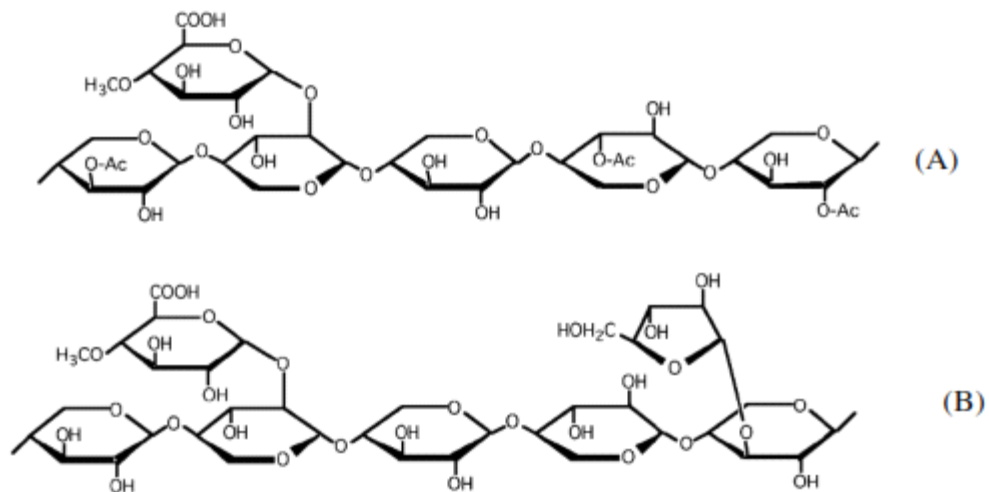


Figure 5 : Structure chimique partielle de deux hémicelluloses [19]:
A)- O-acétyl-4-O-méthylglucuronoxylane de feuillus,
B)- Arabino-4-O-méthylglucuronoxylane de résineux [19].

V.1.3. Les lignines

La lignine est après la cellulose, la matière organique renouvelable et la plus abondante à la surface terrestre. La lignine originelle ou "protolignine" constitue la plus importante fraction non saccharique des fibres végétales. C'est la matière "incrustante" de la cellulose. La lignine est constituée de polymères phénoliques tridimensionnels, amorphes possédant trois unités différentes de type pénylopropane : les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique [9].

En considérant le bois comme un matériau composite, la lignine représenterait la matrice. Elle sert d'agent complexant pour les minéraux et aide à la conservation de l'humidité dans les plantes [14].

De plus, la lignine est responsable de la rigidité et de la dureté des bois et plantes. Peu sensible à la dégradation biologique, elle crée une barrière morphologique à la pénétration et à la progression des agents pathogènes, et contribue à la protection naturelle des

Chapitre I : Généralités sur les matériaux composites bois-polymères

végétaux contre certaines attaques parasitaires [14].

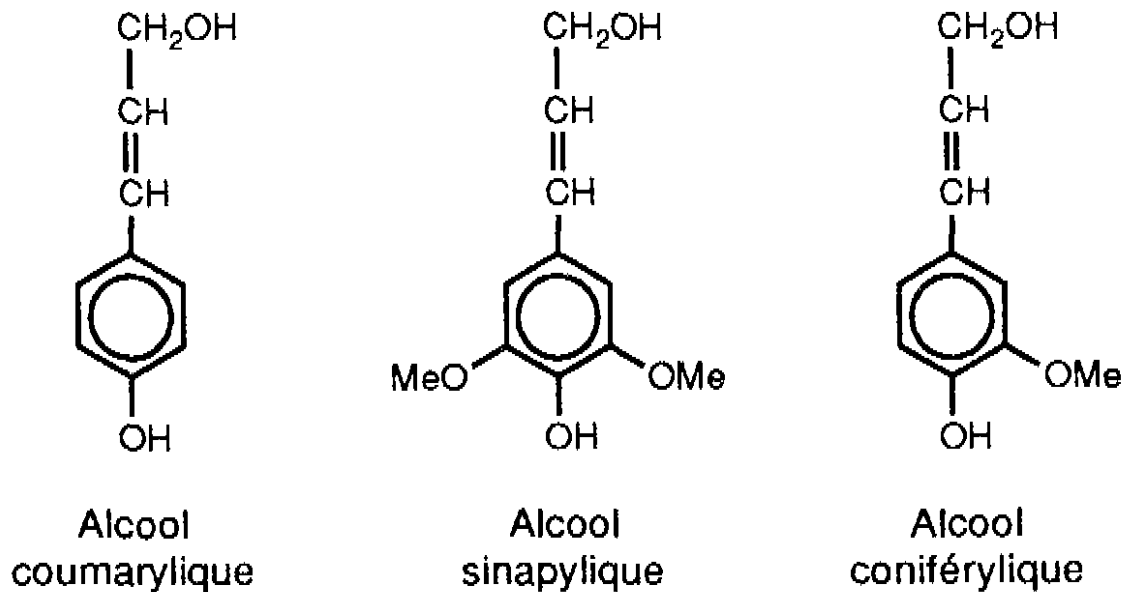


Figure 6 : Monomère constitutifs de la lignine [9].

VI. Adhésion fibre/matrice

L'adhésion entre les fibres et la matrice est sans doute le point le plus important au niveau des caractéristiques des matériaux composites. En effet, leurs propriétés mécaniques chutent si l'adhésion fibre/matrice est mauvaise. Pour les WPC, ce phénomène est lié au fait que les fibres végétales sont hydrophiles et polaires alors que les polymères thermoplastiques couramment utilisés pour ces composites, sont hydrophobes et polaires. Les études menées jusqu'à présent ont cherché à renforcer l'affinité de la matrice et des fibres de manière à en augmenter la force d'adhésion [16].

VII. Méthodes de mise en ouvres

Il existe deux grands processus de fabrication des WPC. L'un relève des techniques de la plasturgie et l'autre des procédés de l'industrie du bois.

VII.1. Les techniques plasturgistes

Les techniques plasturgistes ont pour point commun la réalisation du mélange des matières premières à une température correspondant à une phase liquéfiée des plastiques. Ce mélange à chaud (melt-blending) est obtenu de plusieurs manières et conduit à différents modes de fabrication.

Chapitre I : Généralités sur les matériaux composites bois-polymères

Un dispositif thermocinétique permet de réaliser un mélange homogénéisé à haute température de fibres lignocellulosiques et d'un thermoplastique. Une fois le mélange est réalisé, il est possible de fabriquer le produit par thermoformage, moulage sous compression, injection ou extrusion. Il est important de noter que les paramètres de fabrication comme la vitesse de rotation du mélangeur, la température, le temps, l'humidité et autres, influencent les propriétés du composite produit [20].

CHAPITRE II

Généralités sur le roseau commun, grignon d'olive et PVC

PARTIE A

Généralités sur le roseau commun

Chapitre II : Généralités sur le roseau commun

I. Généralités sur le roseau commun

Le roseau commun ou *Phragmites australis* est une plante vivace de la famille des graminées.

La hauteur du roseau commun varie en moyenne de 1,5 à 2,5 mètres. Ses tiges sont dressées et peuvent atteindre un centimètre de diamètre. Elles ne sont pas ramifiées et de couleur beige à pourpre dans certains cas. Les feuilles sont longues, planes et de même couleur que la tige. Ces fleurs forment une inflorescence, en forme de fanion ou de plume, de 12 à 40 centimètres de longueur. La couleur des fleurs est d'abord pourpre en août, puis rousse et, pour finir, presque brun foncée en septembre. En revanche, les fruits sont blancs, gris ou bruns [21].



Figure 7: Image d'une population de roseaux communs [22].

En conditions favorables (les endroits bien éclairés, une profondeur d'eau ne dépassent pas 1,5 m) le roseau commun forme des peuplements (roselière) très denses jusqu'à 325 tiges/m² et ne laissent que peu ou pas de place aux autres espèces végétales. Si la roselière n'abrite pas une grande diversité, elle joue pour la faune, des invertébrés aux oiseaux, en passant par les batraciens et les poissons, un rôle très important pour la survie de nombres espèces.

Sous l'eau, il est fixé enraciné par un rhizome profondément ancré dans la vase (50-130 cm ou plus) dans une profondeur d'eau ne dépassant pas 1,5 m [23].

Chapitre II : Généralités sur le roseau commun



Figure 8 : Image correspond à la fixation de roseau sous l'eau [23].

II. Classification de roseau commun

La classification de roseau commun est indiquée dans le tableau 1 suivant :

Tableau 1 : Classification de roseau commun [23].

	Termes scientifique	Termes en français	Descriptif
Embranchement	Magnoliophyta	Angiospermes	Plantes à fleur dont les graines fécondées sont renfermées dans un fruit
Classe	Lilipopsida	Monocotylédones	Un seul cotylédon dans la graine. Les nervures des feuilles sont parallèles.
Sous-classe	Commelinidae	Commélinidées	
Ordre	Poales	Poales	
Famille	Poaceae	Poacées	Graminées
Genre	Phragmites		
Espèces	Australis		

III. Composition chimique de la fibre de roseau

Une fibre de roseau commun est constituée comme toutes les fibres végétales de cellulose, d'hémicelluloses, de lignine, de cendres, et de silice. Le tableau 2, donne le pourcentage massique des principaux composés d'une fibre de roseau commun

Chapitre II : Généralités sur le roseau commun

Tableau 2 : Composition chimique d'une fibre de roseau [24-26].

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

IV. Utilisations du roseau commun :

Les roseaux étaient utilisés localement, dans les toitures des maisons et pour fournir de la litière aux animaux. Ils constituent un abri de choix pour les passereaux et les petits mammifères. Ils sont aussi largement utilisés dans les stations d'épurations à filtre planté de roseaux (phytoépuration) En effet, les racines (rhizomes) assurent une grande surface de contact entre sol-eau usées. Ces derniers produisent des exsudats toxiques pour les bactéries pathogènes [27].

V. Impacts sur l'environnement

Le roseau est une espèce qui présente des inconvénients sur l'environnement que nous énumérons comme qui suit [28] :

- plantes agressives très difficile à contrôler ;
- il colonise rapidement un site grâce à des rhizomes et stolons qui peuvent s'étendre sur plusieurs mètres en quelques semaines ;
- adaptable et résistant, il tolère les inondations et le sel de déglacage ;
- il profite des périodes sèches et des sols dénudés par les travaux pour coloniser d'autres sites ;
- des fragments de tiges transportés avec le sol ou l'eau génèrent de nouvelles population ;
- son expansion est favorisée par les perturbations humains (lessivage d'engrais, la dégradation des berges) ;
- les milieux envahis par le roseau commun sont denses et impénétrables ;
- ils ont une flore peu diversifié et sont peu propices à la nidification des oiseaux aquatiques ;
- la navigation y devient difficile et le paysage monotone ;
- il peut aussi envahir les champs et son abondante litière obstrue les canaux de drainage

PARTIE B

Généralités sur le grignon d'olive

Chapitre II : Généralités sur le grignon d'olive

I. Définition de grignon d'olive

Le grignon d'olive est le résidu solide de l'extraction de l'huile d'olive, il représente environ 25% des olives traitées, et il est composé de la coque du noyau réduit en morceaux, de la peau et de la pulpe broyée de l'olive [29]. Il contient encore une certaine quantité de matières grasses (3 à 7%) et une importante quantité d'eau (la margine), variable selon la variété des olives et surtout du procédé d'extraction [30].

II. Différents types de grignon d'olive

Selon le traitement technologique utilisé, on distingue trois types de grignons d'olive [30]. Ces trois types sont définis comme suit:

II.1. Le grignon brut

C'est le résidu de la première extraction de l'huile d'olive [31].

II.2. Le grignon épuisé

C'est le résidu obtenu après déshuilage du grignon brut par un solvant, généralement de l'hexane [30].

II.3. Le grignon partiellement dénoyauté (tamisé)

Il résulte de la séparation partielle entre les débris de noyau de la pulpe par tamisage ou ventilation. Il est dit gras si son huile n'est pas extraite par solvant, et dit dégraissé ou délipidé [31].

III. Composition chimique de grignon d'olive

La composition chimique de grignon d'olive varie dans de très larges proportions, non seulement d'un produit à l'autre mais également d'un échantillon à l'autre pour un même sous-produit [32]. Le tableau 3, donne la composition chimique des différents types de grignons.

Chapitre II : Généralités sur le grignon d'olive

Tableau 3 : Composition chimique des différents types de grignon [31,32].

Type de grignon	Matière sèche(%)	Matière minérale(%)	Matières azotées totales(%)	Cellulose brute(%)	Matière grasse(%)
G.brut	75-80	3-5	5-10	35-50	8-15
G.gras partiellement dénoyauté	80-95	6-7	9-12	20-30	15-30
G.épuisé	85-90	7-10	8-10	35-40	4-6
G.epuisé partiellement dénoyauté	85-90	6-8	9-14	15-35	4-6
Pulpe grasse	35-40	5-8	9-13	16-25	26-33

III.1. La teneur en cendre (matière minérale)

La teneur en cendre est normalement faibles (3 à 5%), les teneurs élevées qu'on peut rencontrer sont dues à l'absence de lavage et aux contaminations provenant du sol .

Les composants minéraux ainsi que leurs teneurs respectives en % des cendres totales selon la littérature sont indiqués dans le tableau N°4 [31].

Tableau 4 : Teneurs des composants minéraux en % des cendres totales [31].

K ₂ O	Na ₂ O	MgO	CaO	Fe	P ₂ O ₅	SO ₄	Cu	Zn	Mn
12,4	0,40	1,20	8,50	1,90	2,70	1,30	0,44	0,33	1,08

III.2. La teneur en cellulose brute

En moyenne, les grignons contiennent 10% d'hémicellulose, 15% de cellulose et 27% de lignine. La digestibilité de l'hémicellulose (50 à 60%) est presque le double de celle de la cellulose (26 à 43 %) [31].

Chapitre II : Généralités sur le grignon d'olive

III.3. La teneur en matières azotées totales

La teneur en matières azotées varie selon le type de grignon. Les teneurs moyennes sont de l'ordre de 10% de la matière sèche [31].

III.4. La teneur en matières grasses (les lipides)

Elle est relativement élevée et varie principalement selon le procédé technologique employé. L'épuisement, opération économiquement indispensable permet d'avoir un produit dont la teneur en matière grasse oscille entre 3 et 4% de la matière sèche. Ces matières grasses sont composées principalement d'acides oléique (84%), stéarique, palmitique, myristique et linoléique [33].

III.5. La teneur en composés phénoliques

La teneur en composés phénoliques du grignon ne dépasse pas le 1% de la matière sèche. Cela est dû au fait que les polyphénols de l'olive sont éliminés dans l'huile et les margines durant la trituration [34].

IV. Valorisation de grignon d'olive

La valorisation du grignon d'olive constitue une source potentielle de revenu complémentaire pouvant contribuer à l'amélioration de la rentabilité des exploitations oléicoles. Parmi les possibilités de revalorisation de grignon d'olive, nous pouvons citer :

- Production d'huile à partir de grignon : C'est une huile supplémentaires utilisable pour la consommation humaine ou dans l'industrie ;
- Utilisation comme combustible : Le grignon d'olive est un combustible de valeur calorifique modeste (2900 à 3000 kcal/kg), il est utilisé à l'échelle domestique ou dans les huileries pour la production de chaleur et d'énergie lors du processus d'extraction ;
- Le grignon comme charbon actif : La fabrication du charbon actif de grignon d'olive a été faite en 1992 à EL TEJAR. Le charbon actif est utilisé dans tous les secteurs de l'industrie pour de nombreux procédés de filtration et d'adsorption des molécules organiques (épuration des eaux, raffinage des produits alimentaires, cosmétiques.....) [32];
- Utilisation de grignon comme engrais dans l'agriculture ;
- Utilisation dans le cadre de synthèse de biogaz.

PARTIE C

Généralités sur le polychlorure de vinyle

Chapitre II : Généralités sur le PVC

I. Définition :

Le **Poly (chlorure de vinyle)** est un polymère thermoplastique de grande consommation, amorphe ou faiblement cristallin, connu sous le sigle **PVC**. Il est généralement sous formule chimique $-(\text{CH}_2-\text{CHCl})_n$.

Le PVC est obtenu par polymérisation du chlorure de vinyle (CVM) ou monochloéthylène [35].

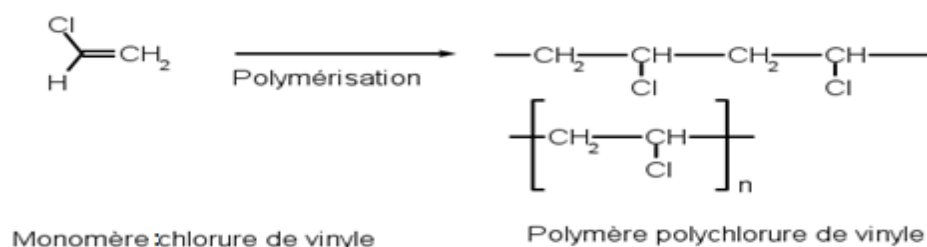


Figure 9 : Schéma de polymérisation du chlorure de vinyle [36].

Il est fabriqué à partir de sel, matière naturelle abondante, à hauteur de 57 %, et de dérivés de pétrole, à hauteur de 43 %. Ces dérivés sont des résidus issus de la transformation du pétrole brut en carburant. Il se présente sous forme de poudre, à laquelle en fonction de son utilisation finale sont ajoutés différents adjuvants : lubrifiants, stabilisants, plastifiants, charges [37].



Figure 10 : Schéma de fabrication du composant de base : la résine PV ou compound [37].

II. La synthèse de PVC :

Par réaction entre le chlore et l'éthylène, on obtient le chlorure de vinyle monomère CVM qui, par polymérisation, donne le PVC. La polymérisation est la réaction chimique par laquelle les molécules s'additionnent les unes aux autres pour former une chaîne de grande longueur.

Chapitre II : Généralités sur le PVC

Sa production industrielle peut se faire selon trois procédés : la polymérisation en suspension en émulsion ou en masse.

II.1. La polymérisation en suspension

C'est le procédé est la plus utilisée aujourd'hui à 80%. Le monomère de chlorure de vinyle est dispersé en fines gouttelettes dans l'eau puis la réaction est activée par des amorceurs solubles dans le monomère (peroxydes de diacétyle, peroxydicarbonates, peroxyesters d'alkyle). Le PVC est séparé du milieu par centrifugation et décantation puis séché [19].

II.2. La polymérisation en émulsion

Il est utilisée mais uniquement dans 12% des cas. Le monomère est alors maintenu en émulsion stable dans l'eau avec des émulsifiants. La polymérisation est activée par des amorceurs solubles dans l'eau. Des fines particules de 0,13,0 μm de diamètre se forment puis s'agglomèrent au séchage (particules de 1 à 100 μm de diamètre). Après broyage, leur taille est comprise entre 5 et 15 μm de diamètre. Enfin, la polymérisation en masse (8% des cas) requiert le mélange du monomère et de l'initiateur fraîchement préparé, puis une fraction des produits est introduite dans un réacteur afin de « l'ensemencer » pendant qu'on effectue une agitation mécanique énergique. Cette méthode permet d'éviter l'utilisation d'eau et de dispersants – la difficulté étant, par contre, d'évacuer la chaleur de la réaction. Le PVC ainsi obtenu se présente sous forme de grains de diamètre compris entre 130 à 160 μm [19].

II.3. Polymérisation en masse

Tel que rapporté par les techniques d'ingénieurs [38] : «Ce procédé consiste à polymériser le monomère en l'absence totale d'eau et d'agent dispersant. Un initiateur organo-soluble est ajouté au chlorure de vinyle monomère. Le PVC, insoluble dans son monomère, précipite dans le milieu réactionnel au fur et à mesure de sa formation.

Le procédé comporte 2 étapes :

- une étape de prépolymérisation dans laquelle environ 10 % du monomère est polymérisé dans des conditions spécifiques pour former des grains de caractéristiques morphologiques définies ;
- une étape de polymérisation au cours de laquelle les grains de « semence » sont transférés dans le réacteur principal où sont ajoutés du monomère et des initiateurs ; la polymérisation se poursuit par croissance de grains initiaux.

Chapitre II : Généralités sur le PVC

Après l'élimination du monomère n'ayant pas réagi, le PVC est tamisé. Il se présente sous forme de grains de 120 à 150 µm de diamètre moyen. Les performances des résines obtenues par le procédé en masse sont en général voisines de celles des résines fabriquées par le procédé en suspension».

III. Les usages actuels du PVC :

Le PVC est aujourd'hui le troisième polymère utilisé dans le monde après le Polyéthylène et le Polypropylène. Très longtemps classé à la deuxième place, le PVC a rétrogradé à la 3^e au profit du polypropylène qui connaît une croissance supérieure depuis quelques années.

Le PVC est utilisé pour une multitude d'applications rigides ou souples [39]:

- canalisations (tubes et raccords) ;
- emballages (films et feuilles rigides, bouteilles et flacons) ;
- profilés (bardages, volets, fenêtres, gaines de câbles...) ;
- films et feuilles (similicuir, feuilles d'étanchéité...) ;
- revêtements de sols et de murs ;
- applications médicales (poches à sang, drains, tuyaux, alèses, gants de soins...);
- jouets (ballons, poupées...) ;
- divers (tuyaux d'arrosage, cartes de crédits, bottes et chaussures, vêtements, pièces techniques, équipements automobiles, fils électriques, articles de bureaux, papeterie, gants de vaisselles ou de jardinage, etc.).

Les principaux domaines d'utilisation du PVC sont les suivants :

- le bâtiment et les travaux publics (50%) ;
- l'emballage (30%) ;
- le secteur électrique (8%) ;
- les transports dont l'automobile (6%) ;
- les biens de consommation et divers (6%).

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE III

Matériel et méthodes

Chapitre III : Matériel et méthodes

Notre étude expérimentale a été réalisée au niveau des laboratoires de chimie du département biologie 'SNV' de la faculté des sciences biologiques et agronomiques de (Tamda), et au laboratoire de Génie civil à l'Université Mouloud Mammeri ; des laboratoires des sociétés CABEL (Oued Smar) et CATEL (Smar) à Alger.

I. Matériaux utilisés

I.1. La résine du PVC

La matrice utilisée est un PVC de type SE-1200 fourni par la société CABEL, de masse volumique $0,509 - 0,520 \text{ g/cm}^3$, de valeur K-wert 71, une densité $0,481 - 0,561 \text{ g/cm}$ et une viscosité de $0,99 - 1,030$.

I.2. Les additifs

Pour pouvoir transformer le PVC, des additifs sont ajoutés : le dioctyle phtalate (DOP), comme plastifiant (figure 8), un stabilisant thermique à base Ca/Zn, et l'acide stéarique ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{16}\text{-COOH}$) jouant le rôle de lubrifiant. Tous ces produits sont fournis par la société CABEL.

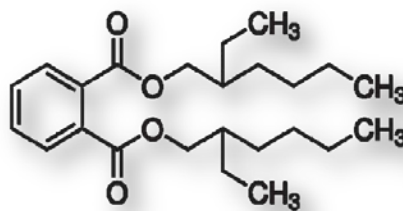


Figure 11 : Structure chimique de plastifiant.

La préparation du blend ou mélange est conduite selon les différentes teneurs données en partie par résine (pcr) sur tableau 5.

Tableau 5 : Les teneurs du PVC et ses additifs dans le blend.

PVC	100 pcr
DOP	30 pcr
Ca/Zn	4 pcr
Acide Stéarique	0,5 pcr

Chapitre III : Matériel et méthodes

II. La mise en œuvre des matériaux

II.1. Préparation de la farine du grignon d'olive et du roseau commun

Les fibres utilisées sont issues des déchets de l'extraction de l'huile d'olive, à savoir du grignon d'olive récolté en Kabylie dans la région : Illoula-oumalou, et du roseau récolté au niveau de Tazmalt El Kaf située sur l'autoroute qui mène vers Oued Aïssi à Tizi-Ouzou.



Figure 12 : Grignon d'olive et tige de roseau.

Les différentes étapes d'obtention de la farine du grignon d'olive et du roseau peuvent être expliquées comme suit :

1. lavage : le grignon est mis dans des cuvettes, puis lavé avec l'eau chaude pour le séparer de la margine, alors que le roseau est lavé plusieurs fois avec de l'eau non chauffé.
2. séchage : chaque type de matériaux lignocellulosique a subi un séchage naturel pendant 2-3 jours, afin de réduire le taux d'humidité ;
3. broyage : le grignon propre et le roseau sont réduits en petits morceaux, et ont subi un broyage en utilisant un broyeur d'une boulangerie et un moulin à café respectivement pour obtenir une poudre à dimension différentes ;
4. tamisage : le résultat obtenu par le broyage est tamisé dans un tamis afin d'obtenir une farine ayant un diamètre inférieure à 125 μ m.

III. Caractérisation physico-chimique des fibres

Nous avons procédé à la détermination pour chaque fibre du taux de cendre, du taux d'absorption d'eau et du taux de polyphénols et l'analyse thermogravimétrique (ATG).

III.1. Détermination du taux de cendre

C'est le pourcentage de résidus restant après oxydation sèche de la matière organique c.à.d. une oxydation entre 580 – 600°C.

Nous avons procédé dans notre cas de la façon suivante :

Chapitre III : Matériel et méthodes

1. nous avons pris trois creusets secs et peser leurs poids vide ;
2. nous avons introduit 5g de la farine dans chaque creuset, après l'avoir pesé ;
3. les creusets sont mis dans un four à moufle à une température de 550 ° C pendant 3heures et 30 min (les 30 minutes c'est la durée que prend le matériel pour atteindre la température voulue).
4. après avoir sorti les échantillons du four à moufle, nous les avons mis dans un cristallisoir à base de la silice pour éviter l'absorption de l'humidité de l'air ;
5. une fois refroidis, les creusets ont été repesés pour obtenir le taux de cendre (matière minérale).

Pour calculer la teneur en cendre on utilise la formule suivante :

$$W = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100$$

W : teneur en cendre en pourcentage.

m_1 : poids de creuset avec les cendres en gramme.

m_2 : poids de creuset vide en gramme.

m_0 : prise d'essais ; 5g.

III.2. Détermination du taux d'absorption de chaque farine

C'est la quantité d'eau maximale que peut absorber un échantillon de 05 grammes préalablement étuvé pour qu'il puisse perdre son eau libre, après une immersion complète dans de l'eau distillée.

Nous avons déterminé ce taux comme suit :

1. nous avons pesé 5 g de chaque farine (trois essais ont été effectués) ;
2. nous avons étuvé les échantillons à température de 105°C pendant 24 h ;
3. pour refroidir, nous avons mis les échantillons dans un dessiccateur à base de silice pour une durée de 3 h ;
4. après refroidissement, nous avons pesé les échantillons ;
5. ensuite, une immersion complète dans l'eau distillée pour une durée de 24 h à température ambiante ;
6. après avoir filtré les échantillons, nous avons pesé encore pour avoir la masse après immersion.

Chapitre III : Matériel et méthodes



Figure 13 : Echantillons dans l'étuve. **14 :** Filtrage des échantillons.

Pour calculer la teneur en cendre on utilise la formule suivante :

$$\text{taux d'absorption d'eau (\%)} = \frac{M_f - M_0}{M_0} \times 100$$

M_f : la masse après immersion en g ;

M_0 : la masse avant immersion en g.

III.3. Détermination de la teneur en polyphénols

Une des originalités majeures des végétaux réside dans leur capacité à produire des substances naturelles très diversifiées [40]. Les métabolites secondaires qui appartiennent à ces groupes chimiques, sont les alcaloïdes, les terpènes, les composés phénoliques, etc [41].

Pour déterminer le taux des polyphénols, on a préalablement procédé à leurs extractions, et après aux dosages des polyphénols totaux.

III.3.1. Extraction des composés phénoliques

L'objectif de cette extraction est de libérer les polyphénols présents dans des structures vacuolaires par rupture du tissu végétale et par extraction liquide-solide en utilisant le méthanol comme solvant.

Pour l'extraction, nous avons pesé 50 mg pour chaque échantillon (G.O et R.C), et nous avons ajouté 20ml de méthanol à 80%. Après, nous avons mis le tout sous agitation durant 2h, filtré, et enfin récupéré le filtrat dans un erlenmeyer fermé.

Chapitre III : Matériel et méthodes

III.3.2. Dosage des polyphénols totaux

Le dosage des polyphénols totaux dans le matériel végétal étudié, a été effectué à l'aide d'un spectromètre à UV visible à une longueur d'onde de 760 nm.

Ce dosage est basé sur la quantification de la concentration totale de groupement hydroxyles présents dans l'extrait. Le réactif Folin Ciocalteu (F.C) dilué (1/10 et 1/20) en milieu alcalin, oxyde les phénols en ions phénolates et réduit partiellement ses hétéropolyacides, d'où la formation d'un complexe bleu [42].

Pour la détermination du taux des polyphénols proprement dit, nous avons procédé comme suit :

1. nous avons mélangé 0,5 ml du filtrat avec 2,5 ml de réactif F.C ;
2. après 1 mn de contact du F.C avec le filtrat, 2 ml de la solution de Na_2CO_3 (74 g/l) ont été ajouté au filtrat, puis mélanger dans un tube à essai ;
3. après, les tubes à essai ont été introduits dans un bain marie à $T= 50^\circ\text{C}$ pendant 5mn ;
4. ensuite, nous avons mesuré l'absorbance de chaque échantillon à 760 nm.

Pour s'assurer que les résultats sont fiables, le dosage des composés phénoliques a été réalisé en quatre essais, par la suite on a calculé la moyenne des densités optiques mesurées.

Le taux de polyphénols totaux dans nos extraits, a été calculé à partir d'une courbe d'étalonnage linéaire, établie avec des concentrations précises d'acide gallique (A.G) utilisé comme standard de référence, dans les mêmes conditions que nos échantillons.

Pour la détermination de la courbe d'étalonnage on a suit le protocole suivant :

1. préparer une solution mere d'A.G de concentration 0,5g/l ;
2. en suite, quatre solutions filles de concentration de 0.06, 0.12, 0.20 et 0.28 g/l à partir de la solution mère.
3. Faire le relevé des absorbances en UV et tracer la courbe d'étalonnage.

Les résultats sont exprimés sous forme d'une courbe d'étalonnage (figure 15 : Annexe 4).

Chapitre III : Matériel et méthodes

Le pourcentage en polyphénols (équivalents en acide gallique) est calculé selon l'équation :

$$C = \frac{C \times V}{m \times 1000} \times 100$$

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).

III.4. Analyse par IRTF

La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau.

Pour ce faire, on a utilisé l'analyse infrarouge à transformée de Fourier (IRTF), à l'aide d'un spectrophotomètre IRTF de modèle SHIMATZU FTIR 8400S piloté par ordinateur. Les pastilles des différents échantillons de fibre sont obtenues à l'aide d'un mélange KBr/fibre d'alfa à une concentration de 1.25 % de fibre.

III.5. Analyse ATG

Afin d'évaluer les propriétés thermiques des farines utilisées, une analyse ATG a été aussi effectuée, en utilisant un appareil de type Setaram TG-DTA 92 B, piloté par ordinateur, avec un programme de température allant de 10 à 600 °C à une vitesse de chauffage de 10 °C/min sous atmosphère inerte.

IV. Elaboration des composites PVC/Fibres du roseau et de grignon

La préparation des plaques des composites PVC/fibres du roseau et grignon est effectuée au sein de laboratoire de l'usine CABEL situé à Oued Essamer.

La matrice PVC, le lubrifiant et le stabilisant sont introduits dans une cuvette pour mélanger. Après un mélangeage de 4 à 5 minutes, on a ajouté le plastifiant et on a continué à mélanger pendant 7 minutes de telle manière à ne pas dépasser une température de 90°C.

Le compound obtenu appelé mélange à sec, est utilisé pour la préparation des différentes formulations. Ces dernières sont le résultat d'un malaxage dans un mélangeur à cylindres de marque Le SCUYER de type A 80 (figure 16).

Chapitre III : Matériel et méthodes

Pour chaque formulation 300 grammes prélevés du mélange à sec sont ramollis à une vitesse de rotation des cylindres de 29 tour/minutes et à une température de 136 °C, après quoi on a introduit pour les formulations du composite PVC/ G.O, R.C, les fibres du G.O et R.C suivant les masses portées dans le tableau 6, et le malaxage est maintenu pendant 5 minutes.

Tableau 6 : Masse des différentes fibres.

Formulation	Masse du GO en gramme	Masse du RC en gramme
F ₀	-	-
F ₁₀	5	25
F ₂₀	5	55
F ₃₀	5	85

Avec F₀ : formulation sans farines, F₁₀ : formulation avec 10 % massique de farines, F₂₀ avec 20 % massique et enfin F₃₀ avec 30 % massique.



Figure 16 : Mélangeur à cylindres de SCUYER de type A 80.

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 (figure 17). Les plaques (figure 18) ainsi obtenues avec une épaisseur de 2 mm sont refroidies à température ambiante.



Figure 17 : Presse de marque FONTJINE



Figure 18 : Exemple de plaque obtenue

IV.1. Préparation des éprouvettes de types H

À partir des plaques, cinq éprouvettes de type H (figure 19) ont été découpées à l'aide d'un appareil mécanique (figure 20), dont les caractéristiques sont comme suit :

- 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 : $4 + 0,1\text{ mm}$.

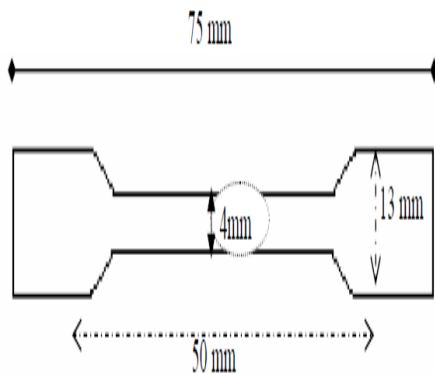


Figure 19 : Eprouvette de type H.

Figure 20 : Appareil mécanique utilisé pour l'obtention des éprouvettes H.

V. La caractérisation du composite PVC/roseau commun et grignon d'olive

V.1. Caractérisation chimique des composites PVC/Grignon d'olives et Roseau commun

Nous avons effectué le teste d'absorption d'eau, pour chaque formulation. C'est la quantité d'eau maximale que peut absorber un échantillon de dimension $50 \times 50\text{ mm}$ préalablement étuvé pour qu'il puisse perdre son eau libre, après une immersion complète dans de l'eau distillée.

Nous avons effectués trois essais pour chaque plaque comme suit :

1. nous avons préparé des petites plaques de dimensions $50\text{ mm} \times 50\text{ mm} \times 2\text{ mm}$ préalablement étuvé et mis dans un dessiccateur, et pesé ensuite ;
2. nous avons immergés chaque plaque totalement dans de l'eau distillée à PH égal à 6, à température ambiante pendant 24h.
3. après 24h, les échantillons ont été bien essuyés à l'aide du papier absorbant puis repeser pour déterminer enfin leur taux de d'absorption.

Chapitre III : Matériel et méthodes

Le calcul de taux d'absorption, nous avons utilisé la formule suivante :

$$\text{Le taux d'absorption d'eau (\%)} = \frac{m_1 - m_0}{m_0} \times 100$$

m_1 : masse de plaque avant immersion en g ;

m_0 : masse de plaques après immersion.

V.2. Caractérisation mécaniques des composites PVC/Grignon d'olive et Roseau commun

Les tests mécaniques ont été réalisés sur une machine d'essai de traction, de marque ZWICK de type BTC-FR 2.5TN.D09. L'essai est réalisé selon la norme NFC 32-200 à une température de 19.3°C et à une vitesse de 50 mm/mn sur les éprouvettes préparées.



Figure 21: Image de machine

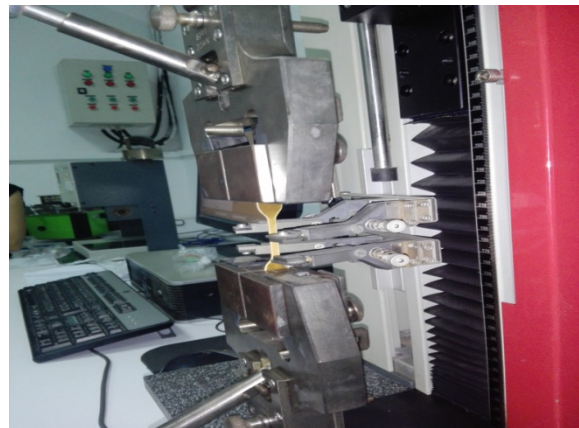


Figure 22 : Image éprouvette avant essai mécanique

Nous avons étudié trois caractéristiques :

- **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 ;
- **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.

Chapitre IV

Résultats et discussions

Chapitre IV : Résultats et discussions

I. La caractérisation de la fibre

I.1. Détermination du taux de cendre

Les résultats du test du taux de cendre sont résumés dans les tableaux 7 et 8 en annexe.

Après l'incinération de la farine du G.O et R.C, toute la matière organique a disparue et seule la matière minérale est restée.

La teneur en cendres de la fibre de grignon est de 2,02 %. Cette valeur est légèrement inférieure à celle trouvée dans la littérature (3-5 %) [31]. Ceci est due au sol dans lequel l'olivier a évolué.

La teneur en cendre de la fibre de roseau est de 4%. Cette valeur est légèrement supérieure à celle trouvée dans la littérature (3 %) [24-26].

Ces résultats montrent que le grignon possède une teneur en cendre inférieure à celle de roseau. Ceci peut être expliqué par le fait que la fibre de roseau est une plante semi-aquatique et dite vasculaire qui affectionne les milieux humides, et se trouve souvent dans les marais, donc elle transporte les éléments nutritifs nécessaires à sa croissance grâce à la sève brute absorbée au niveau de ces racines.

Remarquons aussi, que ces valeurs sont relativement faible comparée à celle trouvée par Sabrina Hamza [43] pour la fibre d'alfa (plante annuelle) qui est de 8,15%.

I.2. Détermination du taux d'absorption des farines

Les résultats du test d'absorption d'eau sont donnés dans les tableaux 9 et 10 en annexes.

D'après le tableau 10, on remarque que les charges utilisées ont une absorption d'eau qui va jusqu'à 11,59 % pour le grignon et 24,39% pour le roseau. Ceci est dû au caractère hydrophile de ces deux fibres qui renferment dans leurs structures chimiques, comme toutes charges lignocellulosiques, des groupements polaires responsables des interactions physiques avec l'eau.

D'après Ahmed Mozaffri et al [44], ces deux fibres ont des quantités importantes de lignocellulose qui contribue à cette absorption.

De plus, en comparant entre ces deux fibres, on constate que la fibre de R.C est plus riche en lignocellulose, d'où une meilleure absorbance d'eau.

I.3. Détermination de la teneur en polyphénols

Les résultats de calcul de la teneur des polyphénols pour le G.O et le R.C sont portés sur la figure 23.

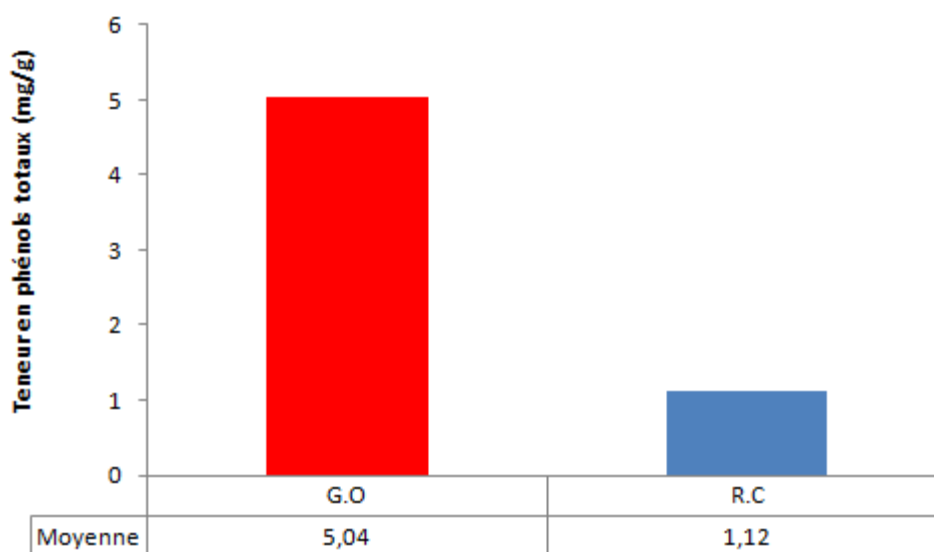


Figure 23: Les valeurs moyennes de la teneur en phénols totaux dans le R.C et le G.O.

D'après les résultats obtenus, on remarque que les deux espèces végétales étudiées contiennent des polyphénols, et que le grignon est riche en polyphénols (5,04 mg/g) par rapport au roseau (1,12 mg/g).

Ceci est dû à la nature de la plante de roseau, qui est une plante annuelle graminée, et le fait que l'olive contient des composés phénoliques principalement des secoiridoïdes, des acides phénoliques et des flavonoïdes [45,46] en plus grande proportion que le roseau commun et lié selon Nadour et al [46] au fait que le procédé utilisé pour extraire l'huile, la variété de l'olive, la phase de maturation du fruit, le climat, les conditions de stockage des olives avant l'extraction et les pratiques agronomiques affectent qualitativement et quantitativement le contenu en composés phénoliques des margines et des grignons.

Macheix et al [47] ont rapporté que le patrimoine génétique joue un rôle important dans la variation de la teneur en composés phénoliques, cependant, la concentration des polyphénols est très variable de l'état de la maturité de l'espèce, de l'organe de provenance, d'une espèce à une autre, et d'une variété à une autre.

Aussi selon Harris et al [48], les facteurs climatiques et environnementaux peuvent influencer sur le taux de composés phénoliques comme: la lumière, les précipitations, la topographie, la saison et le type de sols.

I.4. Analyse par IRFT :

Les figures 24 et 25 représentent les résultats d'analyse IRFT des farines de roseau et de grignon.

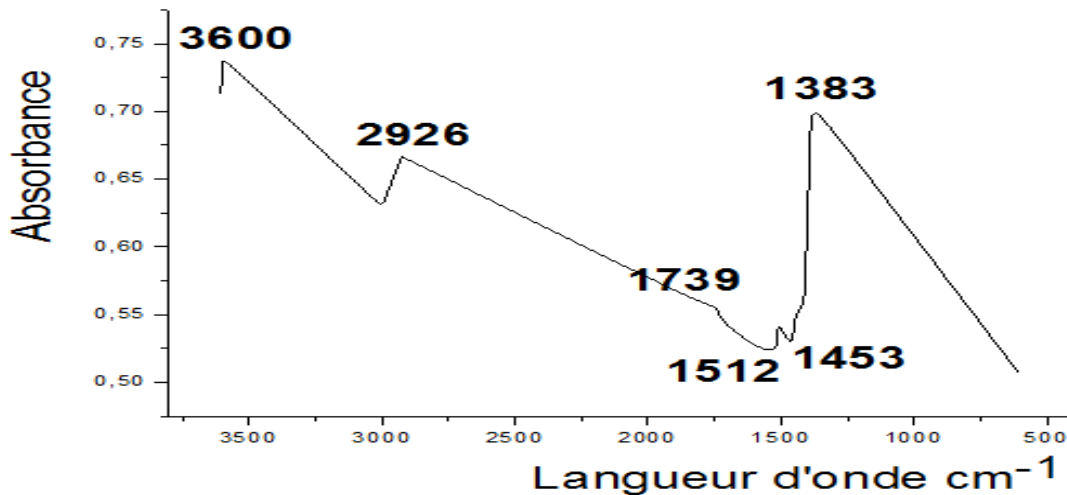


Figure 24 : Spectre IR de la farine de roseau.

Chaque bande d'absorption qui apparaît sur les spectres correspond à une fonction ou groupement chimique. Ainsi, la bande qui s'étend de 3600 à 3000 cm^{-1} est attribuée à la vibration des groupes hydroxyles (-OH) dans la lignine et hémicellulose [45, 49]. La bande d'intensité moyenne centrée vers 2926 cm^{-1} traduit les vibrations d'élongation des liaisons C-H du groupe $-\text{CH}_2$ des segments de la cellulose, hémicellulose et de la lignine [3, 49].

Le spectre révèle aussi une bande d'absorption centrée à 1739 cm^{-1} , associée aux vibrations d'élongation des groupements carbonyles C=O des groupes acétyles des substances d'hémicelluloses. On note également l'apparition d'une bande d'absorption à 1512 cm^{-1} qui traduit la vibration de déformation de C=C de la lignine, l'élongation des liaisons C=C du cycle aromatique présent dans la structure de la lignine. Les bandes d'absorption se trouvant entre 1453 et 1412 cm^{-1} et à 1383 cm^{-1} sont essentiellement dues aux vibrations de déformation des groupements $-\text{CH}_2$ et $-\text{CH}_3$, contenus dans les structures de la lignine et l'hémicellulose. Enfin, un pic vers 607 cm^{-1} lié à la déformation du groupement (-OH) [3, 49].

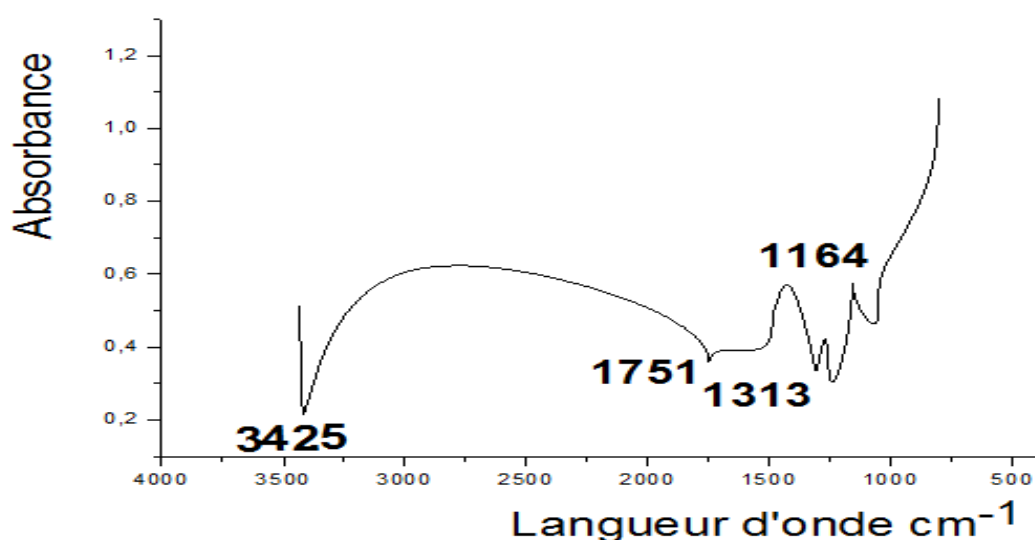


Figure 25: Spectre IR de la farine de grignon

On observe une large bande à 3425-3175 cm^{-1} , qui est due principalement aux élongations des groupements OH caractéristiques des hémicellulose et de la lignine.

Des groupements carbonyle $\text{C}=\text{O}$ de longueur d'onde de 1751 cm^{-1} traduit l'existence de l'acétyle, et acides carboxyliques et/ou des esters des xylanes présents dans les lignines et hémicelluloses [49,50].

On observe également la présence d'une bande moyenne à 1495-1426 cm^{-1} due aux vibrations de déformation des groupements $-\text{CH}_2$ et $-\text{CH}_3$, contenus dans les structures de la lignine et l'hémicellulose, et une faible bande à 1313-1267 cm^{-1} est attribuée à la vibration (C-O) des groupements méthoxy de la lignine.

Une dernière bande faible à 1164-1057 cm^{-1} qui correspond aux vibrations de valence des liaisons C-O et C-O-C, une moyenne bande au environ de 807 cm^{-1} qui correspond à une déformation des groupements C-H de noyau aromatique de la lignine [49, 50].

I.5. Analyse ATG

La figure 26 représente les résultats d'analyse ATG de la farine de G.O.

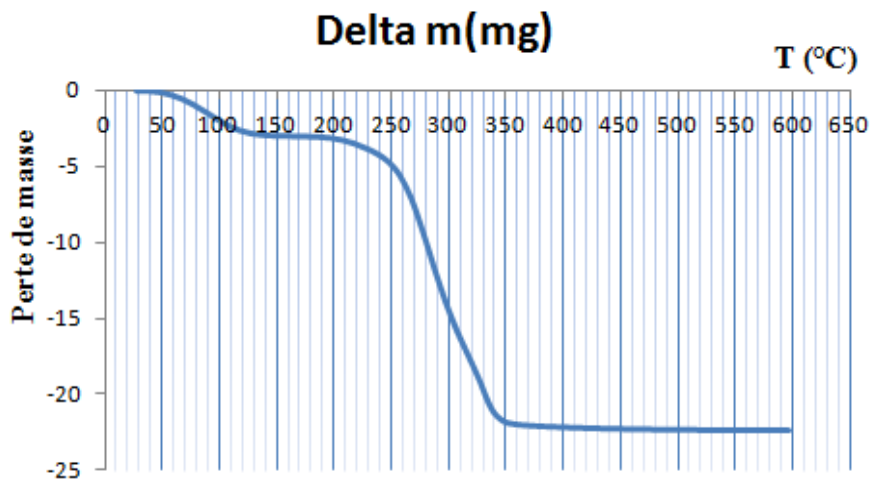


Figure 26 : Analyse thermogravimétriques de la farine de G.O

La première perte de masse de la farine du G.O, est située au alentour de 60 °C, est attribuée à la perte d'eau, et l'adsorption d'humidité résiduelle par les groupements hydroxyles de l'hémicellulose [51], s'ensuit le début de décomposition de la lignine, hémicellulose [52] avec une prépondérance de la dégradation des hémicelluloses entre 60 °C et 216,9 °C [53], ensuite s'ensuit la rupture de lien glucosidique de la cellulose et par conséquent la dégradation de la cellulose entre environ 216,9°C à 336,9°C [54].

Cependant la lignine, qui commence à se dégrader en premier, est stable thermiquement relativement aux autres constituants cités [55] car elle continue sa décomposition jusqu'à 576,9 °C [56].

II. La caractérisation du composite

II.1. Détermination du taux d'absorption des plaques

Le graphe de la figure 27 représente le taux d'absorption d'eau en fonction de la teneur du mélange fibre de grignon d'olives et celle du roseau commun.

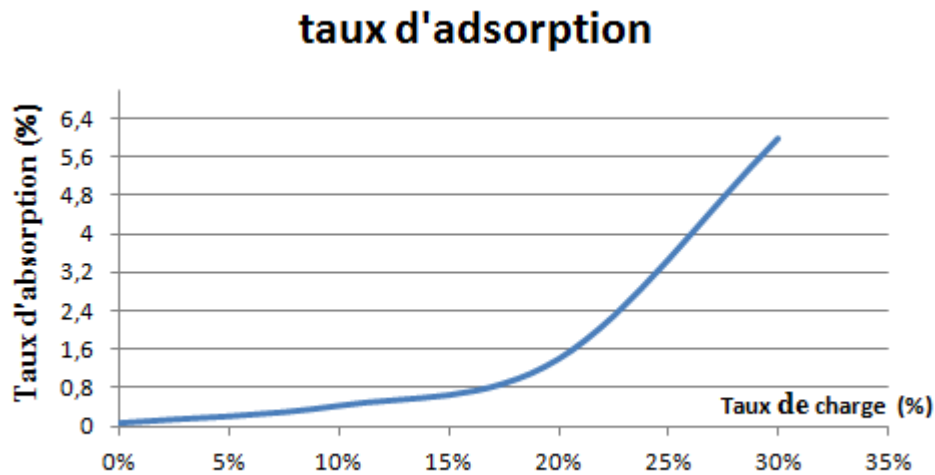


Figure 27 : Graphe du taux d'absorption en fonction de taux de la charge végétale.

Nous observons que cette propriété tend vers une augmentation proportionnelle au taux de fibre.

Les formulations qui contiennent un taux de fibre de 0, 10, 20 % absorbent moins d'eau que l'échantillon avec 30 %, car ce dernier contient une quantité importante de groupe hydroxyle de l'hémicellulose du roseau plus importante que les autres formulations.

On peut 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, rappelant que cette dernière est amorphe [57]. Pour ce qui est de la porosité, il pourrait être responsable du phénomène de capillarité, ce qui fait augmenter aussi le taux d'absorption.

Nos résultats sont en accord avec les travaux d'Amokrane et al. [58], qui ont étudié le composite PVC/ Roseau, qui ont montré que l'absorption d'eau augmente en fonction de la teneur en fibre, du fait de la présence des groupements hydroxyles, et la porosité.

II.2. Propriété de traction

II.2.1. Contraintes et allongements à la rupture

Les histogrammes des figures 28 et 29 illustrent la contrainte et l'allongement à la rupture en fonction de la teneur du mélange du grignon d'olives et du roseau commun.

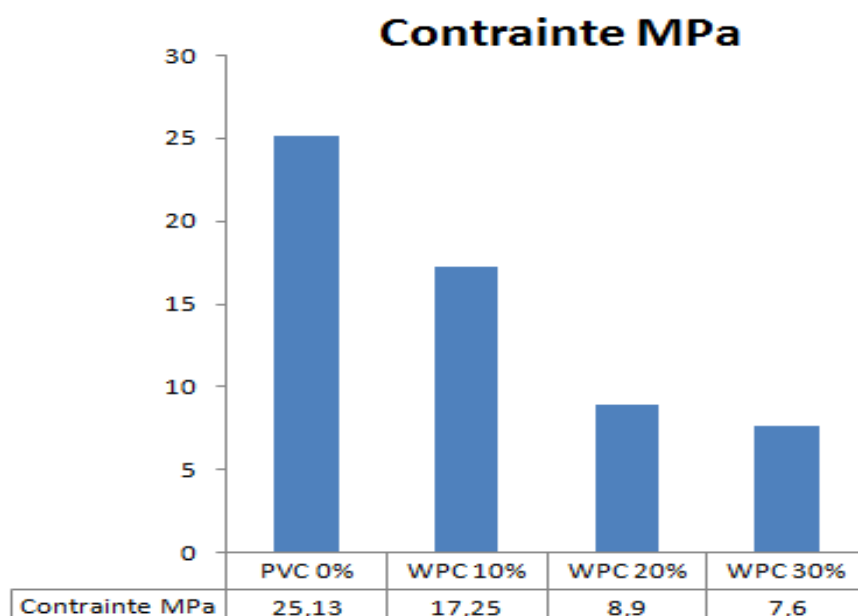


Figure 28 : Contraintes à la rupture des différentes formulations.

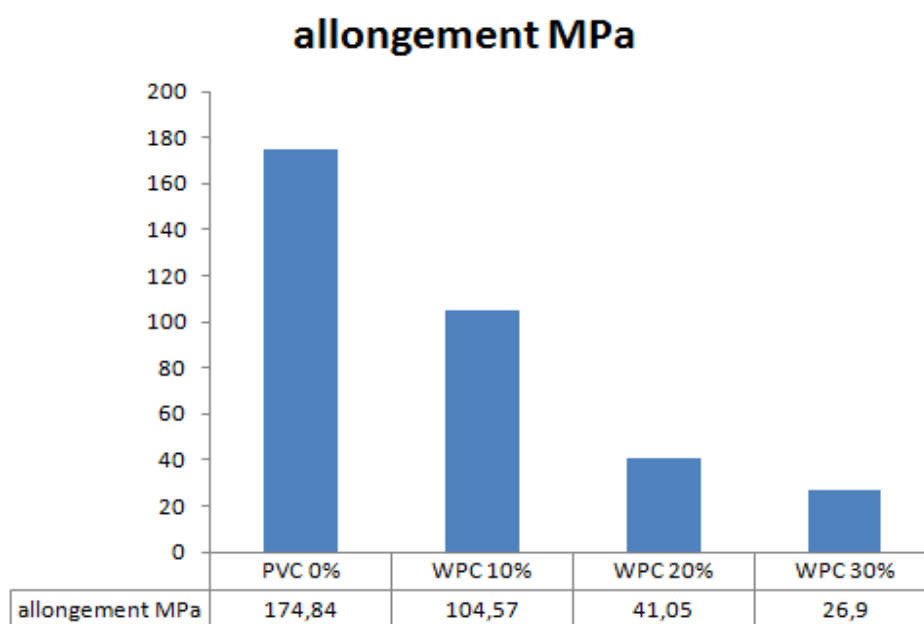


Figure 29 : Allongements à la rupture des différentes formulations.

D'après les histogrammes, on remarque que les deux propriétés mécaniques ont tendance à diminuer en fonction du taux de la farine comparativement au PVC vierge.

Chapitre IV : Résultats et discussions

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 inférieurs aux valeurs suivantes : 17,25 ; 8,90 et 7,60 MPa.

Pour l'allogement à la rupture, le PVC admet une valeur de 174,84 MPa, alors que toutes les autres formulations des composites ont des allogements inférieurs. Mais pour les composites 10 % avec 104,57 MPa, la diminution est moins prononcée que celles de 20 % avec 41,05 MPa et 30% avec 26,9 MPa.

Cette diminution est due à la nature antagoniste des charges utilisées et le PVC. En effet, les fibres sont hydrophiles et le PVC est hydrophobe, ce qui conduit à une interface charge/matrice faible, un mauvais transfert de contrainte, et par conséquent une diminution des propriétés mécaniques [59]. Aussi, 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.

II.2.2. Module de Young

L'histogramme de la figure30 illustre le module élastique en fonction de la teneur du mélange grignon et roseau.

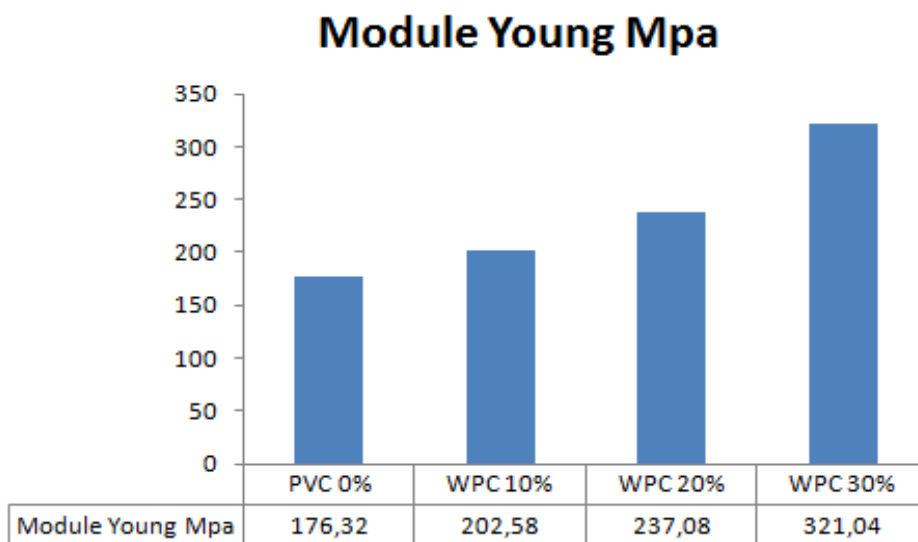


Figure 30 : Module de Young des différentes formulations.

On remarque de la figure 30 que tous les modules des différents formulations sont supérieurs au module du PVC vierge qui a un module de valeur 176,32 MPa.

Le Module de Young a tendance à augmenter en fonction du taux de la farine que nous pouvons expliquer par la rigidité apportée par les deux fibres au PVC. Nos résultats sont

Chapitre IV : Résultats et discussions

confirmés par certains travaux [58, 60, 61]. Toutefois, d'autres auteurs ont montrés une augmentation linéaire en fonction du taux de charge [62].

Atmane et al [63] ont montré aussi que la le module de Young augmente en fonction du taux de la fibre de grignon, ce qui est dû à la bonne orientation la rigidité apportée par cette fibre à la matrice PVC.

À l'issue de cette partie, on constate que la formulation F₁₀ peut être considérée comme un bon compromis économique, technique et environnementale. Non seulement elle diminue le coût de revient du composite comparativement au PVC, mais ces propriétés sont meilleurs que les autres formulations.

CONCLUSION

Conclusion

À la fin de notre étude, nous avons pu répondre à la problématique posée qui était de préparer des composites bois-plastique afin de mettre en valeur deux ressources végétales locales de la Wilaya de Tizi-Ouzou (Algérie), qui sont le roseau commun et le grignon d'olive qui se trouvent en quantités importantes dans nos régions, mais aussi caractériser les différentes formulations élaborées.

Les différents tests et analyses ont montré que :

- le grignon possède une teneur en cendre (2,02 %) inférieure à celle de roseau (4 %) ;
- le roseau est plus hydrophile, par rapport au grignon, car le roseau possède un taux d'absorption d'eau élevé (24,39 %) par rapport à celui de grignon (11,59 %) ;
- le grignon est plus riche en polyphénols (5,02 mg/g) par rapport au roseau (1,12 mg/g) ;
- le taux d'absorption des composites augmente en fonction de la teneur en charges ;
- plus la teneur en charges augmente, plus l'allongement et la contrainte à la rupture diminue ;
- plus la teneur en charges augmente, plus le Module de Young augmente ;
- le composite élaboré avec un taux de 10 % des fibres, d'un diamètre de 0.125mm a donné de meilleurs propriétés mécaniques donc constitue une voie prometteuse. Cette formulation permet de profiter des propriétés très intéressantes que confèrent les fibres utilisées, tout en obéissant aux exigences économiques, environnementales et techniques.

Concernant les perspectives à ce travail, on pourra suggérer :

- de traiter l'une ou les deux fibres afin d'améliorer les propriétés mécaniques et l'adhésion, la qualité de la dispersion des fibres au sein de la matrice ;
- de tester d'autres types de fibres naturelles avec le Polychlorure de vinyle tels que sorgo, le bois rouge ou un mélange de plusieurs charges végétales ;

Conclusion

- d'expérimenter les même farines de roseau et de grignon avec d'autres matrices polymères tels que le polyéthylène (PE) et polypropylène (PP) ;
- une caractérisation approfondi des charges végétale tel que : RMN, MEB.

Annexes

Annexe

Annexe 1 : Essai de traction

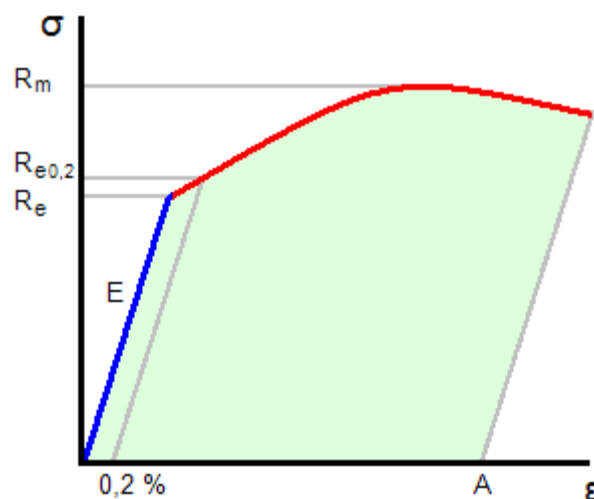
Un essai de traction est une expérience de physique qui permet de mesurer le degré de résistance à la rupture d'un matériau quelconque.

Cet essai ou expérience consiste à placer une petite éprouvette du matériau à étudier entre les mâchoires d'une machine de traction qui tire sur la barre jusqu'à sa rupture.

On enregistre l'allongement et la force appliquée, que l'on convertit ensuite en l'allongement et la force appliquée, que l'on convertit ensuite en déformation et contrainte.

L'essai de traction donne des valeurs importantes :

- le module de Young E , ou module d'élasticité longitudinale.
- la limite d'élasticité R_e (Réversible).
- la limite à la rupture R_m .
- l'allongement à la rupture A , qui mesure la capacité d'un matériau à s'allonger sous charge avant sa rupture.
- Rupture du matériau au point B.
- OD : Régime élastique.
- DC : Déformation plastique.
- CB : Réduction localisée de la section S_0 .

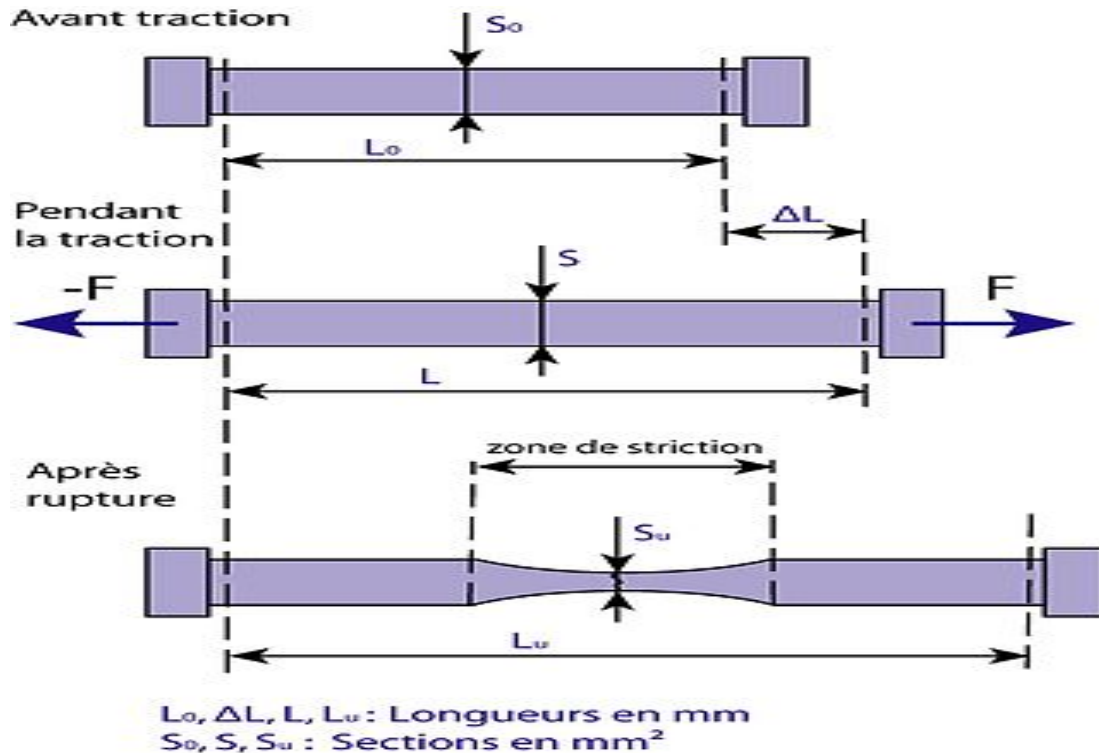


Graph de test de traction

Annexe

Allongement à la rupture

L'allongement à la rupture est une caractéristique sans dimension des matériaux. Elle définit la capacité d'un matériau à s'allonger avant de rompre lorsqu'il est sollicité en traction.



Évolution d'une barre 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_u : longueur de la barre juste avant la rupture.

Annexe 2 : Module d'Young

Le module d'Young ou module d'élasticité est la constante qui relie la contrainte de traction et la déformation pour un matériau élastique isotrope.

Le module d'Young est la contrainte mécanique qui engendrerait un allongement de 100 % de la longueur initiale d'un matériau (il doublerait donc de longueur), si l'on pouvait l'appliquer réellement : dans les faits, le matériau se déforme de façon permanente, ou se rompt, bien avant que cette valeur soit atteinte

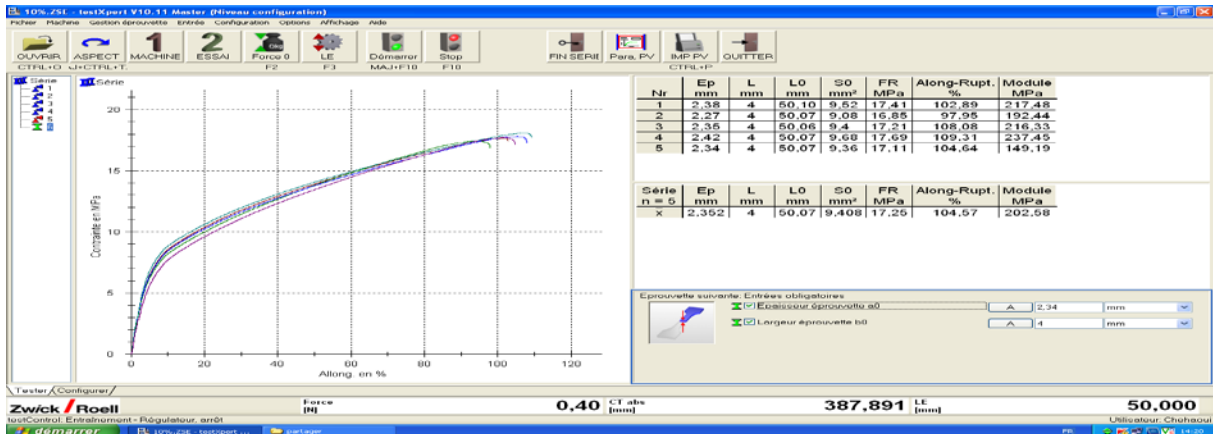
- E : module d'YOUNG ou module d'élasticité longitudinale (GPa).
- Le module d'YOUNG caractérise la raideur du matériau :

Annexe

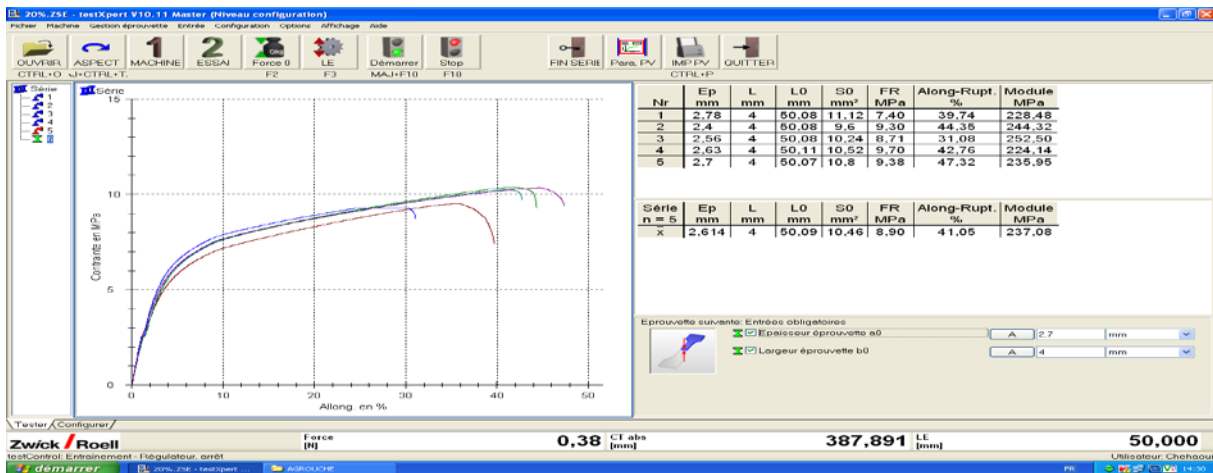
- E élevé : matériau rigide ;
- E faible : matériau souple.

Annexe 3 : Les graphes et tableaux suivants montrent les résultats obtenus lors d'essai de traction à l'entreprise CATEL

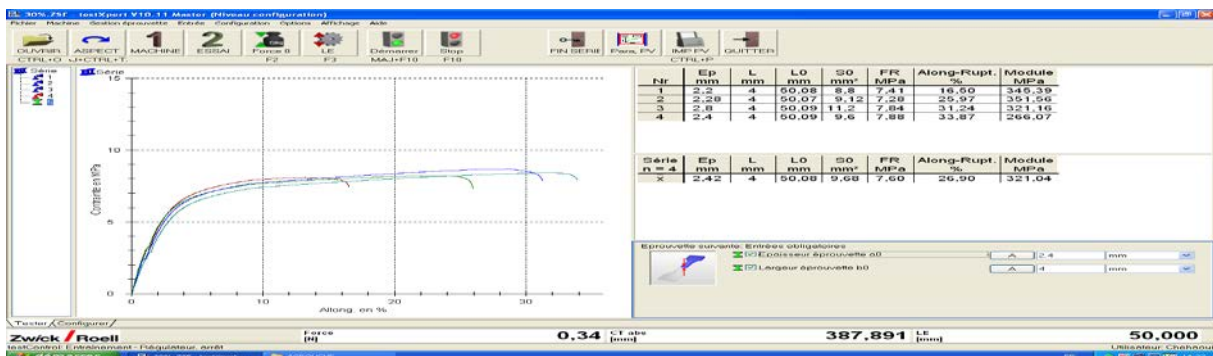
- Eprouvettes à taux de charges de 10%



- Eprouvettes à taux de charges de 20%

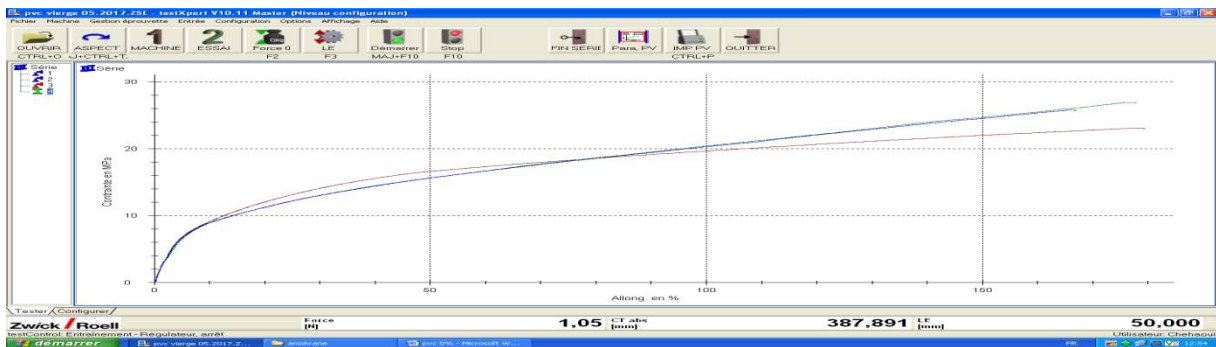


- Eprouvettes à taux de charges de 30%



Annexe

- Eprouvettes de pvc vierge 0% de charge



Annexe 4: la figure suivante présente la courbe d'étalonnage obtenu lors de détermination de la teneur en polyphénols.

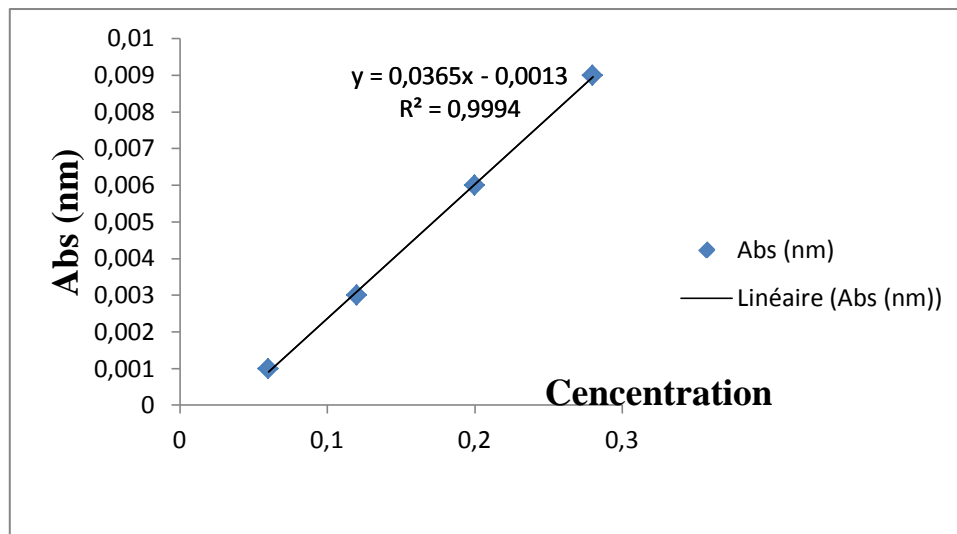


Figure 15 : Courbe étalon avec l'acide gallique à 0.5g/l.

Annexe 5 : Les tableaux suivant donnent les valeurs obtenues lors du test du taux de cendre.

Tableau 7 : Résultats des pesées des échantillons avant et après incinération.

Echantillons	Creuset vide (g)	Creuset + m ₀ (g)	Creuset + cendre (g)
G.O	35,005	40,005	35,106
R.C	31,773	36,773	31,973

Annexe

Tableau 8 : Résultats de taux de cendre de chaque charge.

Echantillon	Taux de cendre (%)
G.O	2,02
R.C	4

Annexe 6 : Les tableaux suivant donnent les valeurs obtenues lors du test du taux d'absorption d'eau.

Tableau 9 : Résultats des pesées des échantillons de la farine de grignon et de roseau avant et après immersion.

	Creuset vide (g)	Résultats après étuve (g)	Résultats après immersion (g)
Moyenne G.O	28,2884	32,7573	36,5551
Moyenne R.C	23,7806	28,3081	35,2134

Tableau 10 : Résultats du test d'absorption d'eau

Echantillon	Taux d'adsorption (%)
G.O	11,59
R.C	24,39

Annexe 7 : Le tableau suivant donne les valeurs obtenues lors du test d'absorption des plaques

Tableau 11 : Résultats de teste d'absorption

Taux de la fibre	m_o	m_f	Taux d'absorption
0% pvc	6,191	6,194	0,048
10%	7,370	7,400	0,410
20%	7,230	7,330	1,380
30%	7,200	7,630	

Referénces bibliographiques

The image features the text "Referénces bibliographiques" in a bold, italicized, yellow font. The text is set against a white background and has a shadow effect that makes it appear to be floating or casting a reflection. The shadow is a darker, semi-transparent version of the text, positioned directly below it and slightly offset to the right, creating a 3D effect. The font style is reminiscent of a classic serif typeface, possibly Times New Roman or similar, but rendered in a heavy, slanted weight.

- [1] A.Ashori; Wood–plastic composites as promising green-composites for automotive industries, *Bioresource Technol*, 2008. 99:4661-4667.
- [2] P.Wambua, J.Ivens, I.Verpoest; Natural fibres: Can they replace glass in fibre reinforced plastics?, *Compos Sci Technol*, 2003. 63: 1259-1264.
- [3] A.Fadel, Influence des diverses modifications du Genêt d’Espagne sur les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermiques de composites à matrice thermoplastique, mémoire magister, 2014.p 4,66,67.
- [4] F.Yao; Rice straw fiber polymer composites: Thermal and mechanical performance, these doctorat, Louisiana State University and Agricultural and Mechanical College, 2008.
- [5] Optimat Ltd, MERL Ltd, Wood plastic composites study - technologies and UK market opportunities, The Waste and Resources Action Programme, 2003.
- [6] K.A. Naghi, M.Tajvidi, S. Pourabbasi, Effect of compatibilizer on the natural durability of wood flour/high density polyethylene composites against rainbow fungus (*Coriolus versicolor*). *Polym Compos*, 2007.28 :273-277.
- [7] F.Stauder, Des composites renforcés de fibres végétales, Fiche n°63, CRCI ARIS, 2007
- [8] H.Wang, K.Sheng, M.Adl , X.Qian, Impact Response of Bamboo-Plastic Composites with the properties of Bamboo and Polyvinylchloride (PVC), *J Bionic Eng Suppl*, 2008. 5:28-33.
- [9] S.Thibaud Valorisation chimique de composés lignocellulosiques : Obtention de nouveaux matériaux, Thèse de doctorat présentée à l’université de Toulouse, 1995.
- [10] G.Labat, Les Bois Polymères et leurs applications, Dijon, CRCI Bourgogne (2008). p 7.
- [11] L.Dammer, M.Carus, A.Raschka, L.Scholz, Market Developments of and Opportunities for biobased products and chemicals, nova-Institute for Ecology and Innovation, Allemagne, 2013.
- [12] A. Wachowski. « Les Parois de Cellules Végétales», [en ligne], 2006. Disponible sur <http://www.lycees.ac-rouen.fr/lgcorneille/SPIP/IMG/DS206.pdf>

- [13] P.vincent, Caractérisation par méthode inverse et modélisation des propriétés thermophysiques orthotropes des matériaux composites, thèse doctorat, Ecole Doctorale : Energetique et dynamique des fluides, 2003.p 15.
- [14] B.L. El Hadji, Nouveau matériaux composites thermoformables à base de fibre de cellulose, Thèse doctorat, 2008.p 32,47, 48.
- [15] M.Ragoubi, Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne, thèse doctorat, Université Henri Poincaré, Nancy 1, 2010.p 9.
- [16] M. L. Augier, Etude de l'élaboration de matériaux composite PVC/bois à partir des déchets de menuiserie : formulation, caractérisation, durabilité et recyclabilité, thèse doctorat, Institut National Polytechnique, Toulouse, 2007.p 26 -28.
- [17] Glossaire des matériaux composites renforcés de fibre d'origine renouvelable, Centre d'Animation régional en matériaux Avancés, 2006.p 4.
- [18] E. Alarcón-Gutiérrez, Influence de facteurs abiotiques sur la régulation des paramètres microbiens impliqués dans la dégradation de la matière organique d'une litière forestière méditerranéenne, Thèse de doctorat, Université Paul Cézanne, 2007.
- [19] B.Talel, Utilisation d'une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique de composites bois/plastique 'WPC', thèse doctorat, Université de Pau et des Pays de l'Adour, 2011.
- [20] P.Jodin, Le bois, matériau d'ingénierie, Association pour la recherche sur le bois en Lorraine, Nancy, France, 1994.
- [21] Nature Action Québec (NAQ), 2011, Le roseau commun, In Nature-Action Québec, Documents. Disponible sur http://nature-action.qc.ca/site/nouvelle/cet_elle-je-surveille-mon-jardin (page consulté le 28 avril 2017).
- [22] H.Sébière, La gestion des espèces végétales exotiques envahissantes prioritaires dans les municipalités de l'Estrie, maîtrise en environnement, Centre Universitaire de formation en environnement et développement durable, Sherbrooke, 2015.p 81.
- [23] J-P.Corolla, Kupfer Miche in: Doris, 01/08/2016: Phragmites australis.

- [24] R.M.Rowello, R.A.Young, J.K.Rowell, Paper and composites from agrobased resources, Ed Rowell R.M, Lewis publishers, Boca Raton, USA,1997.
- [25] M.E. Bourahli, Caractérisation d'un composite verre / époxy. Diplôme de doctorat. Université Ferhat Abbas-Sétif 1, 2014.p 137
- [26] J.Reguant, M.Rinaudo, Etude bibliographique sur les matériaux issus biomasse végétale, CEMAV-CNRS, BP 53,38041 Grenoble cedex 9, 1999.
- [27] T.Marika, J.Jaanis, T.Jaak, Microbial biomass, activity and community composition in constructed wetlands. *Science of the total environnement*, 2009. 407, 3958-3971.
- [28] J. Saint, OBV du Fleuve, Une espèce exotique envahissantes : Le roseau commun ou phragmites australis.
- [29] S.Meziane, Modélisation de la cinétique du séchage du grignon d'olive. Revue des Energies Renouvelables, 2013.
- [30] N.Babakhouya, Récupération des métaux lourds par l'utilisation des absorbants naturels, Mémoire de magister, 2010.
- [31] R.Moussaoui, Valorisation des sous produits de l'huile d'olive : Grignon et margines, thèse doctorat, Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou, 2007.p 41, 42,43.
- [32] Z. Belkebir, Valorisation des déchets agro-alimentaires cas des grignons d'olives, mémoire magister, Université M'hemed Bouguara, Boumerdes, 2007.p 15,18
- [33] A.Nefzaoui, A.Zidan, Les sous- produits de l'olivier, Publication spéciale de l'institut de l'olivier, 3092 Sfax, Tunisie, 1987.
- [34] A.Nefzaoui, Contribution à la rentabilité de l'oléiculture par une valorisation optimale des sous-produits, Option méditerranéennes série séminaire N 16, Ecole supérieure d'horticulture. Sousse Tunisie, 1991. PP 101-108.
- [35] PH.Tingaut, Modification de la structure chimique du bois par des Alcoxysilanes diversement substitués, Thès Doctorat. Université Bordeaux, 2006.p 17-27.

[36] Allinger, Cava, Johnson, De Jongh, LE BEL et STEVENS, Chimie organique (application). Ed. Mc GRAW-HILLV3, 1984.

[37] M. Malha ; Mise en œuvre, caractérisation et modélisation de matériaux composites : Polymère thermoplastique renforcé par des fibres de Douem, thèse doctorat, Université Mohammed V- AGADAL, 2013.p 151. Disponible sur http://toubkal.imist.ma/bitstream/handle/123456789/9626/THESE_MALHA.pdf

[38] D.Ausseur, Technique d'Ingénieur, le Poly (chlorure de vinyle), AM 3 325.

[39] Groupe de Travail PVC, Le PVC en "Questions", *Janvier 1998*

[40] J.J.Macheix, A.Fleuriet, C.JAY Allemand, Les composés phénoliques des végétaux, Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne, 2005.

[41] A.Maarouf, Dictionnaire botanique, 2000.p 129.

[42] S.Choucha et D.Chabani, Contribution à l'étude de la réparation et la variabilité des polyphénols en fonction de l'âge des différents organes chez l'arbousier (*Arbutus unedo*) dans la forêt d'Ait Ghobri(wilaya de Tizi-Ouzou), mémoire master, Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou, 2016.p 33.

[43] S.Hamza, Les fibres végétales Tunisiennes : Propriétés et applications dans les Biocomposites, mastère en Chimie Industrielle.cartage, Univ de Cartage, 2011.

[44] A.Mozaffri, K. Hojatollah, A. Ashori, Water resistance and thermal stability of hybrid lignocellulosic filler–PVC composites, *Polym.* 2011.

[45] Z. Debit, Caractérisation chimique du bois de chêne zéen (*Quercus canariensis wild.*) et du roseau commun (*Phragmites australis*): Dosage des polyphénols, mémoire master, Université Mouloud Mameri, Tizi-Ouzou, 2015.p 13,34

[46] M.Nadour, Extraction, caractérisation des polysaccharides et des polyphénols issus des sous-produits oléicoles. Valorisation des polysaccharides à visée alimentaires, thèse doctorat, 2015.

- [47] J.J.Macheix, A.Fleuriet, J.Billot, Fruit phenolics, boca raton, CRC Press, 1990.p 378.
- [48] R.Harris, E.Karmas, Nutritional evaluation of food processing, 3rdEd. The Avi Publishing company Inc, New York, 197.p 612.
- [49] Tableau de fréquences de vibrations des principales fonctions rencontrées dans les composés organiques.
- [50] A.Oussaid, Elaboration et caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de PVC et de la farine de bois de chêne zeen modifiée, mémoire master, Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou, 2016.p 29.
- [51] B.Berrima, Etude structurale et technique de la lignine d'alfa et sa valorisation comme macro monomère et/ou précurseur du charbon actif, Génie des procédés. Université Grenoble Alpes, 2015. Français. <NNT : 2015GREAI071>. <tel-01259480>
- [52] J.R.Araujo, W.R.Waldman, M.A.De Paoli, Polym. Degrad. Stab, 2008.
- [53] H.Yang, R.Yan, H.Chen, D.H.Lee, C.Zheng, Fuel, 2007.
- [54] K.L.Fung, X.S.Xing, R.K.Y.Lia, S.C.Tjonga, Y.W.Mai, Compos. Sci. Technol, 2003.
- [55] V.Tserkia, P.Matzinosa, S.Kokkoub,C. Panayiotoua, Compos,2005.
- [56] E.Jakab, G.Varhegyi, O.Faix, Analyt. Appl. Pyrol, 2000.
- [57] G.Saini, V.Choudhary, R.Bhardwaj, A.K.Narula, Study on PVC composites containing Eugenia Jambolana wood flour, Journal of Applied Polymer Science, 2008. vol. 107, 2171–2179.

[58] S.Amokrane, L.Agred, Elaboration et caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de PVC/ roseau commun, mémoire master, Université Mouloud Mameri, Tizi-Ouzou, 2017.p55, 59.

[59] N.Sombatsompop, K.Chaochanchaikul, C.Phomchirasuk, Sirinthorn Thongsang, 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, 2003. Int 52:1847–1855

[60] H.Djidjelli, A.Boukerrou, A.Rabouhi, R.Founas, M.Kaci, O.Zefouni, N.Djillali, L.Bel Mouhoub, Effet de la benzylation 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, 2007.1002/app.1460-1465

[61] J.E.Crespo, L. Sanchez ; F. Parres, J. Lopez, Influence de la sciure de bois sur les propriétés mécaniques du composites plastifiés de vinyle. Journal of thermoplastic composite materials, vol, 2009. 22.259-272

[62] M.Abir, Etude de la production et de la caractérisation de composites bois-plastiques. Université Laval Québec, canada, 2013. P101

[63] S.Atmane, R.Bareche, Elaboration et caractérisation d'un materiau composite à base de PVC et grignon d'olive locale, Université Mouloud Mameri, Tizi-Ouzou, 2017.p 49

Résumé

L'objectif de ce travail est d'élaborer et de caractériser un matériau composite à matrice PVC et à deux charges d'origine végétale, farine du roseau commun et du grignon d'olive. Ces dernières sont obtenues par broyage et tamisage à une seule granulométrie (0.125mm). Les échantillons sont préparés avec la technique du mélange à sec, avec un simple mélangeur ; ensuite moulés par compression. Des teneurs en charges allant jusqu'à 30% en poids ont été employées à cette fin ce projet met en évidence l'effet de la granulométrie ainsi que la concentration des charges sur la morphologie, l'absorption et sur les propriétés mécaniques (l'allongement et la contrainte à la rupture, module d'élasticité). Pour se faire, différentes méthodes d'investigation ont été utilisées ; Le test d'absorption d'eau, le taux de cendres, les tests de traction, l'analyse TG et L'IR. On démontre que l'adhésion et la dispersion des fibres de charges au sein de la matrice étaient bonnes à faible taux de fibre (20%). On montre aussi que l'ajout de la farine de charges a augmenté le module du Young et a diminué significativement l'allongement et la contrainte.

Enfin, on déduit que l'utilisation du grignon comme agent de compatibilité améliore considérablement les caractéristiques mécaniques de ces composites.

Mots clef : composite, PVC, Roseau commun, Grignon d'olive, polymère, dispersion, le module du Young, l'allongement et contrainte à la rupture, agent de compatibilité.

Abstract

The objective of this work is to elaborate and characterize a composite material with PVC matrix and two expenses plant, flour Reed common and grignon olive. The latter are obtained by grinding and screening to a single particle size (0.125 mm). Samples are prepared with the technical mixture dry, with a simple mixer; then molded by compression. Contents loads up until 30% by weight was used for this purpose project highlights the effect of particle size as the concentration of loads morphology, absorption and the mechanical properties (the elongation and constraint to break, module elasticity). To do different methods investigative were used, the test water absorption, the rate of ash, the tests traction, analysis TG and infrared. It shows that the membership and dispersion fibers charges within the matrix were good low rate fiber (20%). It also shows that the addition of flour accrued increased the module of the Young and decreased significantly longer and constraint.

At the end, we deduced that the use of grignon as agent compatibility improved considerably mechanical properties of these composite.

Keywords: composite, PVC, reed comun, grignon olive, polymer, dispersion, the Young's modulus, the elongation and constraints to break, agent compatibility.