

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**  
**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR**  
**ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**  
**UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI DE TIZI OUZOU**



**FACULTE DU GENIE DE LA CONSTRUCTION**  
**DEPARTEMENT DE GENIEMECHANIQUE**

## ***Mémoire***

*En vue de l'obtention du diplôme de master académique*

*Génie mécanique*

**En fabrication mécanique et productive**

**Présenté par :**

**HAMMACHE Daoud**

**IBBARI Abdeslam**

*Sur le thème :*

**Elaboration et caractérisation d'un composite à renfort biodégradable.**

**Encadré par :**

**M<sup>r</sup> R.FERHOUM**

**Co encadré par :**

**M<sup>r</sup> L.BOUDAOU D**

**Promotion : 2017/2018**

## REMERCIEMENTS

On tient tout d'abord à exprimer notre gratitude à dieu, qui a permis à ce moment d'être fait par ces humbles serviteurs.

Nous remercions notre promoteur Mr « FERHOUM Rabah » pour son suivi.

Nous remercions aussi le Co-promoteur Mr « L. BOUDAOUUD » qui on a aidé à faire ce modeste travail, et pour ses conseils, ses encouragements.

Il nous est agréable de remercier :

- Les responsables de laboratoire de département génie mécanique ou on a fait les essais mécanique
- Nous remercions Mr « MAKHLOUF » et Mr « NECHICHE » qui nous ont à faire l'essai de la micro dureté
- Les responsables de laboratoire de génie des matériaux de l'université de BOUMERDES, qui ont accepté de faire les essais thermique tel que « ATG-DSC ».

Enfin, nous adressons nos remerciements à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

*Je dédie ce modeste travail à mes chers parents  
À tous mes amis et camarades de classe et  
Particulièrement ceux de promotion.  
À tous mes voisins et amis*

*Abdeslam IBBARI*

*Je dédie ce travail à :*

- *La mémoire de mon père j'aurais aimé qu'il soit là, il aurait été si fier ...*
- *A ma chère mère, pour tout le sacrifice, l'amour, la tendresse, le soutien et ses prières tout au long de mes études.*
  
- *A mes chères sœurs pour leurs encouragements permanents, et leur soutien moral,*
- *A mes chers frères, Yassin et Adèl pour leur appui et leur encouragement,*
- *A toute ma famille pour leur soutien tout au long de mon parcours universitaire*
- *A toute mes amies pour leurs encouragements et leur soutien,*

**DAOUD**

# SOMMAIRE

<b>Introduction générale</b> .....	1
<b>CHAPITRE I : Généralités sur les polymères</b>	
<b>I.1. Introduction</b> .....	3
<b>I.2. Définition</b> .....	3
<b>I.3. Composition des polymères</b> .....	4
<b>I.4. Les grands types des polymères</b> .....	5
I.4.1. Classification selon l'origine.....	5
I.4.2. Classification selon l'architecteur.....	5
I.4.3. Classification selon la structure chimique.....	6
I.4.4. Classification selon le comportement physique.....	6
I.4.5. Classification selon le comportement thermique.....	7
<b>I.5. Domaine d'utilisation</b> .....	9
<b>I.6. Polymérisation</b> .....	9
I.6.1. Degré de polymérisation.....	10
<b>I.7. Poly méthacrylate de méthyle (PMMA)</b> .....	10
<b>I.8. Les propriétés mécanique de PMMA</b> .....	11
<b>I.9. Les différentes procédures d'élaboration de PMMA</b> .....	11
I.9.1. Injection.....	12
I.9.2. Extrusion.....	12
I.9.3. Thermoformage.....	12
I.9.4. Usinage.....	13
I.9.5. dissolution par voie de solvants organiques.....	13
<b>I.10. Dichlorométhane (DCM)</b> .....	13
<b>I.11. fiche technique dichlorométhane</b> .....	14

## CHAPITRE II : Matériaux composites

<b>II.1 Introduction</b> .....	16
<b>II.2 Définition</b> .....	16
<b>II.3 Composition d'un matériau composite</b> .....	17
II.3.1 Matrice.....	17
II.3.2 Renfort.....	18
II.3.2.1 Les différents types de renforts.....	18
<b>II.4 Adhésion fibre – matrice</b> .....	19
<b>II.5 Influence de la morphologie des fibres</b> .....	19
<b>II.6 Les renforts fibreux naturels</b> .....	20
❖ La cellulose.....	20
❖ Les hémicelluloses.....	21
❖ La lignine.....	22
<b>II.7 Propriétés usuelles des fibres</b> .....	22
<b>II.8 Grignon D'olive</b> .....	23
II.8.1 Définition .....	23
II.8.2 Oléiculture mondiale.....	24
II.8.3 Oléiculture en Algérie.....	24
<b>II.9 Différents types de grignon</b> .....	25
a) Le grignon brut.....	25
b) Le grignon épuisé.....	25
c) Le grignon partiellement dénoyauté.....	25
<b>II.10 Caractéristique physique de grignon</b> .....	25
<b>II.11 Composition chimique</b> .....	26
<b>II.10 Conclusion</b> .....	27

## CHAPITRE III : techniques et procédures expérimentales

<b>I. Introduction</b> .....	29
<b>II. les matériaux utilisés</b> .....	29
• poly méthacrylate de méthyle (PMMA).....	29
• La farine du grignon d'olive.....	30
• Dichlorométhane (DCM).....	31
<b>III. déroulement de travail</b> .....	32
<b>III.1.approvisionnement en matières premières et équipements nécessaires</b> :.....	32
<b>III.2.elaboration des échantillons</b> .....	32
<b>III.2.1. élaboration de plaque de PMMA vierge</b> .....	32
<b>III.2.2. élaboration des composites à matrice PMMA renforcés par différents pourcentage en farine de grignons d'olive</b> .....	33
<b>III.2.2.1.préparation et obtention de la farine de grignon d'olive</b> .....	33
<b>III.2.2.2.réalisation des composites PMMA/ différents pourcentage en farine de grignon d'olive</b> .....	34
A. Posologie et préparation des constituants (matrice/charger).....	34
B. dissolution de la matrice PMMA et moulage des composites.....	35
C. récupération des plaques des différents composites.....	35
<b>IV. CARACTERISATION MECANIQUE</b>	
<b>IV.1. essai de compression uni-axiale</b> .....	35
<b>IV.1.1.Définition</b> .....	35
<b>IV.1.2.Principe</b> .....	36
<b>IV.1.3.Appareillage</b> .....	37
<b>IV.1.4.éprouvettes de compression</b> .....	37
<b>IV.1.5.Les conditions expérimentales de notre essai de compression</b> .....	39
<b>IV.2. Mesure de MICRODURETE VICKERS</b> .....	41
<b>V.CARACTERISATION THERMIQUE</b> .....	43
<b>V.1. analyse Calorimétrique différentielle(DSC) et analyse thermogravimétrique(ATG)</b> .....	43
<b>V.2. La température de transition vitreuse (Tg)</b> .....	43

<b>VI.CARACTERISATION DE FARINE DE GRIGNON D'OLIVE.....</b>	<b>44</b>
<b>VI.1.granulometrie de la farine de grignon d'olive.....</b>	<b>44</b>

## **CHAPITRE IV : résultats et discussion**

<b>I.COMPORTEMENT MECANIQUE DES MELANGES.....</b>	<b>47</b>
<b>I.1.essais de compression.....</b>	<b>47</b>
<b>I.1.1.essais de compression PMMA vierge (R).....</b>	<b>47</b>
<b>I.1.2. essais de compression composite (A).....</b>	<b>48</b>
<b>I.1.3. essais de compression composite (C).....</b>	<b>48</b>
<b>I.1.4. essais de compression composite (D).....</b>	<b>49</b>
<b>I.1.5 Superposition des courbe contrainte-déformation des différents composites et de (R).....</b>	<b>50</b>
<b>II.LA MICRO-DURETE VICKERS.....</b>	<b>51</b>

# Symboles

**(PMMA)** : poly méthacrylate de méthyle acrylique

**(PP)** : polypropylène

**(PVC)** : polychlorure de vinyle

**(PE)** : polyéthylène

**(PC)** : polycarbonate

**(Dfn)** : degré de polymérisation

**( $\epsilon$ )** : Déformation

**(E)** : module de Young en MPA

**( $\sigma$ )** : Contrainte en MPA

**(HV)** : dureté de Vickers

**(F)** : force appliquée en N

**(S)** : section en (mm)<sup>2</sup>

**(DCM)** : dichlorométhane

**( $\Delta L$ )** : L'allongement

**(T<sub>g</sub>)** : température transition vitreuse

**(DSC)** : calorimétrie à balayage différentiel

## LISTE DES FIGURES

### CHAPITRE I

<b>Figure I.1</b> : Schématisation d'un polymère.....	3
<b>Figure I.2</b> : Exemple d'un polymère .....	4
<b>Figure I.3</b> : Polymère linéaire.....	5
<b>Figure I .4</b> : polymère ramifié.....	5
<b>Figure I.5</b> : Différence entre homopolymère et copolymère.....	6
<b>Figure I .6:</b> Thermoplastique.....	7
<b>Figure I .7:</b> thermodurcissable.....	8
<b>Figure I .8:</b> Elastomères.....	9
<b>Figure I.9</b> : Polymérisation radicalaire d'un styrène.....	10
<b>Figure I.10</b> : La structure du PMMA.....	11
<b>Figure I .11</b> : Plaque de PMMA.....	11
<b>Figure I.12</b> : Structure du dichlorométhane en 3D.....	13

### CHAPITRE II

<b>Figure II.1</b> : Schéma de matériau composite.....	16
<b>Figure II.2</b> : type de Matrice.....	17
<b>Figure II.3</b> : Type de renforts.....	18
<b>Figure II.4</b> : Structure de cellulose.....	20
<b>Figure II.5</b> : Structure moléculaire de l'hémicellulose.....	21
<b>Figure II.6</b> : structure de la lignine.....	22
<b>Figure II.7</b> : Exemple de représentation schématique de l'agencement des différents composants des fibres de chanvre à l'échelle micrométrique.....	23
<b>Figure II.8</b> : section transversale d'une olive.....	23
<b>Figure II.9</b> : Répartition géographique de la production des olives dans le monde.....	24
<b>Figure I.10</b> : Répartition des huileries algériennes par zone [Source : Observatoire à partir des données del'ONFA].....	24
<b>Figure I.11.</b> Répartition géographique de la production des olives destinés à la fabrication de l'huile en Algérie (moyenne 2009-2015) [Source : Observatoire à partir des données DSASI].....	25

### **Chapitre III :**

<b>Figure III.1 :</b> PMMA sous forme de granulés.....	30
<b>Figure III.2 :</b> grignons d'olive à l'état brut.....	30
<b>Figure III.3 :</b> Farine de grignon d'olive obtenue après prétraitement.....	31
<b>Figure III.4 :</b> dichlorométhane.....	31
<b>Figure III.5 :</b> étapes d'obtention de farine de grignon d'olive.....	33
<b>Figure III.6 :</b> balance électronique.....	34
<b>Figure III.7 :</b> Contrainte en compression associée à une dilatation.....	36
<b>Figure III.8 :</b> Dimensions d'éprouvettes de compression utilisées.....	37
<b>Figure III.8 :</b> éprouvette compression PMMA vierge (R).....	38
<b>Figure III.10 :</b> éprouvette composite(A).....	38
<b>Figure III.11 :</b> éprouvette composite(B).....	38
<b>Figure III.12 :</b> éprouvette composite(C).....	38
<b>Figure III.13 :</b> éprouvette composite(D).....	38
<b>Figure III.14 :</b> machine de compression.....	39
<b>Figure III.15 :</b> MICRODUROMETRE de marque ZWICK.....	41
<b>Figure III.16 :</b> Principe de l'essai Vickers.....	42
<b>Figure III.17 :</b> Pénétrateur de l'essai VICKERS.....	42
<b>Figure III.18 :</b> Dispositif d'analyse DSC et ATG.....	44
<b>Figure III.19 :</b> Dispositif de granulométrie laser.....	45

### **CHAPITER IV**

<b>Figure III. 1 :</b> courbe de compression de PMMA vierge.....	47
<b>Figure III. 2 :</b> courbe de compression pour composite (A).....	48
<b>Figure III. 3 :</b> courbe de compression pour composite (C).....	49
<b>Figure III. 4 :</b> courbe de compression pour composite (D).....	49
<b>Figure III. 5 :</b> les courbes contrainte-déformation pour les composites (A), (C), (D) et (R).50	
<b>Figure III. 6 :</b> la variation de contrainte élastique en fonction du taux de charge .....	51

## Liste des tableaux

### CHAPITRE I :

<b>Tableau I.1</b> : Composant des polymères.....	4
<b>Tableau I.2</b> : Propriétés mécaniques de PMMA.....	12
<b>Tableau I.3</b> : fiche technique dichlorométhane.....	14

### CHAPITRE II :

<b>Tableau II.1</b> . Le teneur en cellulose de quelques espèces végétales.....	21
<b>Tableau II.2</b> : Composition chimique indicative des différents types de grignons.....	26

### CHAPITRE III :

<b>Tableau III.1</b> : Composition et posologie des différents composites réalisés.....	34
---	----

### CHAPITRE IV :

<b>Tableau IV.1</b> : résultats d'essais de micro dureté Vickers.....	52
---	----

# **Introduction générale**

## Introduction

Aujourd'hui les polymères sont devenus importants dans notre vie quotidienne. Ils sont utilisés dans une multitude d'applications. La plupart des matériaux polymères sont élaborés à partir du pétrole.

Les polymères naturels reçoivent un intérêt grandissant auprès du monde académique et industriel. Ils sont en abondance, de nature très variée, et présentent souvent des caractéristiques intéressantes.

Pour pouvoir remplacer à l'avenir une part non négligeable des polymères d'origine fossile par des bio-polymères, des nombreux défis sont à relever. Des très nombreuses études ont été conduites lors de la dernière décennie afin de développer des bio-polymères plus performants, mais il reste encore du chemin à parcourir afin qu'ils puissent trouver leur place sur le marché concurrentiel des polymères. [1]

L'utilisation des matières plastiques est très répandue, principalement dans le secteur de l'emballage. Ces matières étant utilisées sur une période de temps très limitée, il est donc nécessaire d'améliorer la biodégradabilité de ces polymères et d'anticiper le mieux possible leur fin de vie. Pour cela, on s'appuie sur le fait que certains matériaux ont la possibilité de subir une décomposition naturelle rapide en étant « consommés » par des bactéries, des champignons, des algues, des insectes, etc. [2]

Cette nouvelle catégorie de matériaux se distingue par des propriétés, telles qu'une rigidité élevée, un bas prix, une faible densité, un caractère écologique du fait qu'ils sont issus de ressources renouvelables et biodégradables. Par ailleurs, elle demande peu d'énergie pour être produite, et offrent une bonne isolation thermique et phonique. L'industrie des matériaux composites a bénéficié d'une croissance régulière, soutenue en particulier par la diversité de ces applications ciblées dans les transports automobiles, aériens, maritime et ferroviaire, le bâtiment, le matériel médical, la construction civile, l'aérospatial ainsi que dans le sport et loisirs [3,4].

Les fibres végétales semblent être un renfort idéal, à tel point qu'elles ont été introduites dans tous les types des polymères : thermodurcissables (les polyesters insaturés, les résines époxydes, et les résines phénoliques), ou thermoplastiques (PMMA, PS, PE, PP et le PVC) [5-6].

Les ressources végétales produites par le sol Algérien apporte une alternative forte intéressante aux problèmes environnementaux et à l'épuisement probable, des ressources fossiles. Le grignon d'olive l'une de ces ressources naturelles, est un sous-produit des rejets des différentes huileries. Chaque année, des milliers de tonnes de ce produit sont incinérés ou carrément rejetés dans la nature en provoquant des désagréments majeurs pour l'environnement. C'est l'abondance de ce déchet qui a motivé le choix de la farine de grignon d'olive comme une charge dans la fabrication des matériaux composites à matrice polymère. [8-9]

Dans ce contexte où le développement durable apparaît comme une priorité majeure et pour participer à résoudre les problèmes liés à la gestion de déchets plastiques, notre étude est

consacrée à l'élaboration d'un polymère à base de poly méthacrylate de méthyle comme une matrice renforcée par la fibre de grignons d'olives

Notre travail est constitué de quatre chapitres. Le premier chapitre nous avons parlé des polymères en général.

Le deuxième chapitre est consacré aux généralités sur les matériaux composites et des fibres lignocellulosiques.

Dans le troisième chapitre nous présenterons les matériaux utilisés et les protocoles expérimentaux d'élaboration.

Le dernier chapitre qui est consacré à la présentation des résultats expérimentant, et une discussion sur les phénomènes observés.

# **CHAPITRE I : Généralités sur les polymères**

## I-GENERALITES SUR LES POLYMERES

### I.1-Introduction

Ces dernières années les polymères sont devenus indispensables dans notre vie pratique, ils sont imposés dans tous les domaines de nos activités.

Le développement industriel actuel qui s'accompagne d'une augmentation très importante de la production des polymères doit aussi s'adapter aux besoins de la technologie moderne en termes de qualité et de respect de l'environnement.

Les premières pièces fabriquées en plastique sont à la base de cellulose et de caséine au milieu du XIXe siècle. Au milieu des années 1920, une importante découverte a contribué au développement des matières plastiques avec l'invention de la première résine synthétique, Baekeland posa la première pierre dans le domaine de la production en grande série de pièces en matière thermodurcissable.

En 1926 un développement remarquable sur les thermoplastiques, grâce à les travaux du chimiste Allemand Staudinger. Celui qui y a dit, que les matières plastiques sont formées de longues chaînes moléculaires, appelées macromolécules. Ce concept constitue encore aujourd'hui la base scientifique de l'étude systématique des matières plastiques.

En 1950 une nouvelle impulsion importante est donnée le développement des matières plastiques avec la conversion d'une matière première [10]

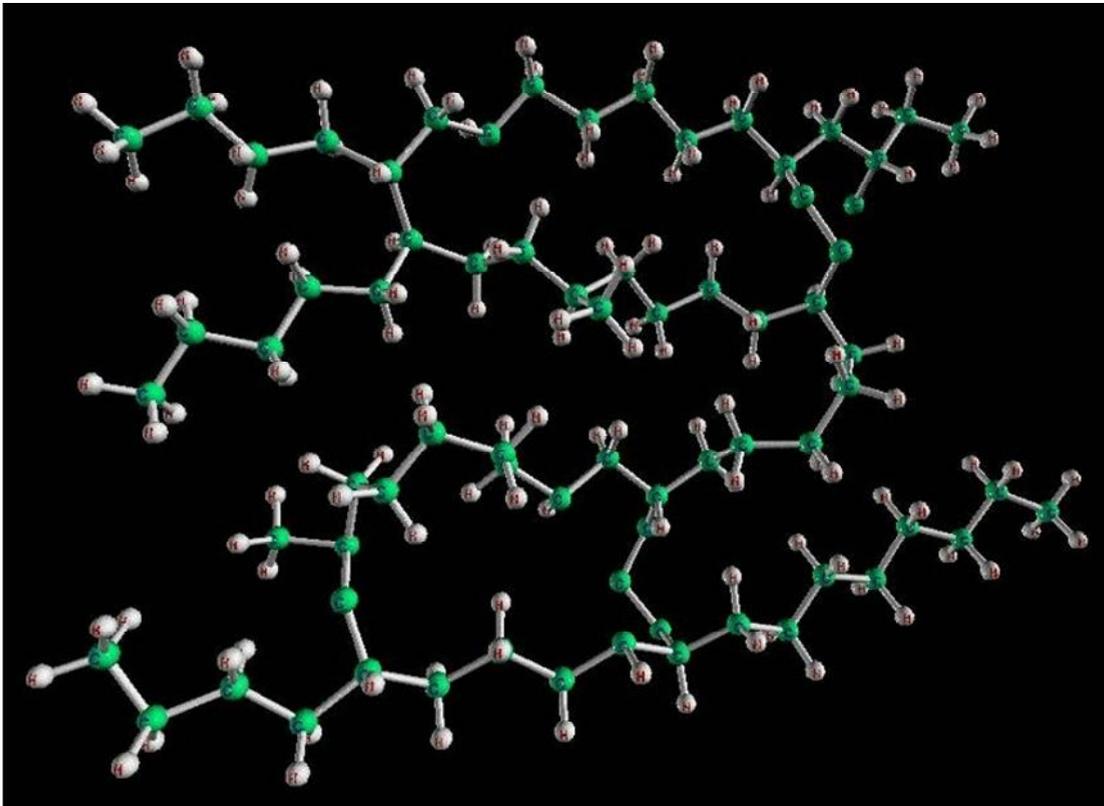
### I.2-Définition

Un polymère est une grande molécule, organique, constituée d'unités fondamentales appelées monomères ou un motif monomère, tous reliés entre eux par des liaisons dites « covalentes ». Il peut être naturel ou obtenu par une modification chimique d'un polymère naturel, mais il peut aussi être entièrement synthétisé par voie chimique par une réaction dite de « polymérisation ». Ils peuvent être linéaires, ramifiés ou réticulés. Le plus souvent, ils sont amorphes, parfois ils peuvent être partiellement cristallisés. [11]

Un polymère peut être schématisé par l'enchaînement covalent suivant,  
Dénommé chaîne macromoléculaire



Figure I.1 : Schématisation d'un polymère



**Figure I.2** : Exemple d'un polymère [12]

### I.3-Composition des polymères

La grande majorité des polymères sont formés à partir de neuf éléments chimiques principaux qui sont : L'hydrogène, azote, oxygène, fluor, silicium, phosphore, soufre et le chlore.

Le tableau suivant indique la masse atomique et le symbole de chaque ces éléments

Eléments	Masse atomique	Symbole
Hydrogène	1	H
Carbone	12	C
Azote	14	N
Oxygène	16	O
Fluor	19	F
Silicium	28	SI
Phosphore	31	P
Soufre	32	S
Chlore	35.5	CL

**Tableau I. 1** : éléments des polymères [13]

## I.4- Les grands types de polymères

On peut classer les polymères selon des composés macromoléculaires qui peuvent être proposées, selon qu'on choisit l'origine, le type d'architecture, la structure chimique des motifs ou le type de polymérisation, comme base de la classification.

### I.4.1- Classification selon l'origine

Les polymères classés selon l'origine peuvent être :

- des polymères naturels : ce sont des composés organiques formant la matière vivante, comme les protéines, les acides nucléiques, la cellulose.
- des polymères obtenus par les modifications chimiques d'un polymère naturel, comme le méthyl cellulose.
- des polymères synthétiques : ce sont les élastomères, les fibres, les adhésifs [14].

### I.4.2- Classification selon l'architecture

On peut classer les polymères selon l'architecture en quatre types :

- **Polymères linéaires** : On dit qu'un polymère est linéaire lorsque les unités monomères sont toujours placées les unes à la suite des autres, quelle que soit la conformation envisagée [16].

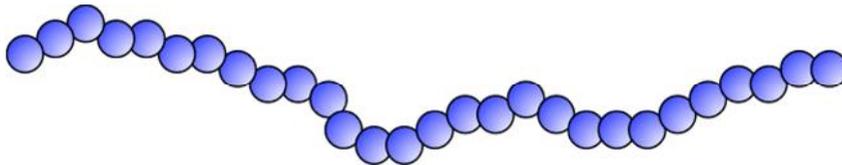


Figure I.3 : polymère linéaire

- **Polymère ramifié** : on dit qu'un polymère est ramifié lorsque les macromolécules peuvent présenter des points de ramification. Les chaînes issues de ces points de ramification peuvent aussi être ramifiées.

Les différentes structures dépendent de la chimie de polymérisation mise en jeu et/ou du mode de synthèse. [16]

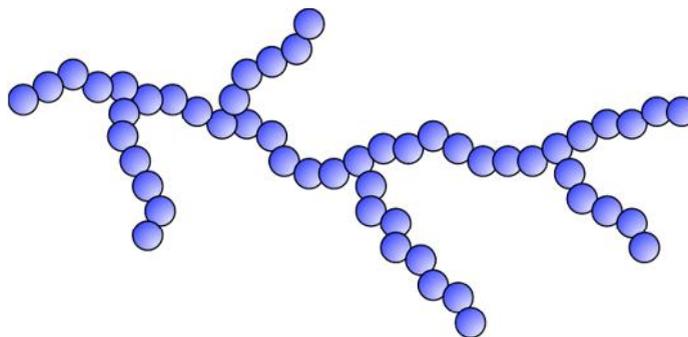


Figure I.4 : polymère ramifié

### I .4. 3 - Classification selon la structure chimique

La structure chimique des motifs permet une classification des composés macromoléculaires en homopolymères et copolymères.

- **homopolymères** : sont des polymères ayant un seul monomère utilisé.

- **Copolymères** : sont des polymères constitués de deux ou plus de monomères utilisés, on peut trouver copolymères statique, greffe, alterné et bloc [17].

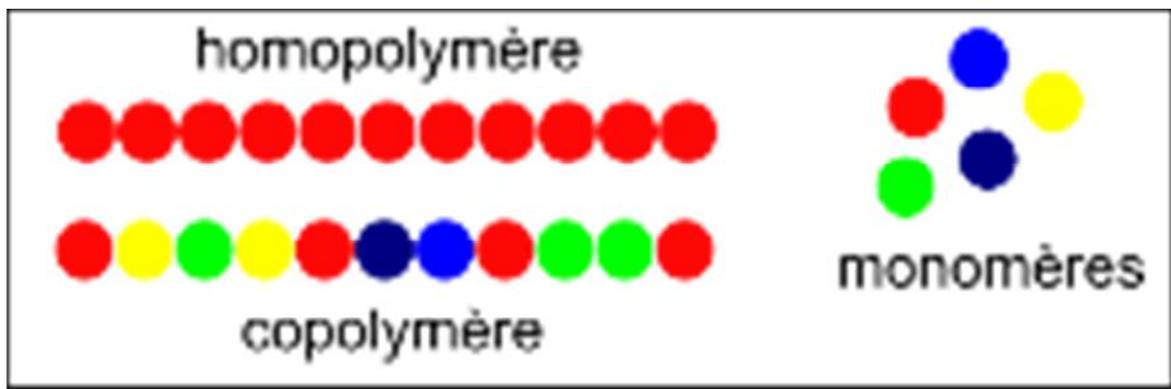


Figure I.5 : Différence entre homopolymère et copolymère [17]

### I .4. 4-Classification selon le comportement physique

-**amorphe** : A l'état amorphe les atomes sont placés de est façon plus irrégulière dans lesquels on ne peut construire aucun réseau à distance. Sa structure inaccessible par les rayons X ou par la diffraction électronique, il est plus difficile à étudier.

Les matériaux amorphes comprennent en dehors des verres de nombreux polymères de poids moléculaire élevé, quelques composés inorganiques et un petit nombre d'éléments chimiques. [18]

-**cristallin** : L'état cristallin est caractérisé par l'existence d'un ordre à distance. Les chaînes ayant adopté une conformation régulière en zigzag plan ou en hélice, s'empaquent de façon ordonnée et compacte. On connaît une grande diversité de formes cristallines mais la plus répandue est la lamelle.

Les polymères cristallisent lorsqu'ils ont une structure régulière. Comme il réside souvent des irrégularités (des ramifications par exemple), le polymère ne cristallise que partiellement [19].

-**Semi cristallin** : Les matières semi-cristallines ont une structure moléculaire hautement ordonnée, avec des points de fusion très précis. Elles ne ramollissent pas à mesure que la température augmente, mais restent dures jusqu'à ce qu'une certaine quantité de chaleur soit absorbée, puis se transforment rapidement en un liquide à basse viscosité. Elles ont une excellente résistance chimique. Les semi-cristallines renforcées ont des propriétés hautes-températures bien meilleures, et conservent des niveaux de résistance et de rigidité [20].

#### I .4. 5- Classification selon le comportement thermique

Sur échelle de comportement thermique on trouve trois types des polymères qui sont :

- Les thermoplastiques.
- Les thermodurcissables.
- Les élastomères.

##### -Polymères Thermoplastiques :

On entend par thermoplastique, des polymères amorphes ou semi-cristallins, constitués de macromolécules linéaires ou faiblement ramifiées. Les thermoplastiques se ramollissent sous l'effet de la chaleur et deviennent souples, malléables et durcissent à nouveau quand on les refroidit, ils sont facilement recyclables. Leurs polymères de base sont constitués par des macromolécules linéaires reliées par des liaisons faibles qui peuvent être rompues ces liaisons sous l'effet de la chaleur ou de fortes contraintes, elles peuvent alors glisser les unes par rapport aux autres pour prendre une forme différente [21].

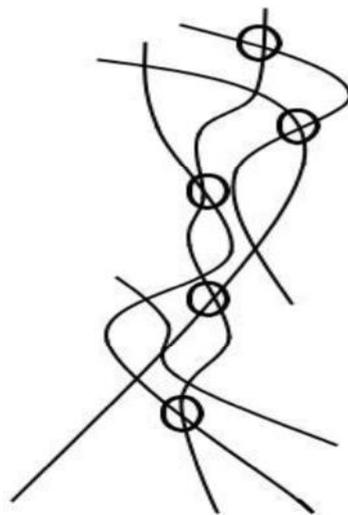


Figure I .6 : Thermoplastique

##### -Polymères Thermodurcissables

Les thermodurcissables sont des plastiques qui prennent une forme définitive au premier refroidissement. La réversibilité de forme est impossible car ils ne se ramollissent plus une fois qu'ils sont moulés. Sous de fortes températures, ils se dégradent et brûlent.

Les molécules de ces polymères sont organisées en de longues chaînes dans lesquelles un grand nombre de liaisons chimiques solides et tridimensionnelles ne peuvent pas être rompues et se renforcent quand le plastique est chauffé.

La matière thermodurcissable garde toujours sa forme en raison de ces liaisons croisées et des pontages très résistants qui empêchent tout glissement entre les chaînes. [22]

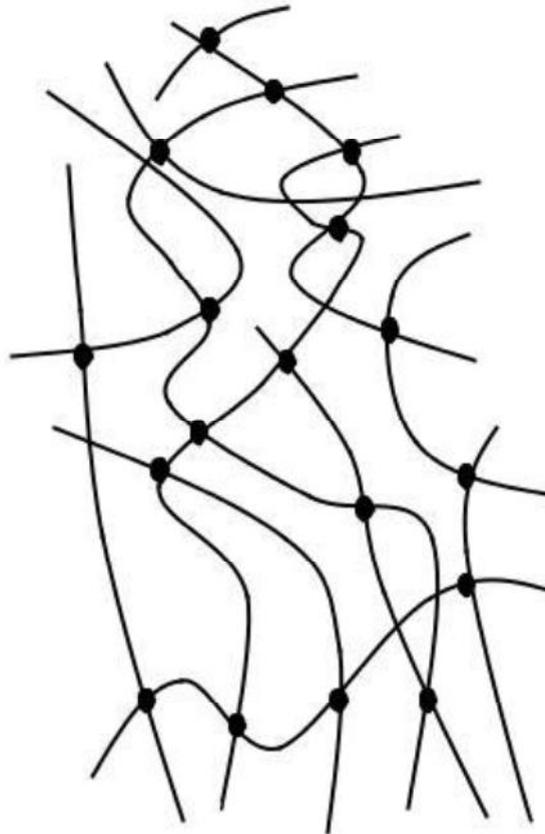
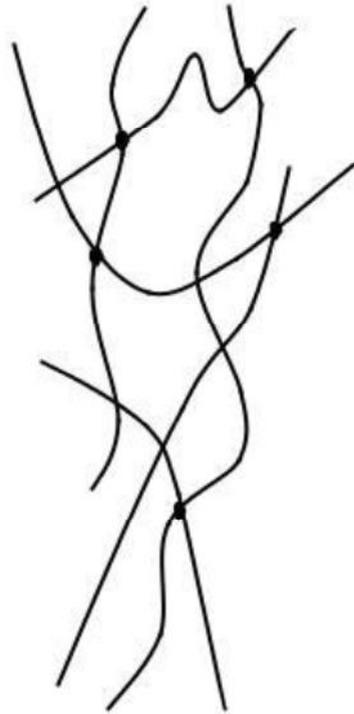


Figure I.7 : thermodurcissable

### -Elastomères

Un élastomère est un matériau amorphe, au repos il est constitué de longues chaînes moléculaires repliées sur elles-mêmes. Les molécules peuvent glisser les unes par rapport aux autres et se déformer sous l'effet de contrainte

Les élastomères sont employés dans la fabrication des coussins, de certains isolants, des semelles de chaussures ou des pneus [22].



**Figure I .8 :** Elastomères

### **I .5- DOMAINE D'UTILISATION OU APPLICATION**

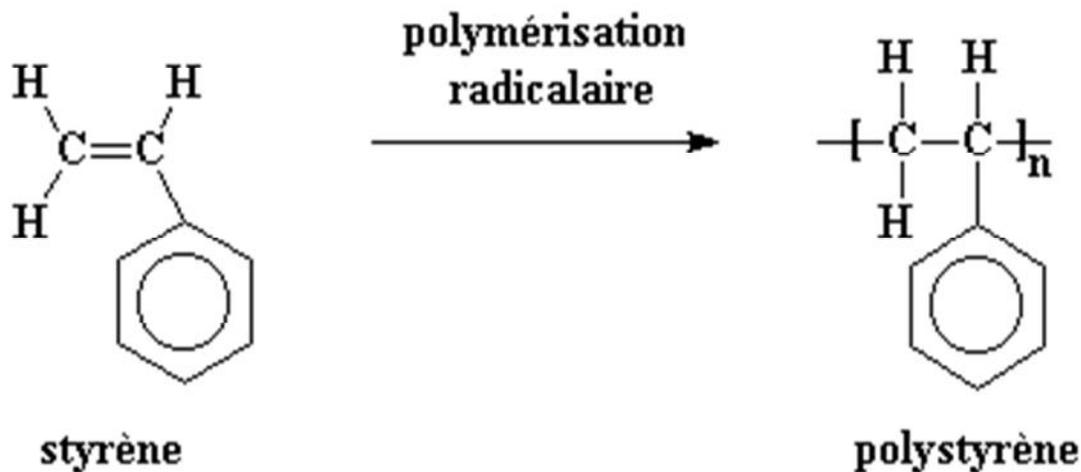
Les polymères sont de nature très diverses et chacun d'eux est destiné à un usage particulier correspondant à des propriétés spécifiques. Certains polymères ont été vulgarisés dans leur utilisation : C'est le cas du polychlorure de vinyle (PVC), du polyéthylène (PE), du polypropylène (PP), du poly méthacrylate de méthyle acrylate (PMMA)... D'autres moins importants par la quantité sont des substances de spécialité dont l'industrie fait usage pour résoudre des problèmes particuliers. Ce sont des polymères techniques.

### **I .6- POLYMERISATION**

La polymérisation c'est une réaction entre les monomères pour former un produit final appelé polymère. [23]

Cette polymérisation des monomères ne conduit pas forcément à un seul produit, grâce à la masse molaire d'un polymère et de la valeur de « n » qui n'est pas connue. [24]

Lorsque ce degré de polymérisation (DP) est inférieur à 30, on parle d'oligomère et s'il est supérieur à 30, on parle d'un polymère. [25]



**Figure I.9 :** Polymérisation radicalaire d'un styrene

### I.6. 1- DEGRE DE POLYMERISATION (Dfn)

On appelle degré de polymérisation le nombre moyen de motifs par chaîne, il est caractérisé par la masse molaire du polymère  $M$  et la masse molaire du monomère  $M_o$ , alors on peut calculer le degré de polymérisation par la relation suivant [24] :

$$Dfn = \frac{M}{M_o}$$

Dfn : degré de polymérisation.

$M$  : masse molaire du polymère.

$M_o$  : masse molaire du monomère.

### I.7- POLYMÉTHACRYLATE DE MÉTHYLE (PMMA)

Le PMMA a été produit pour la première fois en 1933, par la société Röhm and Haas. Les plus grandes marques de PMMA sont Altuglas, Plexiglas et Daïkon.

Le PMMA est un polymère thermoplastique transparent, obtenu par la polymérisation du monomère méthacrylate de méthyle, il est soluble dans un certain nombre de solvants. Sa transparence, son aspect visuel et sa résistance aux rayures font que le PMMA peut être considéré comme une alternative légère au verre. Il est parfois appelé verre acrylique.

Le livré sous différentes formes : plaques coulées, joncs, disques, bâtons, poudres et granulés à mouler par injection et extrusion, poudres pour peintures et vernis, émulsions, sirops, demi-produits extrudés. Sa formule chimique est  $:(C O H ) n$ .

Il peut remplacer le polycarbonate (PC) dans des applications qui nécessitent davantage de transparence, de résistance aux UV et ou de résistance aux rayures. [26]

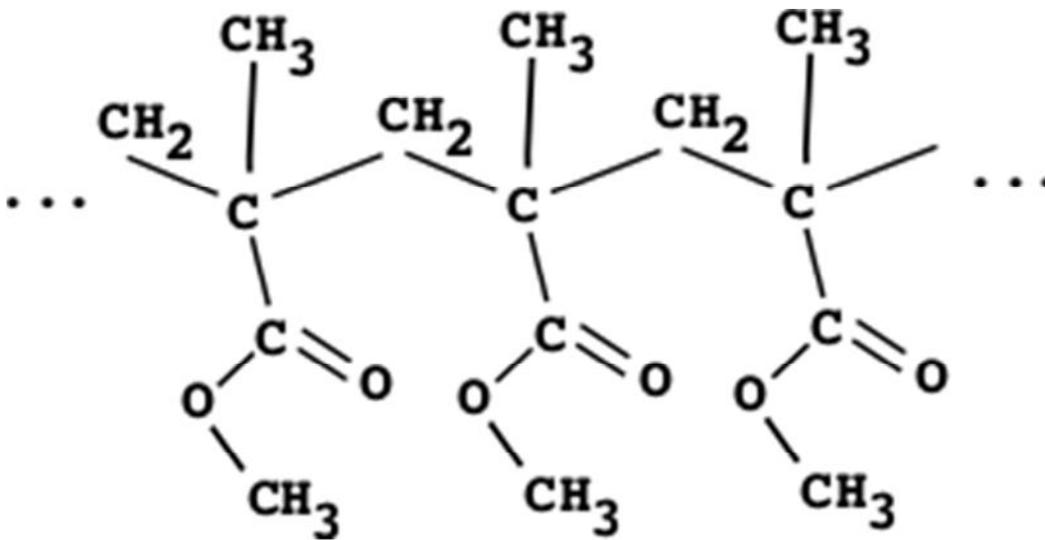


Figure I.10 : La structure du PMMA



Figure I.11 : Plaque de PMMA

### I.8- LES PROPRIETES MECANIQUES DE PMMA

Le PMMA est polymère qui a des bonnes propriétés mécanique avec un module de traction de 3300 MPA et une déformation à la rupture de 5.5%. [27]

Propriétés mécanique	Valeur	Unité	Norme de test
Module en traction	3300	MPA	ISO 527-1/2
Contrainte à la rupture	77	MPA	ISO 527-1/2
Déformation à la rupture	5.5	%	ISO 527-1/2
Module de fluage en traction, 1h	2800	MPA	ISO 899-1
Module de fluage en traction, 1000h	2200	MPA	ISO 899-1
Résistance au choc Charpy, +23	20	KJ/m <sup>2</sup>	ISO 179/1Eu

**Tableau I.2 :** Propriétés mécanique de PMMA

## I.9- LES DIFFERENTS PROCEDES D'ELABORATION DE PMMA

### I.9.1- Injection

C'est le procédé le plus employé, mais il demande quelques précautions particulières : une bonne régulation thermique des zones de chauffage, des précautions pour éviter les phénomènes d'électricité statique, une grande propreté des locaux et des équipements et une matière à mouler parfaitement sèche. Les pressions peuvent atteindre 1500 bars. Le risque de dégradation par dépolymérisation est grand avec départ du monomère allergène.

On évitera les surchauffes et les temps à hautes températures trop longs, on utilise 180°C pour les résines molles, et de 210 à 240°C pour les poudres et granulés.

### I.9.2-Extrusion

Extrusion des poudres se fait à températures entre 160 à 220°C. Le refroidissement de l'objet extrudé en PMMA est assuré par de l'air froid et non par de l'eau, pour éviter tout choc thermique à la matière.

### I.9.3-Thermoformage

Thermoformage des plaques coulées s'effectue dans des étuves à air chaud, à rayonnement infrarouge ou sous vide pour les plaques extrudées.

Le thermoformage s'effectue à températures entre 130 à 160°C

### I.9. 4-Usinage

Ce procédé est particulièrement aisé, puisque les machines habituelles de mécanique et de travail du bois sont utilisables. Il convient d'éviter un échauffement de la matière en cours d'usinage par une lubrification et un refroidissement localisé à l'aide d'eau pure.

### I.9. 5- Dissolution par voie de solvants organiques

Ce procédé consiste en la dissolution des granulés de PMMA dans un bain de solvant permettant l'obtention d'un solide cristallisé à la fin du processus d'évaporation du solvant.

### I.10 -DICHLOROMETHANE (DCM)

Le dichlorométhane or chlorure de méthylène (DCM) : C'est un liquide fortement volatil, sa formule chimique ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ). Il est utilisé principalement comme un solvant pour les composés organiques. Il est classé comme nocif.

Il est utilisé pour le décapage des métaux, le décapage des bois, le dégraissage des métaux comme solvant de solubilisation en domaine de fabrication, comme fluide frigorigène, ou dans la formulation de peinture et adhésifs... Il est utilisé en bain dans des cuves de décapage. Dans les ateliers de décapage de bois et métaux. [28]

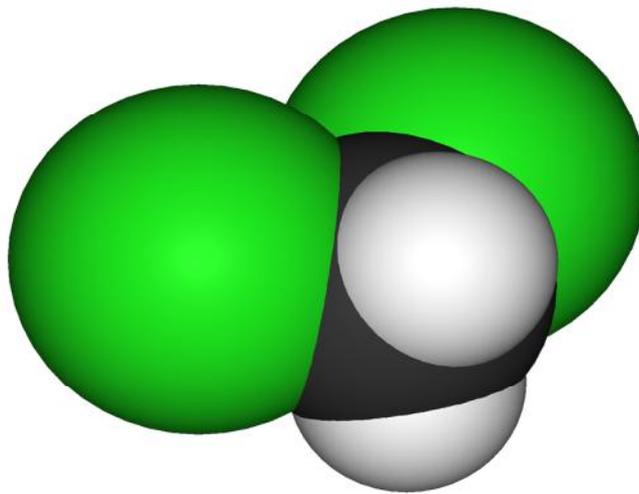


Figure I.12 : Structure du dichlorométhane en 3D

## I.10. Fiche technique du dichlorométhane

Substance		
Formule Chimique	Détails	
CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	Nom	Dichlorométhane
	Numéro CAS	75-09-2
	Numéro CE	200-838-9
	Numéro index	602-004-00-3
	Synonyme	Chlorure de méthylène
Propriété physique		
	N° CAS	75-09-2
	Etat Physique	Liquide
	Masse molaire	84,93
	Point d'ébullition	39,8 °C
	Densité	1,325
	Densité gaz / vapeur	2,93
	Pression de vapeur	19,6 kPa à 0 °C 46,5 kPa à 20°C 68,1 kPa à 30°C
	Viscosité	0,43 MPA.s à 20 °C
	Température d'auto inflammation	556 à 662 °C
	Limites d'explosivité ou d'inflammabilité (en volume % dans l'air)	limite inférieure : 13 % limite supérieure : 23 à 25 %
	Coefficient de partage noctanol / eau (log Pow)	1,25

Tableau I.3 : fiche technique du dichlorométhane

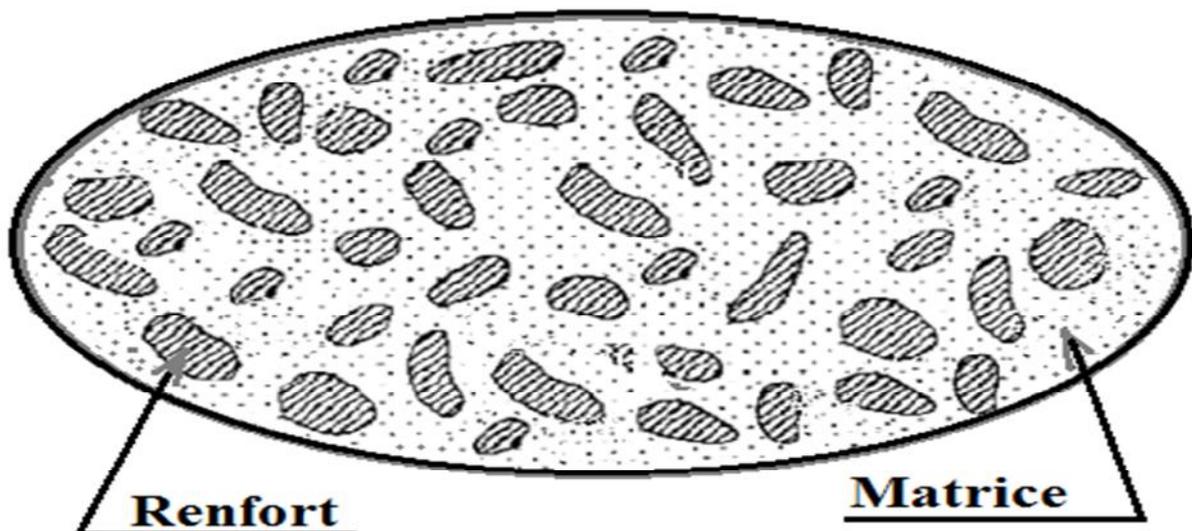
## Chapitre II : Matériaux composites

## II.1.INTRODUCTION

Un matériau composite peut être défini d'une manière générale comme l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux, l'assemblage final ayant des propriétés supérieures aux propriétés de chacun des matériaux constitutifs. On appelle maintenant de façon courante "matériaux composites" des arrangements de fibres, les renforts qui sont noyés dans une matrice dont la résistance mécanique est beaucoup plus faible. La matrice assure la cohésion et l'orientation des fibres, elle permet également de transmettre les sollicitations auxquelles sont soumises les pièces à structure composite. [30]

## II.2. DEFINITION

Un matériau composite peut être défini comme l'assemblage de plusieurs matériaux de natures différentes. Les composites sont le plus souvent constitués d'une matrice dans laquelle nous dispersons de façon contrôlée ou non des renforts (fibres). La matrice maintient les renforts et assure les transferts de charge, tandis que les renforts apportent principalement leurs caractéristiques mécaniques élevées (modules et limites d'élasticité, résistance mécanique...) [31].



**Figure II.1** : Schéma de matériau composite [31]

### II.3.COMPOSITION D'UN MATERIAU COMPOSITE

Le matériau composite est constitué d'une matrice enrobant une charge, chacun des deux constituants jouant un rôle particulier dans la tenue mécanique du matériau.

La matrice reçoit toutes les sollicitations. Celle-ci a la fonction de répartir les efforts dans tout le matériau et de protéger le renfort. La charge confère à la matrice des propriétés qu'elle ne possède pas seule.

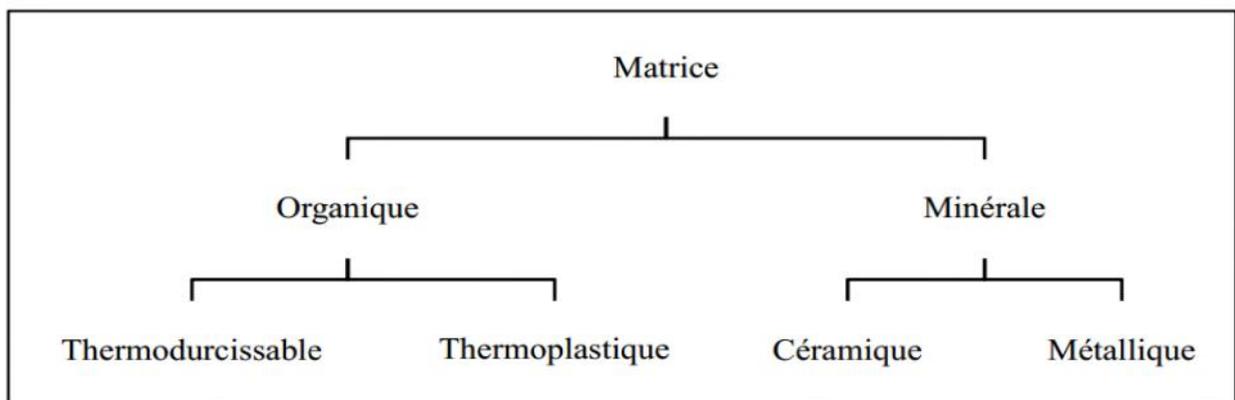
Ainsi différentes notations entrent en jeu. Les propriétés du matériau composite dépendront de la nature, de la texture et de la forme du renfort, de sa quantité introduite, de la qualité de l'interface matrice / renfort et enfin du procédé de mise en œuvre.

On peut donc imaginer une infinité de combinaisons matrice / charge qui permettrait d'obtenir des matériaux et du procédé de mise en œuvre [32]

#### II.3.1 Matrice

Dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère. Les résines polymères existent en grand nombre et chacune a un domaine particulier d'utilisation. Les matrices ont essentiellement pour rôle de transférer les contraintes apportées sur le matériau aux fibres, de les protéger contre les agressions extérieures et donnent la forme du matériau. Elles doivent être en outre assez déformables et présenter une certaine compatibilité avec le renfort pour pouvoir apporter aux matériaux composites des propriétés mécaniques assez élevées. [33]

La classification des types de matrices couramment rencontrées est donnée sur la figure II.2

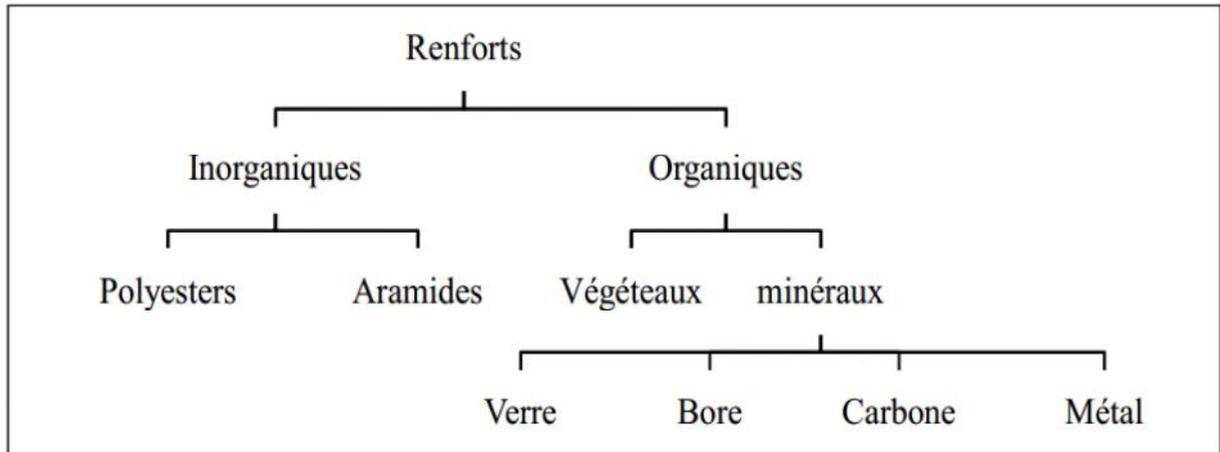


**Figure II.2** : type de Matrice [33]

### II.3.2. Renfort

La charge permet d'améliorer les propriétés physique-chimique des matériaux (par exemple, la résistance aux acides et base pour le stockage de produit chimique). Mais aussi la propreté mécanique (résistance à la compression ou à la flexion).Elle permet aussi de faciliter la mise en œuvre et de réduire le cout de fabrication d'un matériau. [32]

La classification des types de renforts couramment rencontrés est indiquée sur la figure II.3



**Figure II.3** : Type de renforts [33]

#### II.3.2.1 Les différents types de renforts

Différentes natures de charge peuvent être utilisées. On distingue trois grandes familles :

- Les charges minérales telles que le carbonate de calcium, le sulfate de calcium, qui sont souvent utilisées comme additif permettant de diminuer le cout de revient du matériau. Elles permettent aussi de modifier certaines propriétés mécaniques.
- Les charges métalliques qui permettent de conférer au matériau des propriétés électrique, ou d'améliore leur comportement thermique.
- Les charges organiques (souvent des polymères) sont la plupart du temps utilisées pour améliorer les propriétés mécaniques et faciliter la mise en œuvre du matériau.

Les différentes familles de renforts peuvent être décomposées et classées suivant leur type :

- les charges particulières : qui se divisent en deux sous familles.

-Les charges renforçant leur est action bénéfique sur les propriétés de la matrice.

\_ Les charges inertes qui n'ont pas d'effet sur propriétés mais qui permettent de diminuer le prix de revient du mélange.

- les charges fibreuses : les fibres de renforcement des matériaux composites proviennent de deux origines :

\_ Les fibres minérales : fibre de verre de carbone, céramiques

\_ Les fibres organiques.

Les qualités importantes recherchées lors de l'introduction de fibres dans une matrice sont en premier lieu une matrice avec module de Young élevé, une résistance à la rupture élevée et tous deux reliés à la légèreté du matériau. [32]

#### **II.4. ADHESION FIBRE-MATRICE**

Les phénomènes d'adhésion aux interfaces fibre-matrice jouent un rôle essentiel sur les propriétés des matériaux composites. De telles interfaces sont le siège de phénomènes physico-chimiques complexes dus aux interactions moléculaires entre deux matériaux de nature et de propriétés différentes, pouvant conduire à la formation de véritables interphases aux propriétés intrinsèques. Ces interfaces et interphases doivent être en mesure de supporter toutes les contraintes mécaniques, résiduelles ou externes, et de les transmettre de la matrice à la fibre pour que les matériaux composites présentent les propriétés mécaniques à l'usage requises [34].

#### **II.5. INFLUENCE DE LA MORPHOLOGIE DES FIBRES**

La morphologie des fibres inclut aussi d'autres paramètres que la longueur des fibres, comme leur diamètre, l'épaisseur des cellules et le diamètre des lumens. Ces paramètres varient tous à divers niveaux, en fonction de la nature des fibres. Les fibres de bois sont caractérisées par un rapport L/D élevé, mais sont souvent réduites en farine pour en faire des composites bois/polymère. La réduction de la taille des fibres en farine favorise l'écoulement du mélange bois/polymère et augmente du même coup le retrait au moulage. Les traitements de surface des fibres réduisent considérablement le rapport (L/D), mais augmentent considérablement l'adhésion et les propriétés mécaniques [35].

## II.6. LES RENFORTS FIBREUX NATURELS

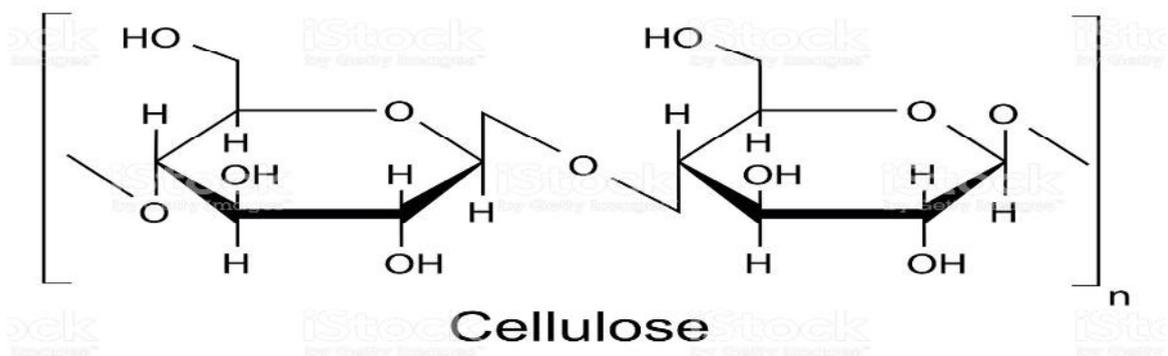
Les fibres naturelles sont des structures biologiques principalement composées de cellulose, hémicelluloses et lignine. Elles contiennent aussi des extractibles, des protéines et certains composés inorganiques en faibles proportions [36]. Les fibres végétales trouvent beaucoup d'applications dans le domaine du textile (habillement, ameublement). Vu leurs propriétés mécaniques spécifiques et leur caractère renouvelable, elles commencent à trouver des débouchés dans d'autres secteurs d'activité industrielle (emballage, automobile).

### ❖ La cellulose

La cellulose c'est un des polymères naturels composés de sucres. Leur fonction principale dans la nature est la structuration des plantes du bois ou encore de squelette animal et le stockage d'énergie

Chaque année la nature produit environ mille milliards de tonnes de polysaccharides (par exemple de l'amidon dans les pommes de terre ou le maïs, de la cellulose via le bois et le coton. Les polysaccharides existent donc à l'état naturel et représentent une ressource quasi inépuisable. Ce polymère naturel a été utilisé depuis très longtemps notamment pour la fabrication de papier, fibres textiles, matières plastique...

En d'autres termes la cellulose est un polymère formé d'une long chaîne de molécules de glucose chaque chaine linéaire élémentaire contient 200 molécules monomères (glucose) [37].



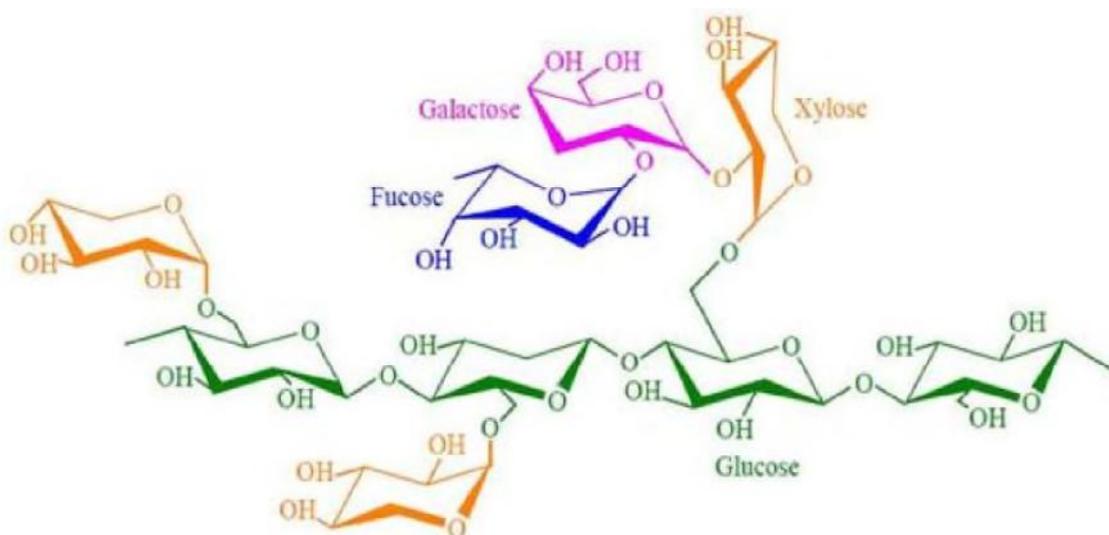
**Figure II.4 :** Structure de cellulose [37]

Espèces végétales	Teneur es cellulose (%)
Grignon d'olive	35 – 50
Coton	95 – 99
Lin	70 – 75
Maïs	17 – 20
Jute	64.5
Sisal	65.8
Bois	45

**Tableau II.1.** Le teneur en cellulose de quelques espèces végétales [38]

#### ❖ Les hémicelluloses

Ce sont également des polysaccharides, mais ramifiés et contenant des unités saccharidiques de structures moléculaires diverses. Les hémicelluloses sont, par définition, des polysaccharides solubles dans l'eau et pouvant être extraits de la paroi des cellules végétales par des solutions alcalines. Ce sont des polysaccharides amorphes, 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. Dans leur état naturel, elles ont un degré de polymérisation compris entre 200 et 300 et leur structure dépend de l'espèce végétale, la structure de l'hémicellulose est représentée sur la figure I.4 [39]



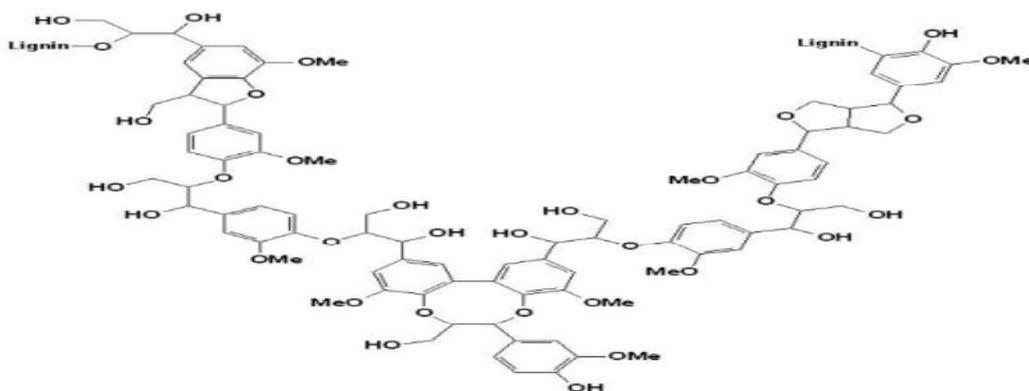
**Figure II.5 :** Structure moléculaire de l'hémicellulose

### ❖ La lignine

La lignine ou les lignines sont des polymères tridimensionnels provenant de la Polymérisation radicalaire de trois alcools phénylpropénoïques (l'alcool coumarylique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique), dont la structure dépend également de l'espèce végétale [40]. On ne peut pas de ce fait leur attribuer une structure moléculaire définie. Elles sont composées de constituants aliphatiques et aromatiques (figure II.6).

La lignine contribue à la résistance mécanique des parois cellulaires et soutient la cohésion des fibres dans la partie boisée. En considérant la fibre 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. La lignine est responsable de la rigidité et de la dureté des bois et des plantes. Elle est 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 végétaux contre certaines attaques parasitaires

La structure moléculaire de la lignine est représentée sur la figure II.6

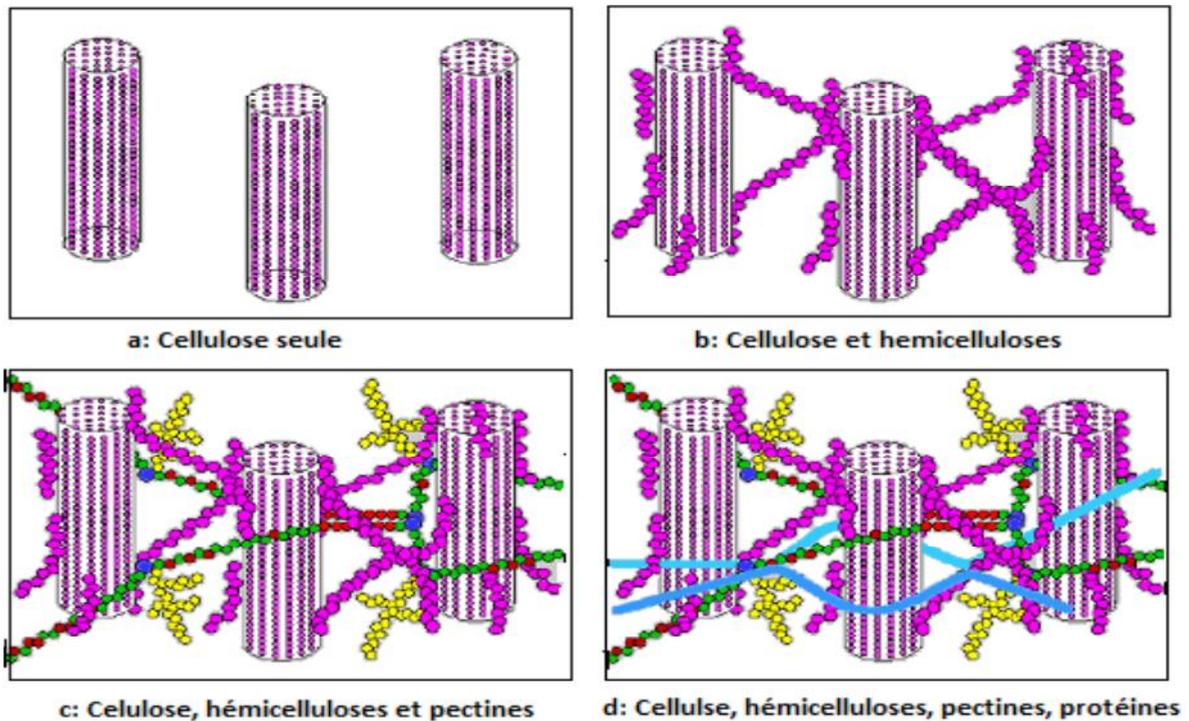


**Figure II.6 :** structure de la lignine [12]

## II.7. PROPRIETES USUELLES DES FIBRES

A l'échelle microscopique, l'architecture des fibres est complexe. Selon Sedan, elles sont constituées par des fibrilles, elles-mêmes formées par des chaînes de cellulose (figure II.6) [41]. Les chaînes de cellulose s'associent entre elles de façon parallèle par des liaisons hydrogène pour former des micro- fibrilles dont la section (de l'ordre de quelques nm) est variable selon les espèces végétales [42]. L'enchaînement des unités constitutives de la cellulose induit une rigidité des chaînes qui, alliée à la grande régularité des enchaînements et au développement des liaisons hydrogènes inter et intra moléculaires, est particulièrement

favorable à une cristallinité élevée. La formation de zones cristallines très cohésives est responsable de l'essentiel des propriétés physiques et chimiques de ce matériau.

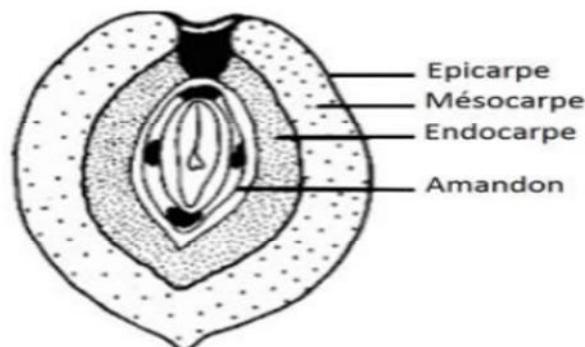


**Figure II.7 :** Exemple de représentation schématique de l'agencement des différents composants des fibres de chanvre à l'échelle micrométrique [42].

## II.8. GRIGNON D'OLIVE

### II.8.1. Définition

Ce sous-produit résulte de l'extraction de l'huile d'olives. Il renferme la plus grande partie de la matière sèche de l'olive. Sa composition dépend de sa variété, du sol et du climat. Le contenu d'olives composé du noyau (17.3-23%) d'Amandon (2%-5.5%) d'épicarpe (2%-2.5) et de pulpe (71.5%-80.5%) figure II.9 [45].



**Figure II.8 :** section transversale d'une olive [43]

## II.8.2. Oléiculture mondiale

L'extraction de l'huile représente l'une des plus importantes activités agricole de la région méditerranéenne. A cet effet la production mondiale a été estimée entre 98% - 99%, voire 2,7 million de tonne / an d'huile d'olive. L'Italie, l'Espagne, la Grèce, le Portugal représente 75% de la production mondiale d'huile d'olive dont 6.8 millions de tonne/an sont attribués aux grignons d'olive. La production d'huile d'olive génère des sous-produits (eaux résiduaires, grignon d'olive...) qui sont néfastes pour l'environnement. [44]

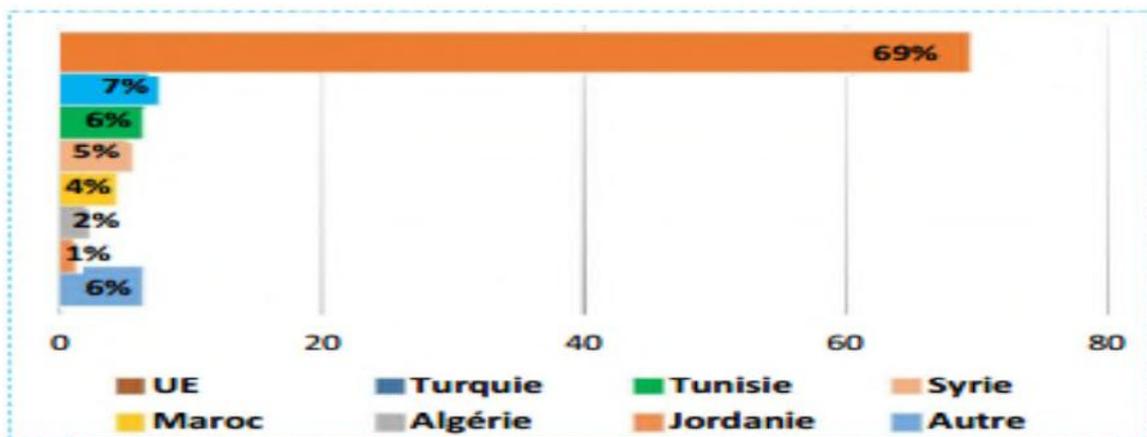


Figure II.9 : Répartition géographique de la production des olives dans le monde [44]

## II.8.3. Oléiculture en Algérie :

L'oléiculture est la première richesse arboricole, elle estimée à environ 20 millions et occupent une superficie de l'ordre de 239350 hectares.

Elle se répartie principalement dans trois régions : le centre, l'est et l'ouest, la région du centre vient en tête de série avec la présence de 1048 hectares représentant aussi 74% du parc de transformation national (figure 9) (COI, 2015)

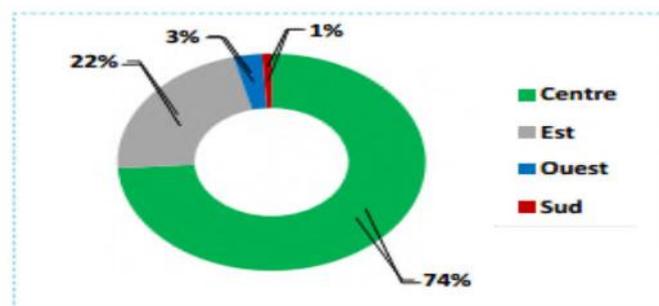
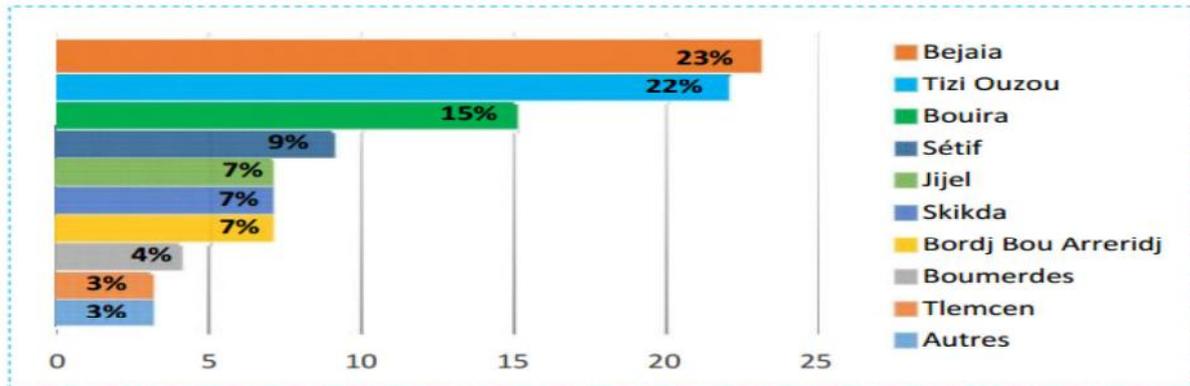


Figure I.10 : Répartition des huileries algériennes par zone [Source : Observatoire à partir des données de l'ONFAA].

L'Algérie fait partie des pays méditerranéens dont le climat est un des plus propices à la culture de l'olive, la figure I.8 nous montre la production d'huile d'olive en Algérie.



**Figure I.11.** Répartition géographique de la production des olives destinés à la fabrication de l'huile en Algérie (moyenne 2009-2015) [Source : Observatoire à partir des données DSASI]

## II.9. DIFFERENTES TYPES DE GRIGNON

- a) **Le grignon brut** : C'est le résidu de la première extraction de l'huile par pression de l'olive entière. Ses teneurs relativement élevée en eau (24%) et en huile (9%) favorisent son altération rapide lorsqu'il est à l'air libre.
- b) **Le grignon épuisé** : C'est le résidu obtenu après déshuilage du grignon brut par solvant. L'hexane généralement.
- c) **Le grignon partiellement dénoyauté** : Il résulte de la séparation partielle des débris de noyau de pulpe par tamisage ou ventilation
  - Il est dit " gras " si son huile n'est pas extraite par solvant
  - Il est dit " dégraisse ou épuisé " si on huile est extraite par solvant [46]

## II.10. CARACTERISTIQUES PHYSIQUES DE GRIGNON :

Les grignons bruts renferment la coque du noyau, réduite en morceaux, la peau et la pulpe broyée de l'olive, environ 25% d'eau et encore une certaine quantité d'huile qui favorisent leur altération rapide

Les grignons épuisés diffèrent essentiellement par une plus faible teneur en huile et une teneur en eau réduite du fait qu'ils ont été déshydratés au cours du processus de l'extraction.

Les grignons épuisés partiellement dénoyautés sont constitués essentiellement par la pulpe (mésocarpe) et contiennent encore une petite proportion de coques qui ne peuvent être séparées complètement par les procédés de tamisage ou de ventilation utilisés. [46]

### II.11. COMPOSITION CHIMIQUE DE GRIGNON

Contrairement aux autres tourteaux oléagineux les grignons bruts sont pauvres en matières azotées et riches en cellulose brute. Ils restent relativement riches en matières grasses. L'épuisement par les solvants diminue la teneur en matières grasses et augmente relativement les autres teneurs. Le dénoyautage partiel par tamisage ou ventilation réduit les teneurs en cellulose brute. (Tableau II.2).

Les pulpes, du fait de la séparation totale du noyau avant pression, ont la valeur la plus faible en cellulose brute. [47]

Type	Matière Sèche	% de la Matière Sèche			
		Matières minérales	Mat. Az. Totales	Cellulose brute	Matières Grasses
Grignon brut	75–80	3–5	5–10	35–50	8–15
Gr. gras part. dénoyauté	80–95	6–7	9–12	20–30	15–30
Grignon épuisé	85–90	7–10	8–10	35–40	4–6
Gr. épuisé part. 0dénoyauté	85–90	6–8	9–14	15–35	4–6
Pulpe grasse	35–40	5–8	9–13	16–25	26–33

**Tableau II.2** : Composition chimique indicative des différents types de grignons : [47]

Bien que l'utilisation de grignons d'olives soit multiples au regard de leur composition chimique, ils constituent néanmoins de sérieux problèmes pour l'environnement à travers leurs contenus nocifs en poly phénols qui sont des composés difficilement biodégradables.

Toutefois, de par leur caractère ligne-cellulosique [48], les grignons d'olive sous forme de farine pourraient trouver application comme charge dans les bio composites [49].

Cependant, les mélanges polymères-charges cellulosiques conduit souvent à des matériaux 0composites fragiles et très peu performants en raison du manque de compatibilité entre les deux composants [49].

En effet, la nature hydrophile des charges ligne-cellulosiques et le caractère hydrophobe de la matrice polymère sont responsables de cette "incompatibilité". D'où la nécessité de modifier les contraintes inter faciales pour les rendre favorables et par voie de conséquence, améliorer leur morphologie et leurs propriétés.

## II.12. CONCLUSION

Le présent chapitre met l'accent sur la ressource lignocellulosique employée comme charge ou renfort dans un matériau composite à base de matrice polymère. Cette ressource végétale constitue une ressource renouvelable, naturellement biodégradable, et dispose de nombreuses qualités techniques élevées. La biomasse végétale est constituée de plusieurs macromolécules étroitement liées entre elles au sein de la paroi végétale. Au sein de sa paroi, quatre composés majoritaires se distinguent : la cellulose, les hémicelluloses, les pectines et la lignine. L'incorporation de fibres végétales à base de cellulose (grignon d'olive, coton, lin, chanvre, coco, bois...) dans des matériaux thermoplastiques ou thermodurcissables en remplacement des fibres de verre est un concept déjà industrialisé et commercialisé. On trouve ces composites dans des objets aussi variés que des pièces d'habillage intérieures d'automobiles, des coques de bateau, des meubles, des pièces de capotage, des bardages, etc. Cependant, les propriétés mécaniques des matériaux composites à charges végétales sont très sensibles à différents paramètres notamment : la nature et la quantité des constituants, leur morphologie, le taux de fibres, ainsi que leur orientation et leur état de dispersion dans la matrice, en plus de l'humidité et de la température.



# **Chapitre III : Techniques et procédures expérimentales**

## Chapitre III : techniques et procédures expérimentales

### I. Introduction :

Chaque matériaux est définit par ces caractérisations, qui sont définit elles même par le billet de leurs propriétés mécaniques, thermiques optiques et leurs domaine d'utilisation.

L'utilisation des pièces ou des structures polymères et composites est désormais assez fréquente et répondue dans de nombreuses applications industrielles tel que l'aéronautique, l'automobile, l'électroménager, flaconnage...etc. [52].

Afin d'affecter et de destiner ces dernières a une application donnée ou a un milieu d'utilisation il est primordiale d'apprendre et de connaitre leurs propriétés et caractéristiques mécaniques, thermiques, optiques, pour pouvoir assurer la tenue que leur utilisation impose.

Les démarches de nos travaux consistent d'une part à élaborer un composite partiellement biodégradable constitué d'une matrice thermoplastique qui est le poly méthacrylate de méthyle (PMMA) et d'une charge végétale qui est la farine de grignons d'olives.

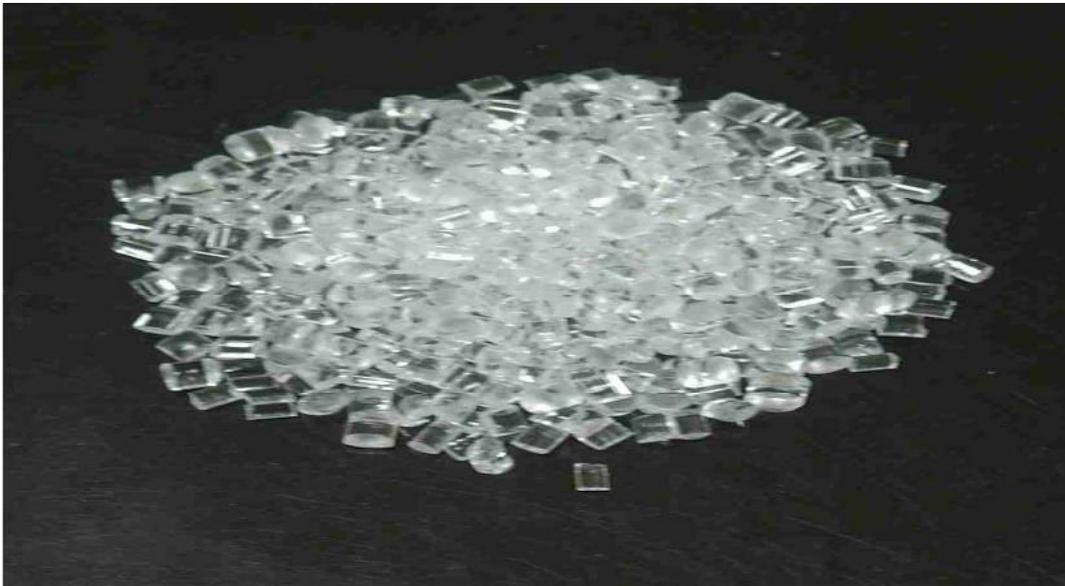
D'autre part nous avons les caractérisations mécaniques traduites par des essais de compression et de micro-dureté, caractérisation thermique ATG-DSC et plusieurs séries d'analyse telle que la caractérisation de poudre de farine de grignons d'olives (poids et granulométrie).

Le présent chapitre illustre les différentes étapes et manipulations entreprissent au cours de la réalisation de notre travail.

### II. les matériaux utilisés

Afin d'entamer nos travaux, des matériaux utilisés sont :

- **poly méthacrylate de méthyle (PMMA)** : c'est un polymère thermoplastique généralement transparent, utilisé pour la première fois en 1933 par la société Röhm and Haas, très léger avec une masse volumique de  $1.19 \text{ g. cm}^{-3}$   
le PMMA il est également résistant aux rayons UV et à la corrosion, il est disponible sur le marché en plusieurs formes, dans notre cas nous avons opté pour son utilisation sous forme de granulé.



**Figure III.1 :** PMMA sous forme de granulés

- **La farine du grignon d'olive :** le grignon d'olive est le sous-produit résultant de l'extraction de l'huile d'olives. Une culture très répandue dans notre région de Kabylie.

Dans notre travail nous nous sommes intéressés à la farine de grignon obtenue par prétraitement de ces résidus bruts.

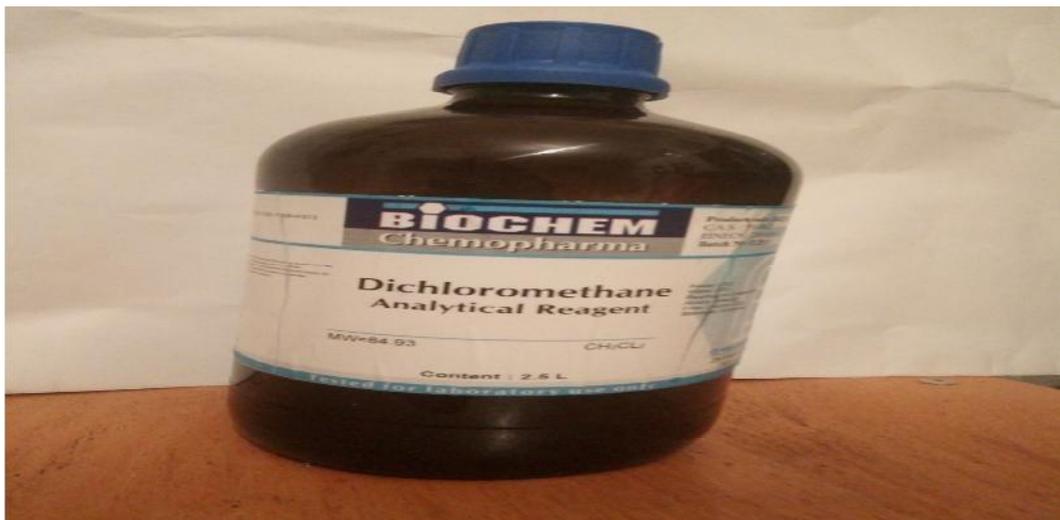


**Figure III.2 :** grignons d'olive à l'état brut



**Figure III. 3** : Farine de grignon d'olive obtenue après prétraitement

- **Dichlorométhane (DCM)** : après plusieurs expériences et on se référant a la littérature, concernant un solvant adéquat pour le PMMA, notre choix s'est porté sur le dichlorométhane qui se présente sous la forme d'un liquide incolore, fortement volatil, il est moins toxique que les autres méthanes chlorés, sa formule chimique  $CH_2Cl_2$ , et sa densité est  $d=1.3$  et une masse molaire  $M=84.93g/mol$  [53].



**Figure III.4** : dichlorométhane

### III. déroulement de travail :

Afin de réaliser notre travail nous avons suivi les étapes suivantes :

#### III.1. approvisionnement en matières premières et équipements nécessaires :

Afin d'entamer nos travaux nous avons eu besoin des matières suivantes :

- **Le poly méthacrylate de méthyle (PMMA) :**  
Sous forme de granulés utiliser dans notre composite comme étant une matrice
- **Le dichlorométhane (DCM) :**  
Ayant le rôle du solvant des granulés de PMMA
- **Les grignons d'olives :**  
Dans notre travail le grignon d'olive représente la charge végétale additionnée à la matrice du composite (PMMA)
- **Receptiens pour la préparation des échantillons :**  
Pour atteindre notre premier objectif qui consistait en l'élaboration de différents échantillons (PMMA/grignon) nous avons eu besoin de receptiens en verre, d'une part pour le bain de dissolution de la matrice (PMMA) et d'une autre part pour le moulage des composite.

#### III.2. élaboration des échantillons :

L'objectif principale de notre travail est de réaliser un composite à matrice de PMMA renforcé par des charges de farine de grignons d'olives à différents pourcentage en masse.

En premier lieu nous avons réalisé une plaque de PMMA vierge qui avait pour rôle être une référence.

En second lieu nous avons mis en forme différents échantillons contenant la même matrice qui est le PMMA à différents pourcentages en masse de farine de grignons d'olive.

##### III.2.1. élaboration de plaque de PMMA vierge :

Le procédé que nous avons suivi pour réaliser ces plaques de PMMA est la dissolution par voie de solvant organique qui est décrit comme suit :

Comme première étape nous avons préparé un récipient en verre dans lequel le PMMA sous forme de granulé était versé à une quantité de 60 gramme suivis de solvant (dichlorométhane) à 8% en volume, le récipient bien fermé et le contenue dépourvue de tout contact avec l'air afin d'empêcher l'évaporation du solvant qui est extrêmement volatil.

Après 24h, les granulés de PMMA se sont dissout et ont pris la forme d'un liquide visqueux (état de fusion), après la dissolution du PMMA nous avons procédé a un moulage dans un récipient en verre de forme rectangulaire, ce qui décrit la seconde étape.

La dernière étape d'élaboration de plaque de PMMA vierge par voie de dissolution consistait à démouler la plaque après avoir laissé suffisamment de temps(48h) pour l'évaporation du solvant et la cristallisation de la matières en passant de l'état liquide visqueux a l'état solide dense.

### III.2.2. élaboration des composites à matrice PMMA renforcés par différents pourcentage en farine de grignons d'olive :

Comme renfort à notre matrice notre choix s'est porté sur la farine de grignon d'olive pour des raisons économiques, écologiques et technique.

#### III.2.2.1.préparation et obtention de la farine de grignon d'olive :

Dans notre travail nous ne nous somme pas intéressés au grignon brut mais plutôt à la farine du grignon d'olive, pour ce faire nous avons suivi les étapes suivantes pour son obtention :

- **Lavage :**  
Afin d'évacuer les huiles contenue dans le grignon d'olive, nous avons procédé a un lavage avec de l'eau chaude.
- **Séchage :**  
de l'opération de lavage nous somme passer à l'étape de séchage qui consistait à étaler le grignon d'olive, en un premier temps, sur une surface propre et l'exposer au rayon de soleil puis transporter et laisser sécher dans une enceinte d'étuvage pendant 24h sous une température de 105 C°.
- **broyage :**  
Afin d'obtenir une farine contenant plus au moins une des particules fines, le grignons est transporté de l'enceinte d'étuvage et versé dans un broyeur a boulet.
- **tamissage :**  
Cette opération a pour but filtré les particules composant la farine de grignon d'olive et connaitre sa granulométrie (tailles des grains et quantités).



Figure III.5 : étapes d'obtention de farine de grignon d'olive.

### III.2.2.2. réalisation des composites PMMA/ différents pourcentage en farine de grignon d'olive :

Après avoir obtenue la farine de grignon, les éléments constituant notre composite était tous réunis. Afin de mettre en forme les composites contenant les différentes quantités de farine nous avons passé par les étapes suivantes :

#### A. Posologie et préparation des constituants (matrice/charger) :

A l'aide d'une balance électronique, nous avons préparé différentes quantités de PMMA et de farine de grignon selon la composition des différents composites à réaliser suivant le tableau suivant :

<b>Compositions</b> <b>Composites</b>	<b>PMMA</b>	<b>Farine de grignon d'olive</b>
Composite (A)	60 g	1%=0.6 g
Composite (B)	60 g	2%=1.2 g
Composite (C)	60 g	4%=2.4 g
Composite (D)	60 g	6%=3.6 g

**Tableau III.1** : Composition et posologies des différents composites réalisés



**Figure III.6** : balance électronique

### **B. dissolution de la matrice PMMA et moulage des composites :**

Afin de réaliser nos mélanges PMMA/farine de grignon d'olive, le premier pas entrepris était la dissolution de la matrice en suivant le même mode opératoire précédemment décrit.

Pour cette étape nous avons préparé un récipient pour chaque matrice de chaque composite ainsi dire 4 récipients en verre dans lesquels on a versé 60g de granulés de PMMA, suivie du solvant utilisé (dichlorométhane) à 8% en volume. Les récipients fermés afin d'empêcher l'évaporation du solvant pendant 24h.

Une fois la matrice dissoute (état de fusion) nous avons procédé à la deuxième étape qui consistait à mouler les composites, dans cette étape nous avons versé le PMMA à l'état liquide dans des récipients de forme rectangulaire suivis des proportions de charge de farine de grignon d'olive respectivement 1%, 2%, 4%, 6% (distribution aléatoire) et laissé sécher à l'ambiante.

### **C. récupération des plaques des différents composites :**

À la fin du processus d'évaporation du solvant, nos mélanges se sont cristallisés et changés de forme, d'un état liquide visqueux à un état solide dense.

A partir de là, nous avons procédé à un démoulage qui consistait à extraire les plaques solides de leurs récipients, de ce fait nous avons obtenu 4 composites (A), (B), (C) et (D) à matrice de PMMA contenant respectivement 1%, 2%, 4%, 6% en farine de grignon d'olive.

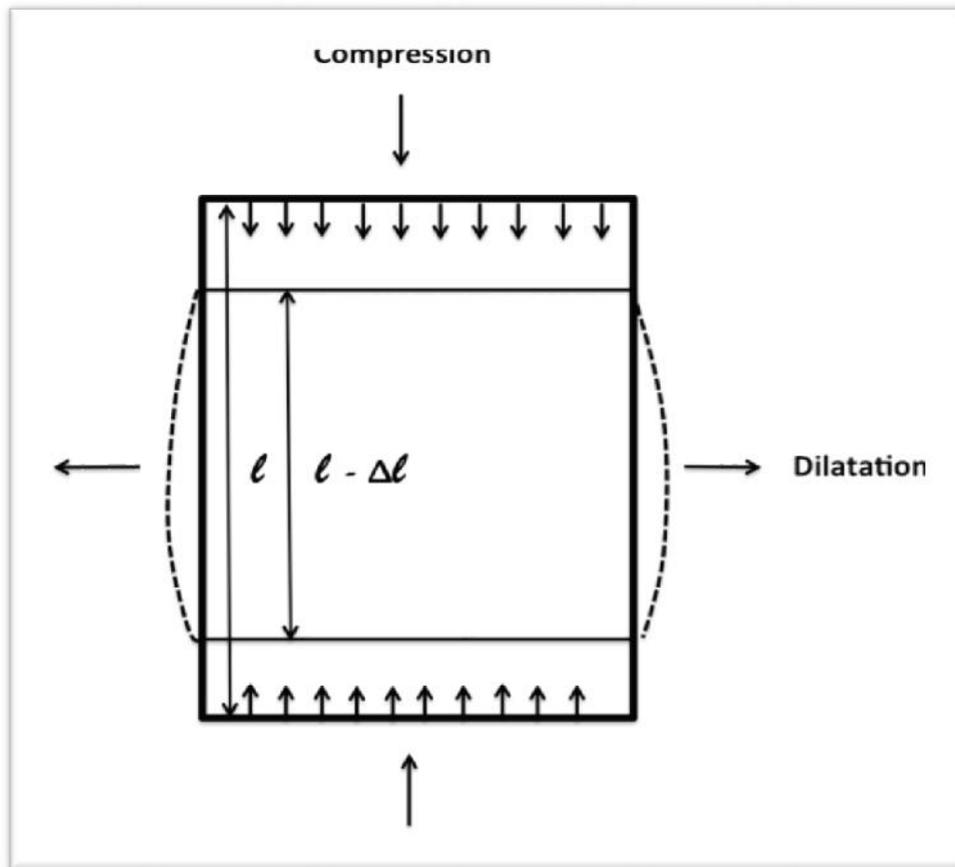
## **IV. CARACTERISATION MECANIQUE :**

### **IV.1. essai de compression uni-axiale :**

#### **IV.1.1. Définition :**

La compression en mécanique est une application de forces équilibrées vers l'intérieur à différents points sur un matériau ou une structure, ces forces sont la somme nette ou couple dirigé de manière à réduire sa taille dans une ou plusieurs directions, C'est le contraire de la traction, qui est l'application de forces équilibrées vers l'extérieur.[54]

Cet essai sert à déterminer les principales caractéristiques mécaniques usuelles telles que le module d'élasticité, la contrainte au seuil d'écoulement, la contrainte au plateau de plasticité, la contrainte et l'allongement à la rupture.



**Figure III 7 :** Contrainte en compression associée à une dilatation

#### IV.1.2.Principe :

Cet essai consiste à appliquer un effort de compression à une éprouvette reposant sur une surface indéformable. Cette sollicitation provoque un écrasement de l'éprouvette.

On mesure simultanément les contraintes et déformations à cour de l'essai :

- La contrainte de rupture
- La contrainte au seuil d'écoulement
- La déformation à la rupture
- La déformation au seuil d'écoulement

Pour obtenir des résultats comparatifs en compression il est nécessaire d'employer des éprouvettes de forme, de dimensions et de mode d'obtention identiques, et de les soumettre à essais dans des conditions bien définies de traitement préalable, de température, d'humidité et de vitesse de mise en charge.

#### IV.1.3.Appareillage :

La machine d'essai est du type à vitesse de compression constante, elle est constituée de :

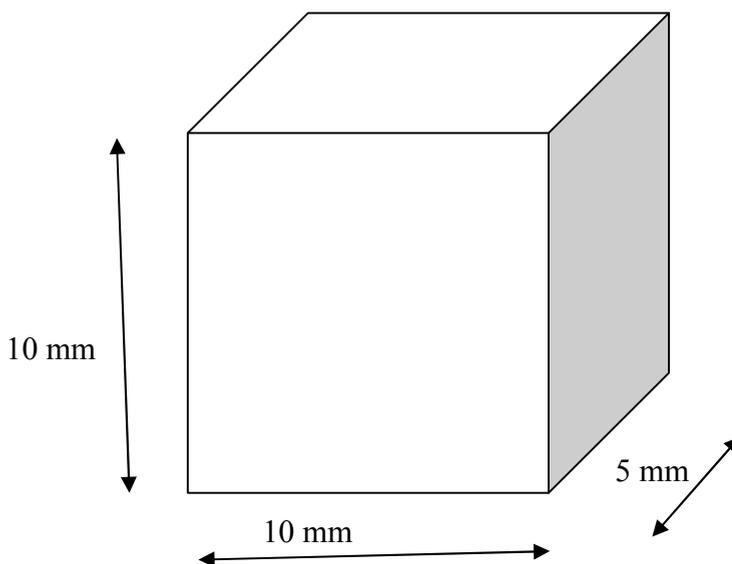
- un plateau fixe
- un plateau mobile
- un mécanisme d'entraînement de mouvement uniforme en vitesse contrôlée
- un indicateur d'effort.
- Indicateur de déformation

#### IV.1.4.épreuves de compression :

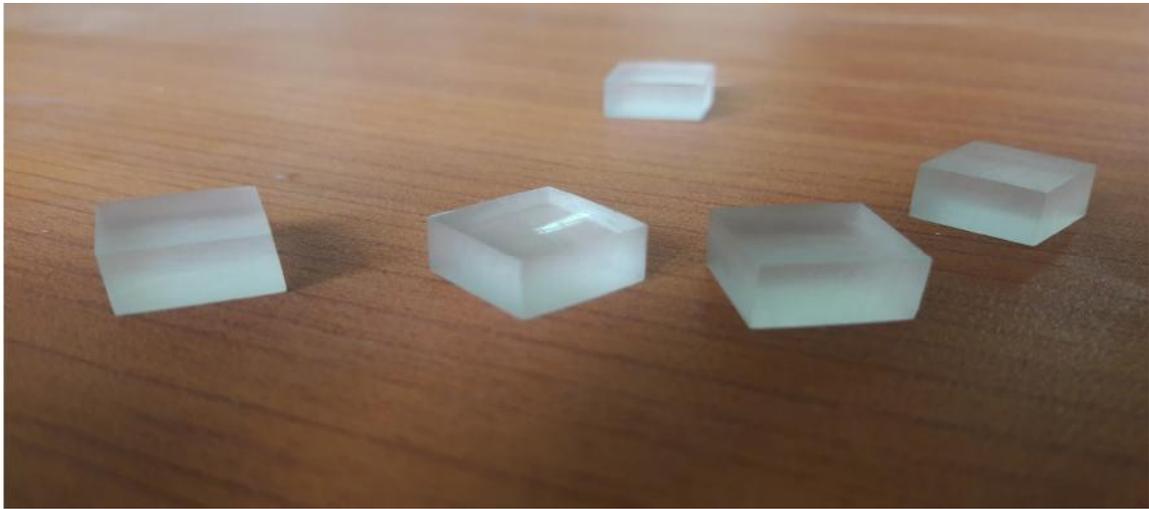
Les éprouvettes des polymères sont généralement obtenue par découpe laser ou usinage d'un prélèvement d'un produit obtenue par différents mode d'élaboration, extrusion, moulage, injection...etc.

La section des éprouvettes peut être circulaire, carrée, rectangulaire, annulaire, ou dans des cas particuliers d'une autre forme, dans notre travail les éprouvettes que nous avons prélevés ont une forme prismatique tel représentées dans la figure....

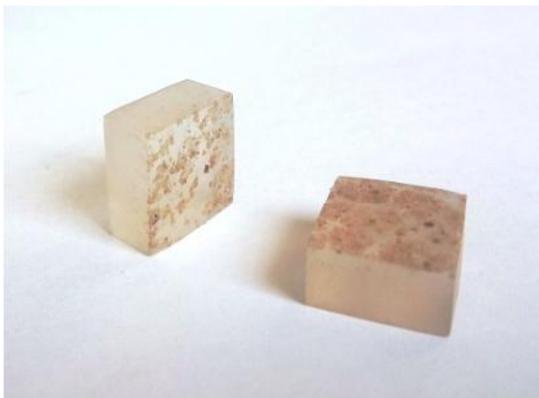
Afin de mettre en évidence le rôle d'ajout de la charge végétale (farine de grignon d'olive), nous avons effectué des essais sur des éprouvettes prélevées des plaques de différents composite (A), (B), (C), (D) et de l'échantillon référence PMMA vierge quand nommera (R).



**Figure III.8 :** Dimensions d'éprouvettes de compression utilisées



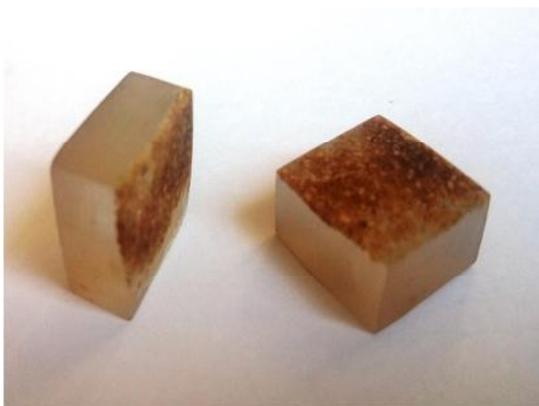
**Figure III.9 : Eprouvettes pour compression PMMA vierge (R)**



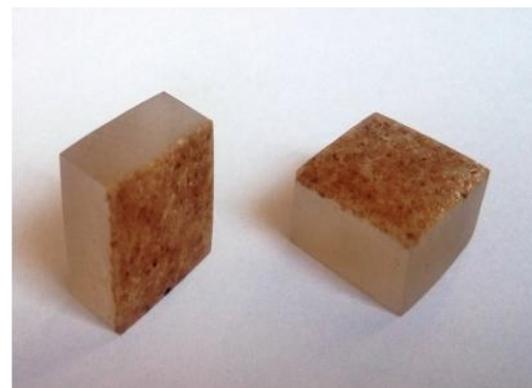
**Figure III.10 : éprouvette composite(A)**



**Figure III.11 : éprouvette composite(B)**



**Figure III.12 : éprouvette composite(C)**



**Figure III.13 : éprouvette composite(D)**

#### IV.1.5. Les conditions expérimentales de notre essai de compression :

Les essais de compression ont été effectués sur une machine de traction /compression de type **Ibertest** modèle UIB-100/W dont la capacité maximale de charge est de 100 kN. C'est cette capacité maximale de la machine qui a imposé les dimensions des éprouvettes de compression.

Elle permet d'effectuer des essais dans une gamme de vitesses de déplacement comprises entre 0.001 et 500 mm/min. Elle est reliée à un ordinateur autorisant le lancement des essais et l'acquisition des données par le logiciel d'interface de la machine appelé (TestXpert..).

Ce logiciel permet le pilotage d'essais à la vitesse de déformation imposée ou à vitesse de charge imposée ainsi que la programmation de cycles complexes.

C'est le mode de pilotage en vitesse de déformation nominale imposée qui a été utilisé pour nos essais pendant la phase de chargement.

La décharge a été pilotée en vitesse de force imposée. L'éprouvette est placée au centre du plateau inférieur de compression. Ce plateau reste fixe pendant l'essai. Le déplacement du plateau supérieur est contrôlé par le logiciel (TestXpert ...). C'est dans ce logiciel que l'on a défini au préalable les différentes étapes des essais et que l'on récupère aussi le déplacement de la traverse et l'effort associé avec une fréquence d'acquisition préprogrammée.

Les essais de compression sont réalisés dans les conditions suivantes :

(vitesse=0.05KN/s, Température ambiante)



Figure III.14 : Machine de compression

### Méthodes de dépouillement des résultats :

A partir de ces acquisitions, il nous est possible de tracer dans un premier temps la courbe force - déplacement.

Ensuite, nous cherchons à obtenir l'évolution de la contrainte  $\sigma$  en fonction de la déformation  $\varepsilon$ . Pour ce faire, nous savons la machine enregistre l'allongement  $\Delta L$  et la force  $F$  appliquée sur la surface de l'éprouvette, et on a les lois mathématiques suivantes :

$$\sigma = \frac{F}{S} \text{ (N/mm}^2\text{)} \dots\dots\dots (1)$$

Avec :

$\sigma$  : la contrainte (MPa)

$F$  : la force appliquée (N)

$S$  : la section ( $\text{mm}^2$ )

### Module de Young :

Le module de Young ou module d'élasticité (longitudinale) ou encore module de traction est la constante qui relie la contrainte de compression et la déformation pour un matériau élastique isotrope

Un matériau dont le module de Young est très élevé est dit rigide, les matières plastiques et organiques sont généralement peu rigides [57].

La relation qui relie la contrainte et la déformation c'est la loi de Hooke

$$\sigma = E \times \varepsilon \text{ (Loi de Hooke)} \dots\dots\dots (2)$$

Avec :

$E$  : Module de Young (MPa)

$\varepsilon$  : La déformation

D'après la loi de Hooke on peut calculer l'allongement

$$\sigma = E \times \varepsilon \quad \Rightarrow \quad E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (3)$$

Avec :

$$\sigma = \frac{f}{S} \quad \text{Et} \quad \varepsilon = \frac{l}{l}$$

Alors la relation (3) devient :

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} = \frac{\frac{f}{S}}{\frac{\Delta L}{l}}$$

## IV.2. Mesure de MICRODURETE VICKERS :

### Définition

La dureté d'un matériau c'est la résistance qu'oppose une surface de l'échantillon à la pénétration d'un poinçon, s'il résiste bien alors il est dit dur, sinon il est dit mou. La dureté se mesure sur différentes échelles selon le type de matériau considéré.

On utilise généralement des essais de rebondissement ou de pénétration pour caractériser la dureté des métaux, des matières plastiques et des élastomères. Ces essais ont l'avantage d'être plus simples à réaliser et de donner des résultats reproductibles. Il existe une grande variété d'essais de dureté possibles.

L'essai consiste à déterminer la résistance d'un matériau à une force de pénétration.

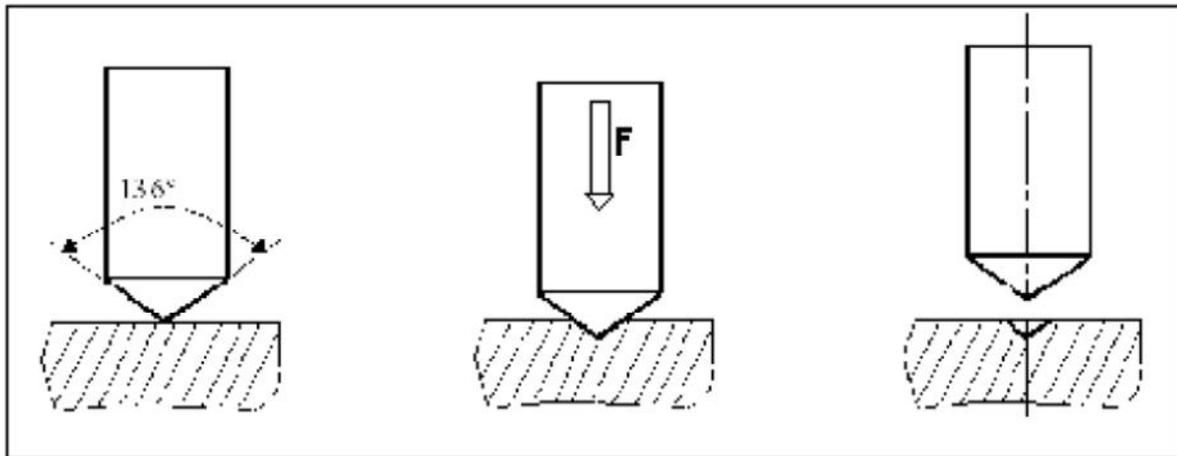
Le pénétrateur peut être de géométrie sphérique, conique ou pyramidale selon le type de dureté à mesurer (Brinell, Rockwell ou Vickers).

Comme notre université dispose que du microdurometre de marque ZWICK, nous avons procédé à l'essai de micro dureté Vickers.

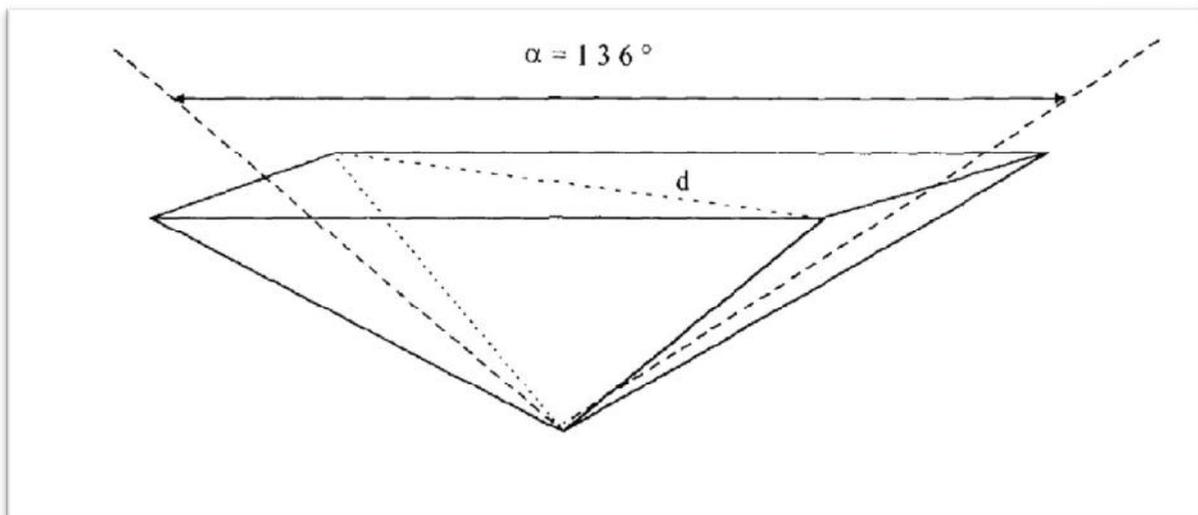
L'essai de la MICRODURETE VICKERS consiste à imprimer dans la pièce à essayer un pénétrateur en forme de pyramide droite, à base carrée, d'angle au sommet  $136^\circ$ , sous une charge  $F$ , et à mesurer la diagonale  $d$  de l'empreinte laissée sur la surface après enlèvement de la charge (**Figure III.16**). Nous avons utilisé le MICRODUROMETRE DE MARQUE ZWICK (**Figure III.15**) nous avons effectué plusieurs essais en ciblant les deux phases du composite, matrice qui est le PMMA et le renfort qui est la farine de grignon d'olive, un pénétrateur est appliqué sur la surface du matériau à tester avec une force de 0.5N pendant 20s.



**Figure III.15 :** MICRODUROMETRE de marque ZWICK



**Figure III.16 :** Principe de l'essai Vickers



**Figure III.17 :** Pénétrateur de l'essai VICKERS

La dureté Vickers est calculée à partir de la relation (4) :

$$HV = F / S \dots (4)$$

La surface de l'empreinte est donnée par la relation (5)

$$S = d^2 / (2 \cdot \sin \alpha/2) \dots (5)$$

$$HV = 0,189 F / d^2 \dots (6)$$

d : diagonale de l'empreinte en millimètres.

A : angle au sommet du pénétrateur : 136°.

F : charge d'essai en newtons, celle qu'on a appliquée est de 0.5N.

## V. CARACTERISATION THERMIQUE

### V.1. analyse Calorimétrie différentielle(DSC) et analyse thermogravimétrique(ATG) :

La calorimétrie à balayage différentiel est une technique servant à étudier les transitions thermique d'un matériau (fusion, transition vitreuse, cristallisation, ...)

Cette mesure consiste à déterminer la variation de flux thermique émis ou par un échantillon lorsqu'il est soumis à une programmation de température, sous atmosphère contrôlée.

Lors d'une chauffe ou d'un refroidissement, toute transformation intervenant dans un matériau est accompagnée d'un échange de chaleur [55].

En outre l'analyse thermogravimétrique consiste à mesurer la variation de masse d'un matériau en fonction du temps et de la température.

Cette technique est utilisée pour la détermination des caractéristiques des matériaux tels que la stabilité thermique, la cinétique des réactions chimiques, les températures de dégradation ou encore la volatilité.

### V.2. La température de transition vitreuse (T<sub>g</sub>) :

C'est le changement d'état du polymère ou du matériau composite polymérisé, sous l'action de la température, et entraînant des variations importantes de ses propriétés mécanique.

Il est caractérisée par une température de transition vitreuse (T<sub>g</sub> pour "glass temperature").

En dessous de cette température, le polymère est dit vitreux (état solide) et présente le comportement d'un corps solide élastique.

Au-dessus il présente un comportement de solide plastique (état viscoélastique), suite à l'affaiblissement de liaisons intermoléculaires.

Cette transition est réversible et s'observe essentiellement sur les polymères thermoplastiques et ce d'autant plus qu'ils sont peu cristallisés et peu réticulés. Elle s'observe également sur certains polymères thermodurcissables (par exemple résines époxydes), dont la densité de réticulation n'est pas trop élevée.

Ce changement d'état s'accompagne toujours d'une variation importante des propriétés physiques notamment des propriétés mécaniques.



**Figure III.18 :** Dispositif d'analyse DSC et ATG

## **VI. CARACTERISATION DE FARINE DE GRIGNON D'OLIVE**

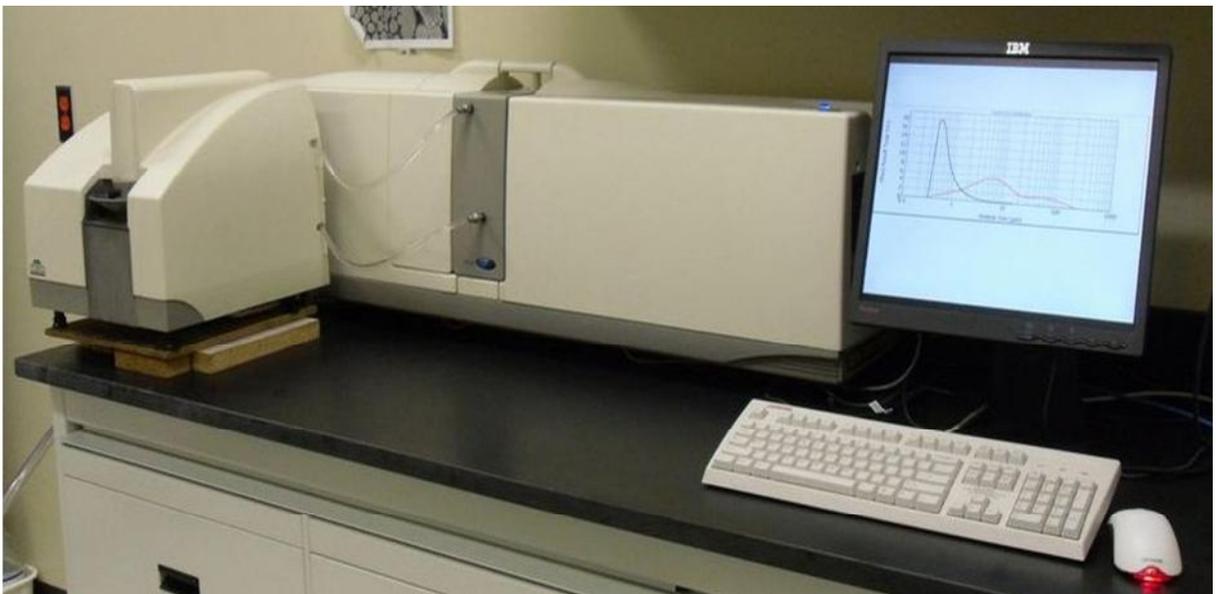
### **VI.1. granulometrie de la farine de grignon d'olive**

La granulométrie est l'étude de la distribution statistique des tailles d'une collection d'éléments finis de matière naturelle ou fractionnée. L'analyse granulométrique est l'ensemble des opérations permettant de déterminer la distribution des tailles des éléments composant la collection. La distribution granulométrique est la représentation sous forme de tables, de nombres ou de graphiques, des résultats expérimentaux de l'analyse granulométrique.

Dans notre travail nous avons utilisé le granulométrie laser qui est basé sur le principe de la diffraction de la lumière.

Les particules en suspension (dans l'eau ou dans un courant d'air) diffractent la lumière émise par un faisceau laser. La répartition spatiale de cette lumière, fonction de la taille des particules, est enregistrée par un ensemble de photodiodes. L'analyse de cette distribution

dans le plan focal permet de déterminer la proportion de chaque classe dimensionnelle. L'interprétation se fait au moyen de la théorie de Fraunhofer. Toutefois cette méthode est limitée d'une part par la longueur d'onde du faisceau laser et par la transparence des grains. En effet, la théorie de Fraunhofer suppose des particules opaques mais également significativement plus grandes que la longueur d'onde de la lumière. On a donc développé de nouvelles méthodes d'analyse des enregistrements de la répartition spatiale de la lumière à partir de la théorie de Rayleigh-Mie. Dans ce cas, on prend en compte la diffraction, la réfraction, la réflexion et l'absorption de la lumière par les grains. Cela permet de réaliser des mesures de tailles bien plus faibles.



**FigureIII.19** : Dispositif de granulométrie laser.

## **CHAPITRE VI : Résultats et Discussion**

## I.COMPORTEMENT MECANIQUE DES MELANGES

Dans ce présent chapitre, nous avons abordé et discuté les résultats qui ont été obtenus à partir de la large gamme d'essais effectués sur les différentes éprouvettes des différents composites élaborés respectivement composite (R), (A), (B), (C), (D).

### I.1.essais de compression :

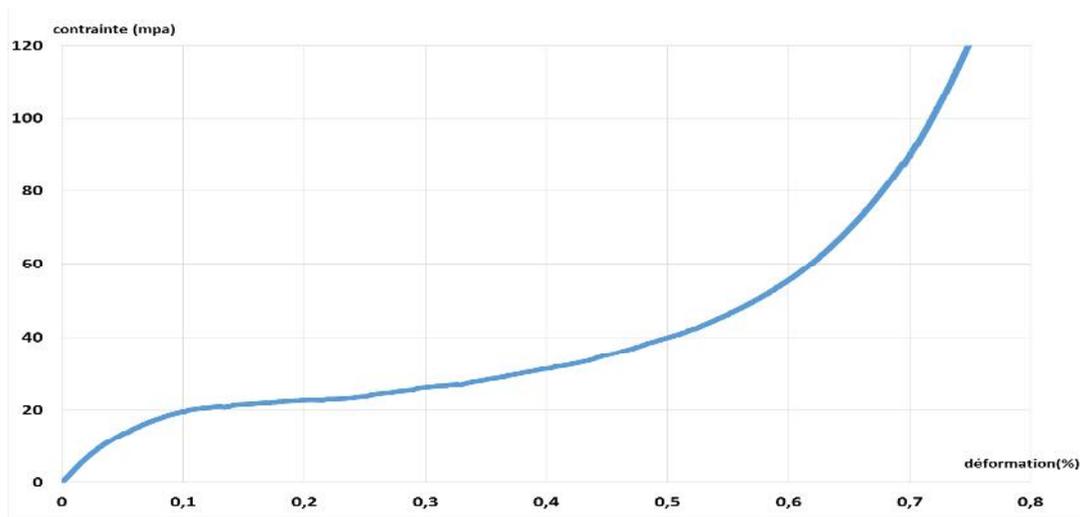
Les essais de compression à température ambiante sur les éprouvettes de nos différents composites nous ont permis d'obtenir les courbes contrainte-déformation ci-dessous

La discussion et l'analyse de ses courbes s'est faite en nous focalisant sur :

- Module d'élasticité
- La limite élastique
- La déformation élastique

#### I.1.1.essais de compression PMMA vierge (R)

La figure VI.1. Représente la courbe contrainte-déformation obtenue par essai de compression sur les éprouvettes de PMMA vierge (R).

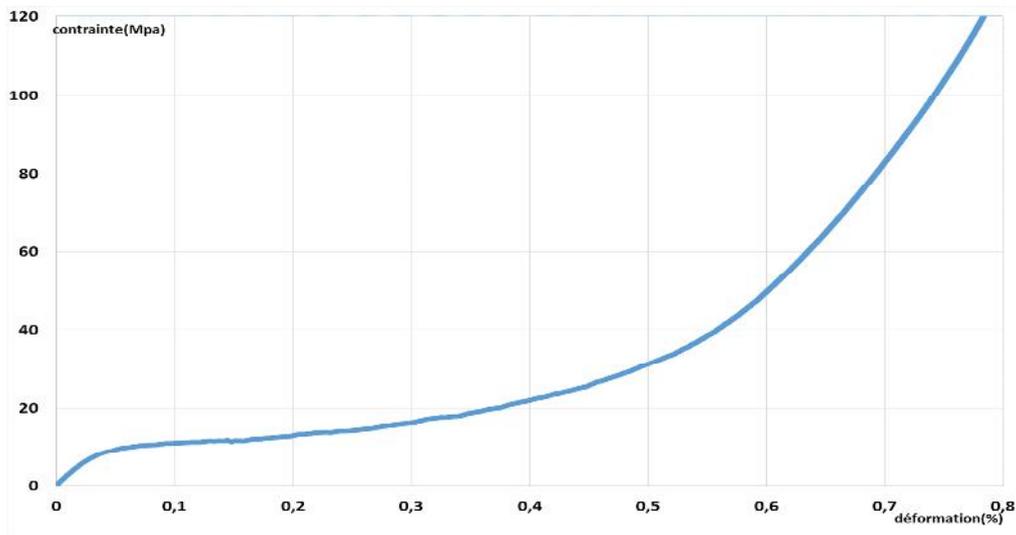


**Figure IV.1** : courbe de compression de PMMA vierge

A partir de la courbe, on observe un comportement classique d'un polymère semi-cristallin comportant une partie élastique témoignant sur une limite d'élasticité de valeur  $\sigma_e=20$  MPA et d'une déformation élastique voisinant  $\epsilon_e=10\%$  et aussi un module d'Young de valeur équivalente à  $E= 333.33$  MPA, suivie d'un domaine plastique bien distinct et visible sur la courbe puis d'un durcissement.

### I.1.2. essais de compression composite (A)

Concernant la figure IV.2. Illustre les résultats de l'essai de compression exercé sur les éprouvettes du composite (A) contenant 1% de farine de grignon d'olive.



**Figure IV.2 :** courbe de compression pour composite (A)

La première observation se porte sur les trois domaines bien distincts, un domaine élastique, un domaine plastique et puis un durcissement.

Le domaine élastique représenté dans cette courbe est limité par une valeur de 11 MPA indiquant ainsi la limite élastique, relativement basse comparant à la valeur de la limite élastique correspondant au PMMA vierge.

Concernant la déformation élastique  $\epsilon_e$  la courbe nous apprend que sa valeur est au voisinage de 5% ainsi un module de Young  $E=233.33$  MPA.

### I.1.3. essais de compression composite (C)

La lecture de la courbe représentée dans la figure IV.3. concernant l'essai de compression effectué sur les éprouvettes du composite (C), comportant 4% en masse de farine de grignon d'olive nous ont permis d'obtenir les valeurs suivantes :

- Une limite élastique  $\sigma_e=5$ MPA.
- déformation élastique  $\epsilon_e=4\%$ .
- module de Young  $E=122.5$ MPA.

à partir de ses lectures et ces valeurs prélevées de la courbe on constate une chute de propriétés mécaniques du composite (C) comparant a (A) et a (R).

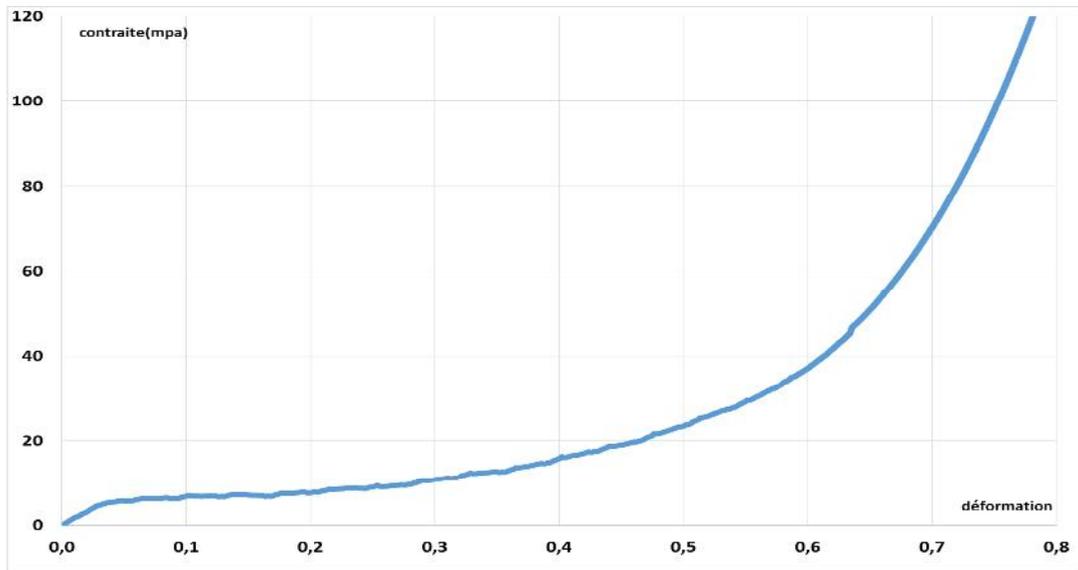


Figure IV.3 : courbe de compression pour composite (c)

#### I.1.4. essais de compression composite (D)

La figure IV.4. Traduit les résultats de l'essai de compression effectué sur les éprouvettes du composite (D), contenant 6% de farine de grignon d'olive en masse.

A première vue le composite (D) adopte un comportement assez fragile relativement au composites (C), (A) et (R) et les valeurs de la limite élastique, de la déformation élastique et du module de Young en témoignent. Une limite élastique  $\sigma_e=1\text{MPa}$ , déformation élastique  $\varepsilon_e=2\%$  et un module d'Young  $E=50\text{MPa}$

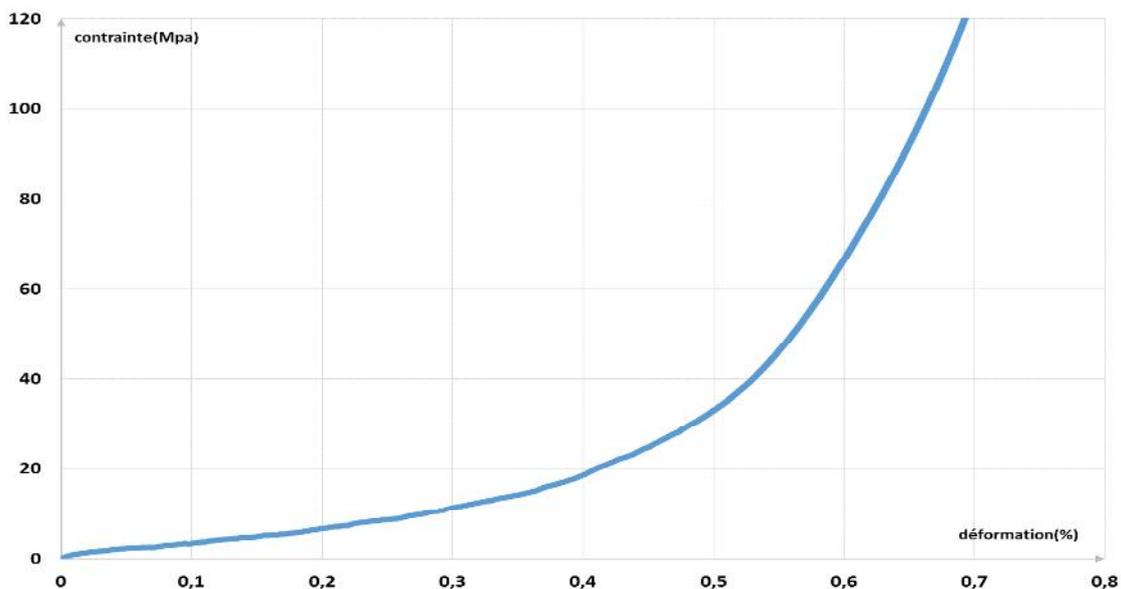
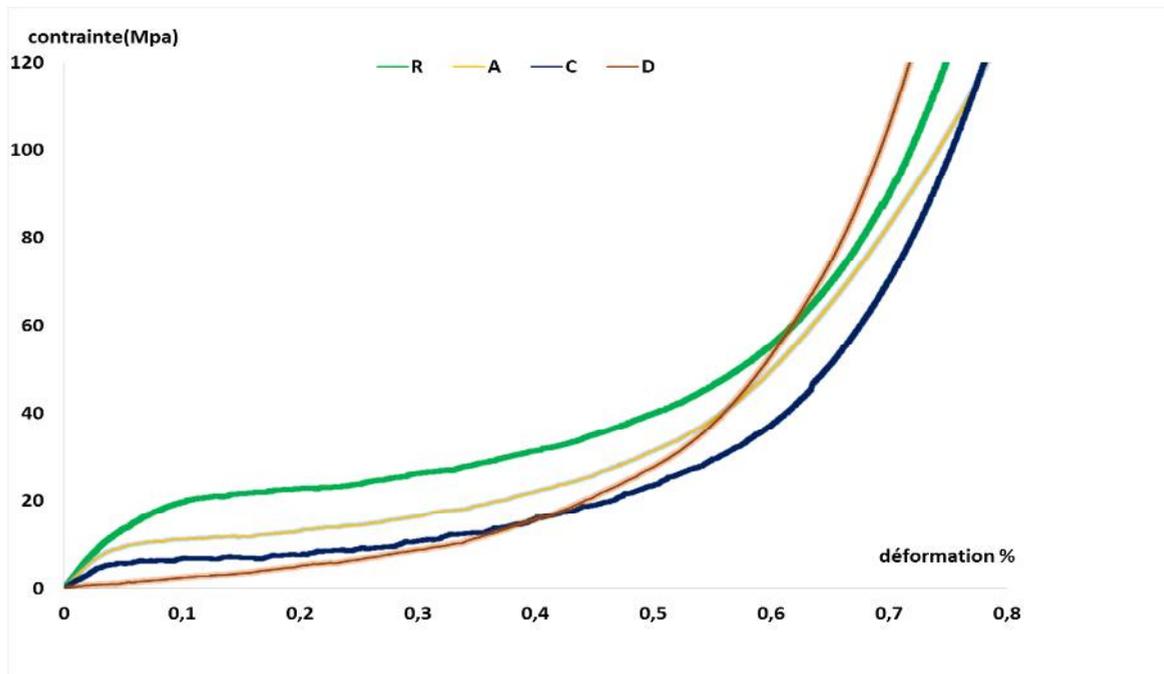


Figure IV.4 : courbe de compression pour composite (D)

### I.1.5 Superposition des courbe contrainte-déformation des différents composites et de (R) :

Afin de mettre en évidence la différence entre les résultats obtenus à partir des essais de compression effectués sur les différents composites et sur (R), nous avons superposé les courbes contrainte-déformation représentés dans la figure IV.5.



**Figure IV.5 :** les courbes contrainte-déformation pour les composites (A), (C), (D) et (R)

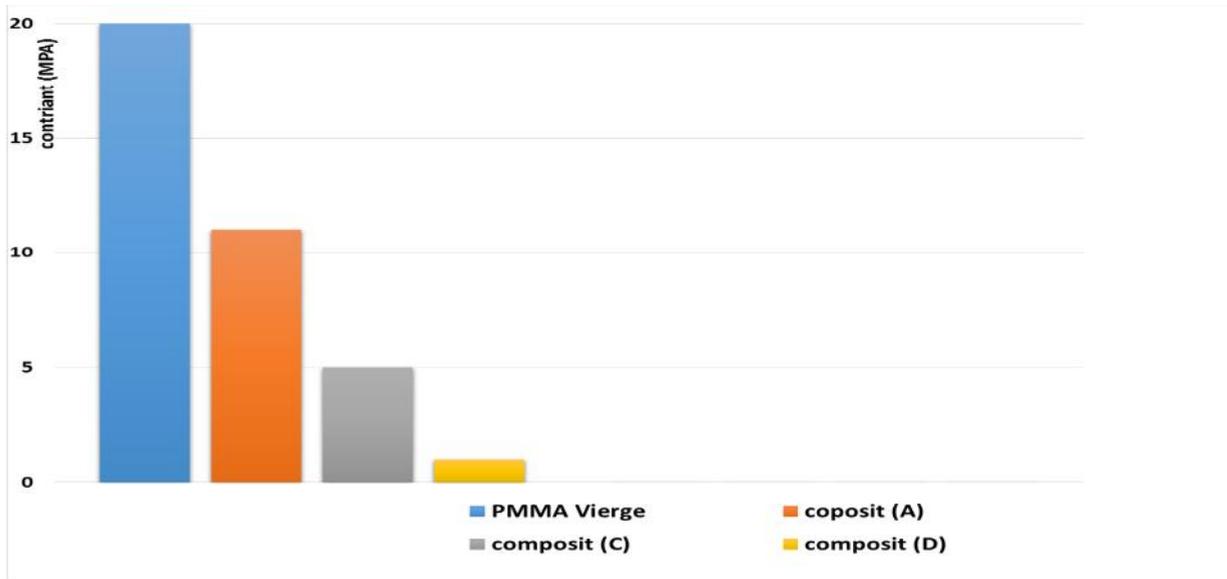
Il est plus que évident que la figure IV.5 témoigne sur une chute de propriétés mécaniques des composites relativement au PMMA vierge (R), ainsi une dégradation de propriétés mécaniques.

A partir de la superposition des courbes, nous observons que la dégradation et la chute des propriétés mécaniques (limite d'élasticité, déformation élastique et module de Young) est en fonction du pourcentage de la farine de grignon d'olive présent au sein des matrices de PMMA.

On constate que plus le taux de farine de grignon d'olive augmente, plus les propriétés mécaniques et élastiques des composites diminuent et baisse.

On peut dire que la farine de grignon d'olive fragilise la structure du composite et la figure ci-dessus le confirme, on note un module de Young de 333.33 MPA correspondant au PMMA

vierge (R), 233.33MPa pour le composite (A), 122.5 MPA pour le composite (C) et au finale un module de Young de 50 MPA pour le composite (D).



**Figure IV .6:** la variation de contrainte élastique en fonction du taux de charge

La figure IV.6 représente un histogramme traduisant la variation de contrainte élastiques en fonction du taux de farine de grignon d'olive présent au sein des composites

On observe une chute de contraintes élastiques en fonction du taux de la farine de grignon d'olive pour les différents composite élaborés (A, C et D) comparés à la matrice vierge (PMMA).

La figure met en évidence la chute des propriétés élastiques des composite disproportionnel au taux de farine de grignon d'olive ajouté aux matrices.

Nous remarquons que plus le taux de farine de grignon d'olive augmente, la contrainte élastique diminue. Ceci exprime une fragilisation avancée des composites PMMA / farine de grignon d'olive.

## II.LA MICRO-DURETE VICKERS

L'essai de la micro dureté Vickers s'est fait suivant les conditions suivantes :

Une charge  $F = 0.5$  N et un temps de 20 secondes, au cours de notre essai nous avons ciblé les deux phases présentes dans nos composites ainsi dire PMMA et farine de grignon d'olive.

Le tableau IV.1 suivant résume les résultats de l'essai micro dureté Vickers.

		<b>Dureté</b>	<b>d1=d2</b>
<b>Charges</b>	<b>L'essai 1</b>	16 HV	238,1 $\mu$ m
	<b>L'essai 2</b>	17 HV	230 $\mu$ m
<b>Matrice</b>	<b>L'essai 1</b>	15 HV	246 $\mu$ m
	<b>L'essai 2</b>	13 HV	263,81 $\mu$ m

**Tableau.IV.1** : résultats d'essais de micro dureté Vickers

A partir du tableau IV.1 On peut observer et dire que la phase la plus dure est celle de la farine de grignon d'olive. la dureté de cette phase et sa présence au sein de la matrice du PMMA confère au composite un comportement moins ductile traduit par sa fragilisation, ainsi confirme les résultats obtenue lors des essais de compression uni axial.

# **CONCLUSION ET PERSPECTIVES**

### CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Dans notre travail qui consistait en un premier temps d'élaborer un composite partiellement biodégradable c.-à-d. une matrice thermoplastique qui est le poly méthacrylate de méthyle PMMA et une charge végétale farine de grignon d'olive. Nous avons pu constater après caractérisation mécaniques par essais de compression uni axial une chute de propriétés élastiques des composites en fonction du taux de farine de grignon d'olive ajouté.

On se référant à la littérature on peut expliquer ce comportement par l'incompatibilité de la matrice avec la charge ajoutée.

Effectivement, nous avons d'une part les matrices thermoplastiques qui sont de nature hydrophobe et d'autre part la nature hydrophile des charges et fibres végétales, cette différence de nature entraîne une mauvaise et faible adhésion matrice-renfort qui se traduit par une fragilisation de la structure du composite conduisant à une chute de propriétés mécaniques.

Comme perspectives et pour bien mener à terme le travail, nous proposons comme solution à ce problème des traitements pour les charges végétales conduisant à une meilleur adhésion et compatibilité entre matrice thermoplastique et renfort végétaux et aussi un ajout d'un additif ayant pour rôle un agent comptabilisant consolidant ainsi le composite et améliorant ses propriétés mécaniques.

En plus d'ajouts d'agent comptabilisant ou traitement de charges végétales, nous proposons de varié la granulométrie et les taux de présence de farine de grignon au sein du composite de 0 à 1% évitant ainsi la saturation du composite et sa fragilisation.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] N.MOKRANI, Préparation et étude du comportement de membranes biopolymères alginate de sodium/Chitosane, mémoire de magister. UNIVERSITE M'HAMED BOUGARABOUMERDES, 2013
- [2] bio4150 – polymère rapidement biodégradable
- [3] H. Ku, H. Wang, N. Pattarachaiyakooop, M. Trada, A review on the tensile properties of natural fiber reinforced polymer composites, *Composites : Part B*, 2011 ; 42: 856–873.
- [4] D. N. Saheb, J. P. Jog, Natural fiber polymer composites: A review, *Advances in Polymer Technology*, 1999; 18: 351–363.
- [5] A. N. Oumer, D. Bachtiar, Modeling and experimental validation of tensile properties of sugar palm fiber reinforced high impact polystyrene composites, *Fibers and Polymers*, 2014; 15: 334-339
- [6] D. Hammiche, A. Boukerrou, H. Djidjelli, A. Djerrada, Effects of some PVC grafted maleic anhydrides (PVC g MAs) on the morphology, and the mechanical and thermal properties of (alfa fiber) reinforced PVC composites, *Journal of vinyl & Additive Technology*, 2013; 19: 225–232.
- [7] H.L.BOUDJEMA, Elaboration de matériaux composites biodégradables issus de ressources renouvelables, Thèse de doctorat. UNIVERSITE D'ORAN 2, 2016
- [8] M.A. Flores-Hernandez, I.R. Gonzalez, M.G. Lomeli-Ramirez, F.J. Fuentes-Talavera, J.A. Silva-Guzman, M.A. Cerpa-Gallegos, S. Garcia-Enriquez, Physical and mechanical properties of wood plastic composites polystyrene-white oak wood flour, *Journal of Composite Materials*, 2014; 48: 209–217.
- [9] K. C. Manikandan Nair, S. Thomas, G. Groeninckx, Thermal and dynamic mechanical analysis of polystyrene composites reinforced with short sisal fibres, *Composites Science and Technology*, 2001; 61: 2519–2529.
- [10] :bessi,assia etude des propriétés thermique et caractérisation des mélanges à base de polystyrène, thesis masters. Université biskra.2004
- [11] : Université Médicale Virtuelle Francophone 2009-2010
- [12] : presses polytechnique et universitaires romandes/ CH- 1015 lausanne

[13] : « étude de la diffusion de l'irganox 1076 dans un polymère recyclé à base de PEHD » UNIVERSITE ABDERRAHMANE MIRA – BEJAIA/FACULTE DE TECHNOLOGIE DEPARTEMENT DE GENIE DES PROCÉDES (2008)

[14] : « Matériaux Polymères (1) - Architecture macromoléculaire ». Article écrit par Thierry HAMAIDE, Professeur à l'Université Claude Bernard Lyon 1. Ingénierie des Matériaux Polymères. IMP@Lyon. Polytech. Boulevard Latarjet, 69622 Villeurbanne cedex.

[15]: UNIVERSITÉ DE SHERBROOKE/FACULTÉ DES SCIENCES/ DÉPARTEMENT DE CHIMIE « Chimie des polymères ».

[18] : « METHODES D'ANALYSEDES COMPOSES AMORPHES » Axe "Génie des Procédés", centre SPIN, Ecole des Mines de Saint-Etienne.

[19] : Annexe : Définitions structure des polymères et taux de cristallinité/ Cédric LUSSEAU - Jean-Loup PRENSIER/ Edité le 01/01/2004.

[20] : Laurent Gornet. Généralités sur les matériaux composites. Engineering school. 2008. <cel00470296v1>

[21] : Mlle BOUZIDI Lydia et Mlle CHANOUNE Saadia Université A. MIRA – BEJAIA /Faculté de Technologie /Département de Génie des Procédés

[22] : CAMPUS® fiche technique / PLEXIGLAS® 8N-PMMA /Evonik industries AG

[23] : Les matériaux composites dans l'industrie des sports et loisirs/ Congrès RFIS, juin 2005

[24] : physique-chimie. STIDD-STL. Matériaux polymère

[25] : polyméthacrylate de méthyle(PMMA)- Aspects économiques/Auteur(s) : française PARDOS/ 10janv.2013

[26] : site wap : [www.arcane-industries.fr](http://www.arcane-industries.fr)

[27] : Mlle BOUZIDI Lydia et Mlle CHANOUNE Saadia, Université A. MIRA \_BEJAIA, (généralité sur le polymère) ,2015.

[28] : dichlorométhane. Données technico-économiques sur les substances chimiques en France.INERIS, mise à jour 06/04/2006

[30] : thèse FADEL Ahlame.université sétif-1- Année 28/12/2014

[31] : thèse Mlle BOUDJEMA Hayat latifa université d'oran-2-année 2015/2016

[32]: synthèse de matériaux composites par co-broyage en voie sèche. Caractérisation des propriétés physico-chimiques et d'usages des matériaux. p. le titre de docteur de l'institut national polytechnique de toulouse

[33]: sandali A, rabhi Comportement au choc des stratifiées composites renforcés par des fibres naturelles, mémoire de master, université kasdi marbah de ouargla, 2013

[34]: M. nardin « interfaces fibre-matrice dans les matériaux composites », revue de composites et des matériaux avancés, lavoisier, vol.16,2006, pp.49-62

[35]: J. Soucy, « Potentiel d'utilisation des fibres de papier dans la conception de composites bois polymères par une technologie d'extrusion ». Thèse de Maîtrise en Ingénierie, Université du Québec, Canada, 2007, 149 p. [En ligne], disponible sur <http://depositum.uqat.ca/125/1/joelsoucy.pdf>

[36]: Rowell R.M, Young R.A, Rowell J.K : Paper and composites from agro-based resources. Ed Rowell R.M, Lewis Publisher, Boca Raton, USA, (1997)

[37]: S.KRIM, Etude et caractérisation des matériaux composites à base de polypropylène chargé avec la farine de grignon d'olive. Mémoire de Magister. Université A.MIRA BEJAIA, 2009.

[38]: B.MONTTIES, Les polymères végétaux, polymères pariétaux. Edition GAUTHIERVILLARDS.

PARIS, 66, 1980

[39]: B.MONTTIES, Les polymères végétaux, polymères pariétaux. Edition GAUTHIERVILLARDS.

PARIS, 66, 1980

[40]: Lohani. B.K., Biswas. B., Examination of the bast fibre of Cannabis sativa, lin (wild variety), The Textile Manufacturer, (1953), p. 329-332.

[41]: Sedan, D., Thèse de doctorat, 2007, Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite, Université de Limoges.

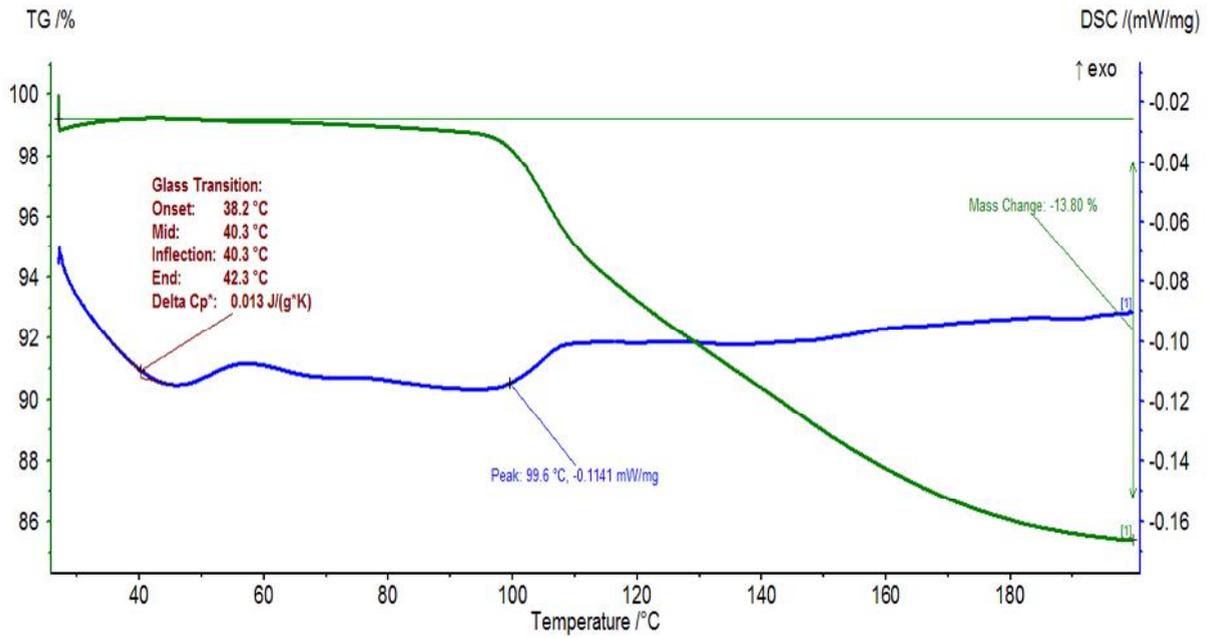
[42]: Daniel. J.R., Cellulose, structure and properties, Encyclopedia of polymer science and engineering, Edition Wiley-Interscience Publication, (1987), 3, pp. 91-123.

[43]: S.KRIM, Etude et caractérisation des matériaux composites à base de polypropylène chargé avec la farine de grignon d'olive. Mémoire de Magister. Université A.MIRA BEJAIA, 2009

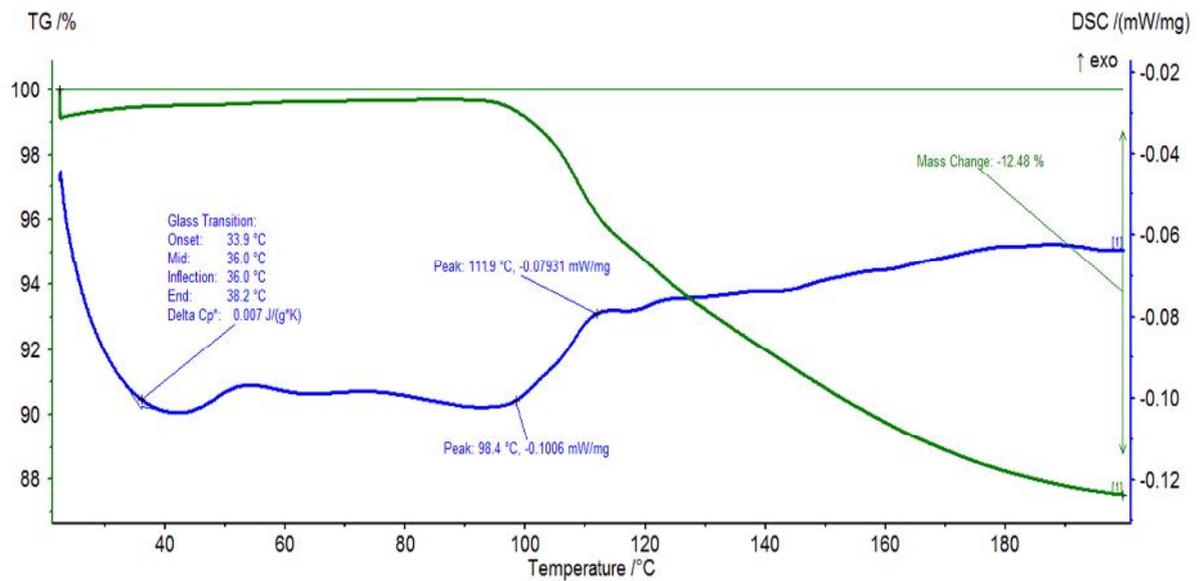
- [44] : [www.pluscomposites.eu](http://www.pluscomposites.eu)) Les composites des matériaux d'avenir, p.1-10
- [14]: G.TARALAS, M.G.KONTOMINAS, pyrolysis of solide residues commençons from the olive oil food industry for potential hydrogen production, J. Anal. Appl. Pyrolysis, 76, 109-116, 2006
- [45] :A.NEFZAOUI. Valorisation des sous-produits de l'olivier. Options méditerranéennes. Série A. Séminaires Méditerranéens, 1991 : 16 : 101-108
- [46] : A. NZEFAOUI contribution à la rentabilité de l'oléiculture par la valorisation optimale des sous – produit olive IV Tunisie, janvier 1987
- [47] :[www.fao.org](http://www.fao.org) (nombreux auteur) utilisation des sous- produit dans l'olive en alimentation animale dans le bassin méditerranéen 2005-2006
- [48]: CM.GALANAKIS. Olive fruit dietary fiber: components, recovery ans applications. Trends Food SCI. Tech, 2011; 22: 175-184
- [49]: A.DUFRESNE, D.DUPEYRE, M.PAILLET, Lignocellulosic flour-reinforced poly (hydroxybutyrate-covalerate) composites. J. Appl. Polym. Sci. 2003; 87: 1302-1315
- [50] : Matériaux biodégradables à base d'amidon expansé renforcé de fibres naturelles - Application à l'emballage alimentaire par Andréa STANOJLOVIC-DAVIDOVIC Soutenu le 14 décembre 2006
- [51] : [www.ademe.fr](http://www.ademe.fr) : Biodégradabilité et matériaux polymères biodégradables
- [52] : service de pathologie professionnelle. Hôpital Cochin /septembre 2002
- [53]: Ferdinand Pierre been, Elwood Russell Johnston et john T.DEWOLF, Mechanic of Materials, 1992, McGraw-Hill Professional (ISBN 0-07-112939-1).
- [54] : cours essai de compression NFT 51.101.
- [55] : 2500, boul. de l'Université Sherbrooke (Québec) J1K 2R1819 821-8000

## ANNEXE

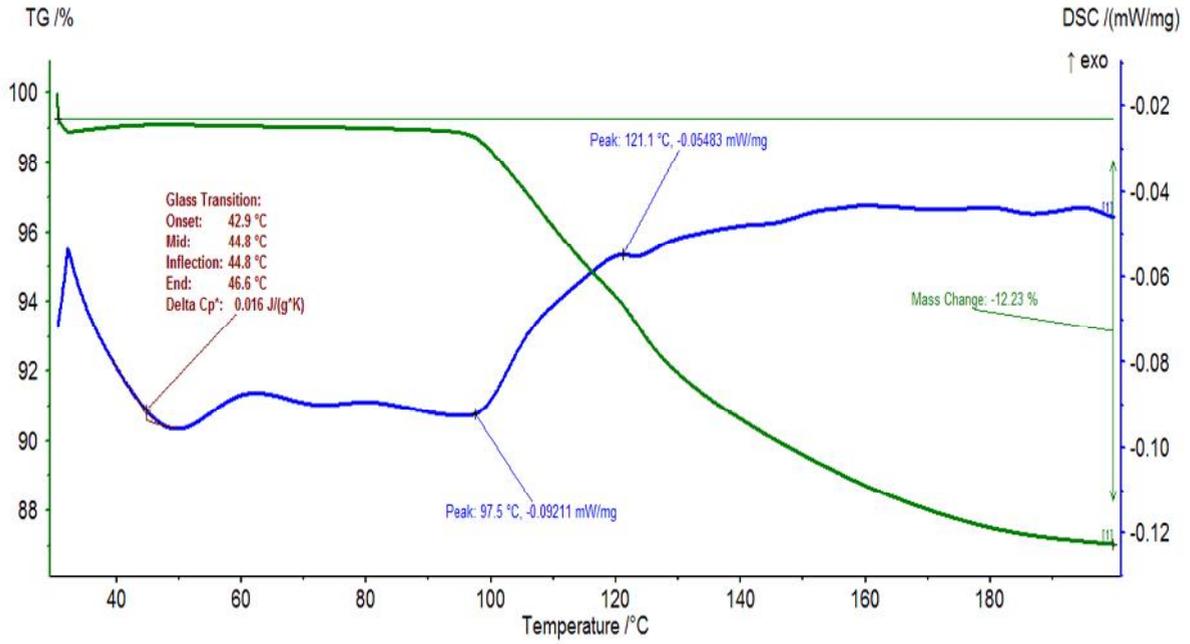
**Figure 1** : représente essai de DSC – ATG pour PMMA vierge (R).



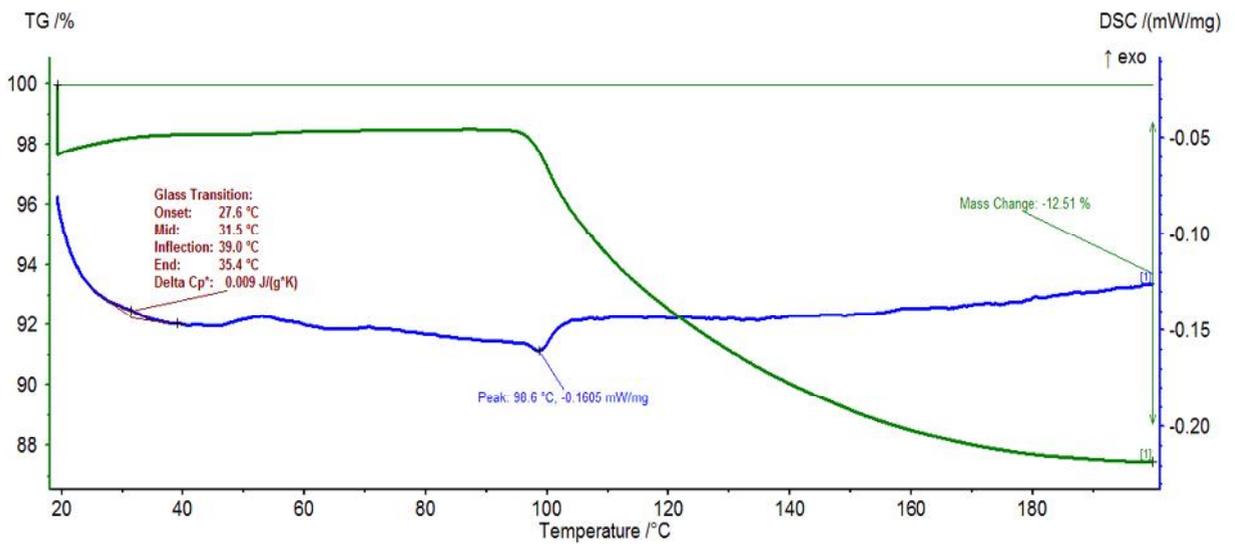
**Figure 2** : représente essai de DSC – ATG pour composite (A).



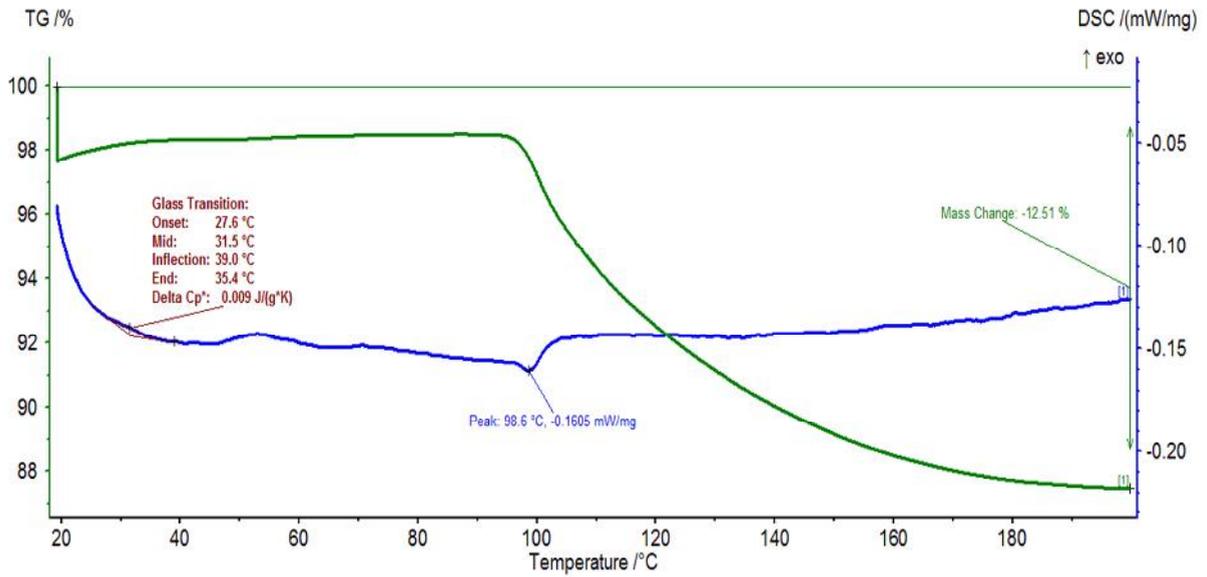
**Figure 3 :** représente essai de DSC – ATG pour composite (B).



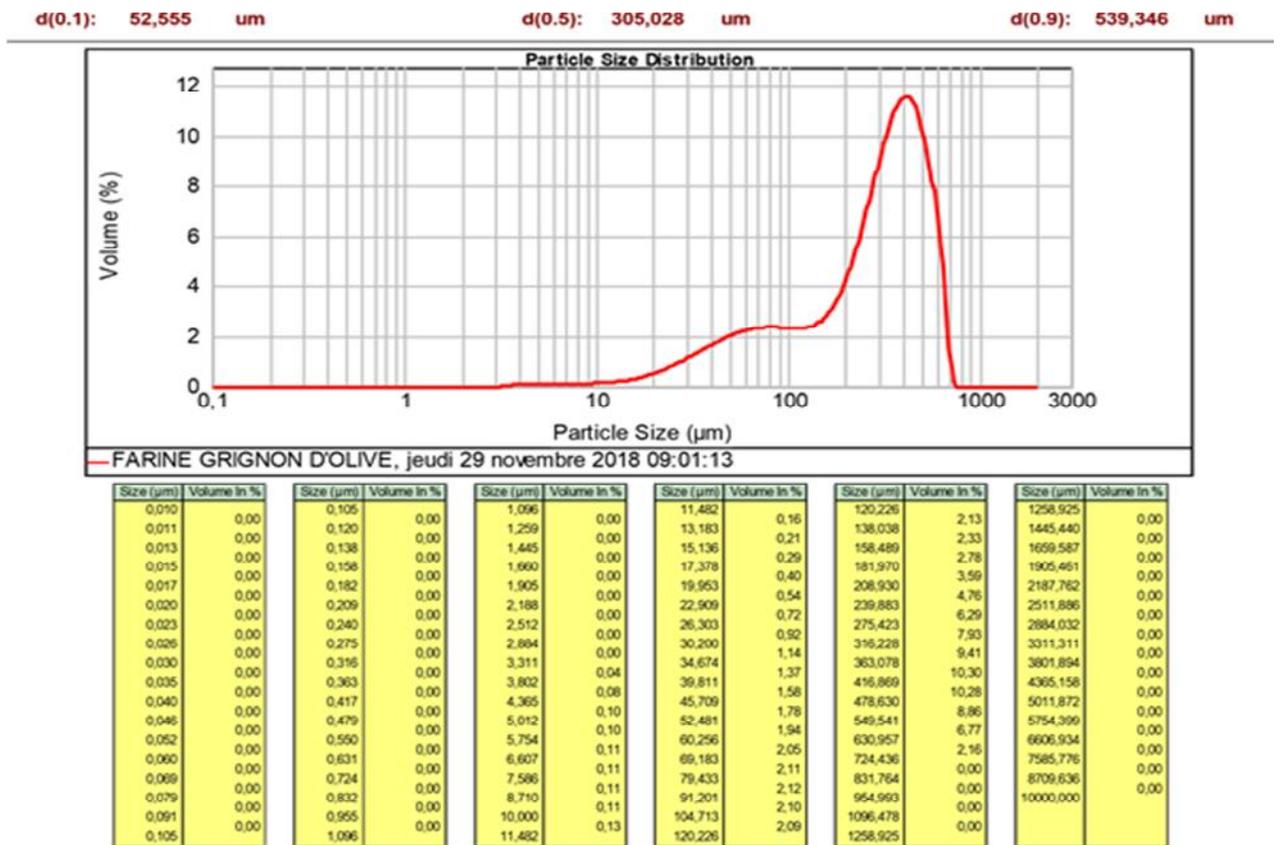
**Figure 4 :** représente essai de DSC – ATG pour composite (C).



**Figure 5 :** représente essai de DSC – ATG pour composite (D).



**Figure 6 :** illustre les résultats de la granulométrie



Operator notes: