

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

Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou
Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques
Département de Biologie



Mémoire de fin d'études

En vue de l'obtention du diplôme de Master en Sciences biologiques
Spécialité : Biodiversité et Environnement.

Thème

*Elaboration et caractérisation d'un nouveau
matériau composite à base de pvc / grignon
d'olive*

Réalisé par :

M^{elle} BENDOU Razika

M^{elle} HENNI Massiva

Devant le jury d'examen:

Mme CHOUGAR S. Maître Assistant. A ;

UMMTO

Présidente

Mr RAHMOUNE MA. Maître de conférences. B;

UMMTO

Promoteur

Mr SI TAYB H. Maître Assistant. A;

UMMTO

Co-promoteur

Mme LOUNI D. Maître Assistant. A ;

UMMTO

Examinatrice

Promotion : 2017 / 2018

REMERCIEMENTS

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

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

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

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

Nous tenons aussi à remercier le personnel de la société de production des fils et câbles de télécommunications (CATEL) et l'entreprise publique économique ONAB nutrition.

Nous tenons aussi à remercier le vétérinaire DJIOUA H. situé à SOUK EL HED TIMIZERT

Notre remerciement sincère pour le personnel du laboratoire de chimie à l'université Mouloud Mammeri TAMDA, et plus particulièrement monsieur SMAIL.

On tient à exprimer nos vifs remerciements à :

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

- Mme CHOUGAR SAFIA Maitre-assistant (A) d'avoir accepté de Participer au jury et De présider le jury.

DÉDICACES

Je dédie ce modeste travail :

- A mes très chers parents à qui je dois ma réussite ;
- A mes chers frères Amar et Ahmed ;
- A mes chères sœurs Malha, Rahma et Ourdia ;
- A mes très chères cousines Tanina et KAhina ;
- A mon cher mari qui m'a soutenu tout le long de ce travail ;
- A mes beaux parents, à mes belles sœurs et mon beau frère ;
- A toute la famille HENNI et LACETE
- A ma très cher binôme Razika avec qui j'ai partagé de très bons moments ;
- A tous mes ami(es).

MASSIVA

Dédicaces

Je dédie ce travail.

- ✓ A mes très chers parents pour leurs sacrifices pour mon bien être et à la mémoire de mes chers grands-mères et grand-père.
- ✓ A mes chers frères, Saïd, Hamid, Hassan, Slimane, et Houssém.
- ✓ A mes sœurs, Zahia, Noura, rabia, et Lamia.
- ✓ A mes cousins et cousines.
 - ✓ A toute la grande famille BENDOOU et la famille GALLOUZE
 - ✓ A mes meilleures copines djamila ,kamilia, hayat,
 - ✓ A ma binôme, chère amie massiva .
 - ✓ A tous mes amis (es).
 - ✓ A tous ceux qui me sont chers.

RAZIKA

Liste des figures

Figure 1: Schéma illustratif d'un matériau composite.....	3
Figure2: Domaine d'application de matériau composite.....	5
Figure3 : Classification des fibres naturelles.....	7
Figure4: Photographie en microscopie électronique à balayage d'une fibre de coton	8
Figure5 : Structure d'une fibre	9
Figure6: Structure de la cellulose	10
Figure7 :Structure moléculaire de l'hémicellulose.....	10
Figure8: Structure de la lignine	10
Figure9 : Représentation semi développé des trois alcools formant la lignine 10	11
Figure10: Réaction de synthèse du PVC	18
figure11 : Schéma de polymérisation du chlorure de vinyle	20
Figure 12 :Schéma d'une extrudeuse	23
Figure 13 : Schéma d'une presse à injection	24
Figure 14 : Réaction du traitement alcalin	26
Figure15: Formule chimique du DOP	27
Figure16: formule chimique de l'acide stéarique.....	28
Figure17 : Situation géographique de la région d'AGHERIB	28
Figure18 : Situation géographique de la région de FREHA.....	28
Figure19 : Situation géographique de la région de TIZI GHENIFF	29
Figure 20 :Grignin d'olive.....	29
Figure21:Lavage du grignon d'olive	30
Figure22.Séchage du grignon d'olive.....	31
Figure23:Moulin traditionnel	31
Figure24: Moulin café (SEB)	31
Figure25:Tamisage de la farine du GO	32
Figure26 : Mélangea sec.....	33
Figure 27 : Le mélangeur à deux cylindres de SCUYER de type A 80	33
Figure28: (a)- Presse de marque FUNDJINE DE MODEL TP 400, (b)- l'obtention de la plaque.....	34

Figure29:(a)-Modele des éprouvettes de type H, (b)-Caractérisations d'éprouvettes obtenus.....	34
Figure30: Pesé de l'échantillon	36
Figure 31 : Etuve	36
Figure32: Echantillon dans l'etuve.....	36
Figure33: Filtration de la farine.....	36
Figure34: Balance analytique	37
Figure35: Four a moufle.....	37
Figure36: Dessicateur.....	37
Figure37: Agitateur	39
Figure38: Spectrophotomètre	39
Figure39: Bain marré.....	40
Figure40: Tube a essai après le bain marré	40
Figure 41 :Spectrophotomètre à transformées de fourrier de marque Perkin Elmer	41
Figure42: (a) Echantillons des plaques réalisées (b) échantillon immergé dans l'eau distillé	43
Figure43 : Séchage de l'échantillon avec le papier absorbant.....	43
Figure44: Machine d'essai de traction de marque ZWICK de type BTC-FR 2 ,5TN.D09.....	44
Figure45 : a- Bouteille de l'azote liquide b-Eprouvette immergée dans l'azote liquide	45
Figure46 : Rupture D'éprouvette après immersion dans l'azote liquide.....	46
Figure47 : Microscope optique	46
Figure48 : Histogramme de taux d'absorbions de la farine de GO	47
Figure49 : : Histogramme des taux de cendres.....	48
Figure 50 : Courbe d'étalonnage d'acide galliqueANNEX.....	48
Figure 51 : Histogramme des taux de polyphénols totaux des différentes régions	49
Figure 52 : micrographies des différentes poudres du GO	51
Figure 53 : Spectre IRTF de la farine du GO d'AGHRIBS	51
Figure 54 : Spectre IRTF de la farine du GO de FREHA	52
Figure55 : Spectre IRTF de la farine du GO de TIZI GHENIFF	52
Figure 56 : Histogramme des taux de la cellulose.....	54
Figure 57 : Histogramme du taux d'absorption des plaques	55

Figure 58 : Histogramme de l'allongement à la rupture des différentes formulations.....	56
Figure 59: Histogramme de contrainte à la rupture des différentes formulations	56
Figure 60 : Histogramme du module de Young	57
Figure 61: Micrographies du faciès du PVC vierge	58
Figure 62 : Micrographies du faciès du composite avec charge d'AGHRIBS.....	58
Figure 63: Micrographies du faciès du composite avec charge de FREHA.....	59
Figure 64: Micrographies du faciès du composite avec charge de TIZI GHENIFF	59

Liste des tableaux :

Tableau I: Composition chimique indicative des différents types de grignons.....	14
Tableau II : Les composants minéraux des cendres ainsi que leurs teneurs respectives (%).....	14
Tableau III: Composition des différents types de grignon d'olive.....	15
Tableau IV: Illustre les propriétés du PVC rigide et du PVC souple	21
Tableau V: Les différentes températures du lavage.....	30
Tableau VI: Les différentes quantités des produits utilisés	32
Tableau VII : Temps d'immersion dans l'azote liquide de différentes éprouvettes.....	45
Tableau VIII : Résultats du taux d'absorption de la farine du grignon d'olive	
Tableau IX : Résultats du taux de cendre da la farine de GO	
Tableau X : Résultats de l'absorbance à partir de la lecture sur spectromètre	
Tableau XI : Résultats du taux des polyphénols.	
Tableau XII : Les bandes d'absorption enregistrées pour la fibre de GO par IRTF	53
Tableau XIII : Résultats des taux de la cellulose	
Tableau XIV : Résultats des taux d'absorption des différentes formulations	
Tableau XV : Résultats de l'allongement et de contrainte à la rupture des différentes formulations	
Tableau XVI : Résultat du module de Young	

Liste des abréviations

DOP: Dioctyle Phtalate

GO: Grignon d'olive

MPa:MegaPascal

IRTF: Infra rouge à Transformer de Fourier

PVC: Poly (Chlorure de Vinyle)

WPC: Wood Plastique Composite

DCO : demande chimique chimique en oxygène

DBO : demande biochimique en oxygène

POU : production des protéines d'organisme unicellulaire

MO : microscope optique

Pcr : partie par cent

Sommaire

Introduction	1
Chapitre I :généralités sur les matériaux composites (bois/polymères)	
I-1-Définition des matériaux composites	3
I-2- Domaines d'applications des matériaux composites	4
I-3-Plastique des composites bois-polymère.....	5
I-3-1-Matrices thermoplastiques	6
I-3-2-Matrices thermodurcissables	6
I-4- Fibres naturelles	6
I-4-1- Les fibres végétales	7
I-4-2- Morphologie des fibres végétales	7
I-4-3-Structure d'une fibre	8
I-4-4- Composition chimique des fibres végétales	9
I-4-4-1-Cellulose	9
I-4-4-2-Hémicelluloses	10
I-4-4-3- Lignine	10
Chapitre II: la fibre vegetale« Grignon d'olive»	
II-1- grignon d'olive.....	12
II-2- Les différents types de grignons d'olive.....	12
II-2-1- Grignon brut	12
II-2-2-Grignon épuisé.....	12
II-2-3-Grignon partiellement dénoyauté	12
II-2-4-Grignon épuisé et partiellement dénoyauté	13
II-3-Caractéristiques physico-chimiques du grignon d'olive.....	13
II-3-1-Caractéristiques chimiques	13
II-3-1-1- Teneur en matière minérale (cendre).....	14
II-3-2-Caractéristiques physiques	15
II-4- Impacts environnementaux du grignon d'olive	15

II-4-1- Impact sur les eaux	15
II-4-2- Impact sur le sol	16
II-4-3- Impact sur les plantes	16
II-5- Valorisation du grignon d'olive	16
II-5-1- Extraction d'huile de grignon	16
II-5-2- Le compostage	16
II-5-3- Aliment du bétail	17
II-5-4- Charbon actif	17

Chapitre III : généralités sur le polychlorure de vinyle

III-1- Généralités de Polychlorure de vinyle.....	18
III-1-1-Polychlorure de vinyle (PVC).....	19
III-1-2-Synthèse du polychlorure de vinyle	19
III-1-3-Propriétés du polychlorure de vinyle (PVC).....	20
III-1-3-1- Propriétés thermiques	20
III-1-3-2- Les propriétés physiques	20
III-1-3-3- Les propriétés chimiques	20
III-1-3-4- Propriétés mécaniques	21
III-1-3-5- Les propriétés électriques	21

Chapitre IV :adhésion et procédés de fabrication des composites à base de bois-polymère

IV-1- Procédés de fabrication des composites bois/polymères par des fibres courtes	22
IV-1-1- Techniques plasturgistes	22
IV-1-1-1- Extrusion.....	22
IV-1-1-2- L'injection.....	23
IV-1-1-3- La compression	24
IV-2- Adhésion des composite a base de fibre végétal et une matrice thermoplastique	24
IV-2-1- Les méthodes de modification de la surface	24

IV-2-1-1- Les méthodes de modifications physiques	25
IV-2-1-2- Méthodes de modification chimique	25
IV-2-1-2-1- Couplage chimique.....	26
IV-2-1-2-1-1- Les agents de couplage organiques –inorganiques	26
IV-2-1-2-2- Traitement Alcalin	26

Chapitre V: matériel et méthodes

V- 1-Matériaux utilisés.....	27
V-1-1- Résine de PVC.....	27
V-1-2- Plastifiant.....	27
V-1- 3- Stabilisants thermiques.....	27
V-1- 4- Lubrifiant.....	27
V- 2-Mise en œuvre des matériaux	28
V- 2-1-Préparation de la farine du grignon d’olives	28
V- 2-1-1-Récolte du grignon d’olives	28
V- 2-1-2- Lavage	29
V- 2-1-3-Séchage	30
V- 2-1-4- Broyage	31
V- 2-1-5-Tamisage	31
V- 3-Elaboration du composite PVC/grignon d’olive	32
V- 3-1-Obtention des plaques	32
V- 3-2-Préparation des éprouvettes de types H.....	34
V-4- La caractérisation.....	35
V-4-1- Caractérisation des différentes farines de GO.....	35
V-4-1-1- Détermination du taux d’absorption d’eau de la farine du grignon d’olive.....	35
V-4-1-2- Détermination du taux de cendre de la farine du GO.....	36
V-4-1-3-Détermination du taux de polyphénol de la farine du GO par Spectroscopie à UV ...	38
V- 4-1-3-1-Matériels et réactifs utilisés au laboratoire	38
V- 4-1-3-2-Mode opératoire.....	38
V- 4-1-3-2-1-Extraction des polyphénols	38
V-4-1-3-2-2- Dosage des polyphénols	39
V- 4-1-4-Analyse morphologique par le microscope optique.....	40

V- 4-1-5- Analyse spectrale par IRTF.....	40
V- 4-1-6- Taux de cellulose	41
V- 4-2-Cratérisation des formulations du composite PVC/grignon d'olives	42
V- 4-2-1-Détermination du taux d'absorption du composite	42
V- 4-2-2-Essais mécaniques.....	44
V- 4-2-3-Analyse morphologique par microscope optique	44

Chapitre VI : discussion des résultats

VI-1- Caractéristiques de la fibre	47
VI-1-1- Détermination du taux d'absorption	47
VI-1-2-Détermination du taux de cendre	47
VI-1-3- Détermination du taux des polyphénols	48
VI-1-4-Analyse morphologique par le microscope optique	50
VI-1-5- Analyse spectrale par IRTF.....	51
VI-1-5- Taux de cellulose	54
VI-2- Caractéristiques du composite	55
VI-2-1- Détermination du taux d'absorption	55
VI-2-2-Essais mécaniques.....	55
VI-2-2-1- Allongement et contrainte à la rupture	55
VI-2-2-2- Module de Young	57
VI-2-3-Analyse morphologique par microscope optique.....	58
Conclusion	60

Introduction

Au cours de ces dernières années, la prise de conscience du danger que présente la pollution de notre espace de vie est une réalité et une nécessité qui doit se manifester par une lutte sous toutes ces formes par l'ensemble des acteurs sociaux et industriels.

La pollution concerne tous les compartiments de notre environnement, l'eau, l'air et le sol. Elle est issue d'une diffusion des contaminants organiques et inorganiques lesquels peuvent nuire à la santé et le devenir des êtres vivants. Pour cela, on assiste à un intérêt croissant pour le développement d'application mettant en œuvre de nouveaux matériaux comme les matériaux composites connu sous le sigle de WPS (Wood Plastic Composite).

Un matériau composite peut être défini d'une manière générale comme l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux de natures différentes, il est constitué d'un renfort et d'un liant, appelé matrice. Le rôle de la matrice est d'assurer la cohésion entre les éléments du renfort. Les fibres présentent une excellente alternative aux fibres de verre d'un point de vue environnemental en raison de leur biodégradabilité et de leur combustibilité beaucoup plus neutre en termes de dégagement de gaz nocifs ou de résidus solides.

D'un autre côté l'industrie de l'oléicole, en plus de sa production principale qui est l'huile, engendre deux sous produits qui sont : les grignons et les margines. Ces effluents, très chargés en matières organiques et minérales, particulièrement en composés phénoliques, ont un impact négatif important sur l'environnement, en raison de leur phytotoxicité élevée. A l'encontre, les microorganismes du sol et la vie aquatique. Ainsi, ces derniers sont difficilement biodégradables et inhibent l'activité biologique.

Les grignons sont les résidus solides issus de la première pression. Ils sont formés de la pulpe et noyaux d'olives, elles représentent environ un tiers du poids des olives fraîches. Les grignons d'olive comptent parmi les matières les plus abondantes dans notre pays et plus particulièrement dans la wilaya de Tizi Ouzou et elles sont déversées dans la nature.

Devant le besoin de nouveaux matériaux naturels plus performants, économiques, biodégradables et ne produisant pas de sous produits plus gênants que les produits de départ, l'utilisation d'un produit naturel (grignon) pour l'élimination a bénéficié d'une importante crédibilité dans la littérature.

Introduction

L'objectif de ce travail est la valorisation d'un déchet organique qui est le grignon par l'élaboration et la caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de Polychlorure de Vinyle (PVC) comme matrice polymérique et de la farine du grignon d'olive.

Ce travail est organisé sous forme de deux parties : bibliographique et expérimentale.

✓ La partie bibliographique s'articule sur quatre chapitres :

le premier chapitre est consacré aux généralités sur les matériaux composites et aux généralités sur les fibres ;

le second chapitre présente la fibre lignocellulosue utilisée qui est le grignon d'olive ;

le troisième traite le polymère utilisé PVC ;

le quatrième parle sur l'adhésion entre les charges végétales et les polymères ainsi que les méthodes d'élaboration du matériau composite.

✓ La partie expérimentale est articulée en deux parties :

la première partie est consacrée à la présentation du matériel utilisé ainsi que le protocole expérimental ;

La deuxième partie consacrée aux résultats et leurs discussions.

Ce travail s'achève par une conclusion, où on a évoqué des perspectives qui peuvent être utile à l'avenir.

I-1-Définition des matériaux composites

Les matériaux composites à matrice polymère thermoplastique de synthèse renforcée par des fibres de bois sont généralement connus sous le sigle de WPC (Wood Plastic Composites) [1,2].

Cette dénomination englobe de façon générale les composites réalisés avec tous les types de polymères et tous les types de fibres végétales. Il s'agit pourtant de matériaux différents tant par leurs caractéristiques physico-chimiques que par leurs procédés de mise en œuvre ou par les solutions de recyclage en fin de vie.

Il faut savoir qu'un matériau composite est conçu à partir d'une matrice et d'un renfort [3], constitué d'une fibre. Le renfort apporte au matériau composite ses performances mécaniques élevées, alors que la matrice a pour rôle de transmettre aux fibres les sollicitations mécaniques extérieures et de protéger les fibres vis-à-vis des agressions extérieures [4,5]

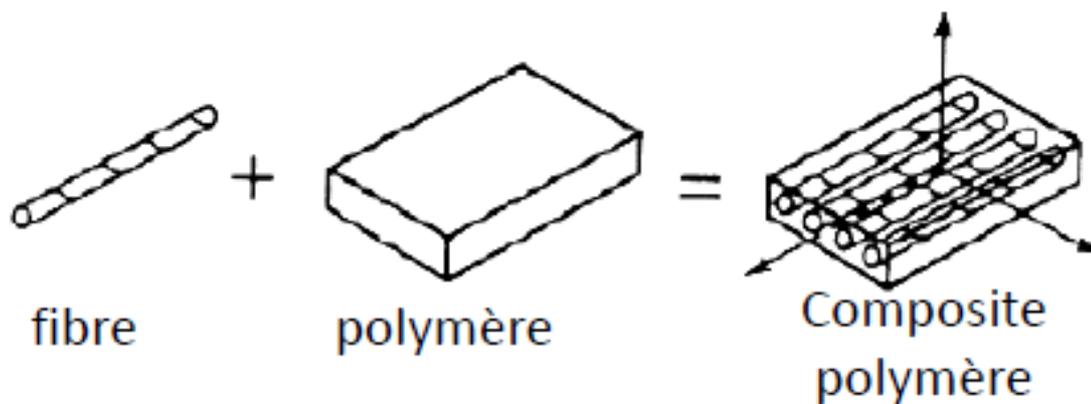


Figure 01 : Schéma illustratif d'un matériau composite.

I-2- Domaines d'applications des matériaux composites

L'industrie du bois-polymère occupe une place importante à l'échelle internationale. Toutefois, c'est aux États-Unis qu'elle est la plus développée. On y retrouve 70 fabricants, parmi lesquels quelques grandes entreprises, dont les ventes de produits en bois-polymère ont pour la plupart connu une importante croissance au cours des dernières années. Au Canada, on compte une douzaine de fabricants, dont la majorité, soit huit entreprises, sont en Ontario, deux au Québec et deux dans les Provinces des Prairies[6,7].

Les bois-polymères sont utilisés dans quatre secteurs différents[7] :

- les matériaux de construction comptent pour 75 % de la production ;
- les produits industriels et de consommation représentent 10 % de ce marché, comme exemple : les bois-polymères servent à la fabrication de meubles ;
- les véhicules automobiles occupent 8 % de ce secteur. On y retrouve des composants d'intérieur de véhicules comme les panneaux de portes, les composants de coffres arrière, les vide-poches, les couvre-bagages, etc ;
- les autres applications concernent principalement les infrastructures municipales, les applications marines, etc. Elles comptent pour 7 % de la production. Parmi les produits fabriqués : les équipements de parcs, soit les tables de pique-niques, les modules de jeux, etc .



Figure 02 : Domaine d'application de matériau composite

I-3-Plastique des composites bois-polymère

Les composites bois-polymère ou bois-plastique ou WPC sont des matériaux fabriqués à partir d'un mélange de fibres de bois et d'un polymère, dans le but d'obtenir un produit présentant certaines caractéristiques de ces deux ressources, soit, entre autres, l'apparence du bois et la performance du plastique en milieu humide. Souvent fabriqué à partir de matières recyclées, ils offrent la possibilité de valoriser les résidus du bois et le plastique de post-consommation [7].

Deux grandes catégories de polymères sont utilisées pour élaborer des composites WPC: les matériaux polymères réticulés dits thermodurcissables (époxy, polyuréthane, colles phénoliques) et les thermoplastiques, qui contrairement aux précédents ont la capacité d'être moulés et mis en forme une fois leur température suffisamment élevée (les polyéthylènes, les polypropylènes, les polychlorures de vinyle) [1].

I-3-1-Matrices thermoplastiques

Les matrices thermoplastiques sont les plus utilisées, car elles sont faciles à mettre en œuvre et elles ont un faible coût. Elles se présentent sous forme semi cristallines. Ces macromolécules sont formées à partir de monomères de fonctionnalité moyenne. Leur recyclabilité et leur thermo-réversibilité constituent des avantages très importants. Il existe aussi des thermoplastiques à usage spécifique qui peuvent résister à des températures de l'ordre de 200°C [4,6].

Les principales familles des thermoplastiques sont les polyoléfines (les polyéthylènes, les polypropylènes), les plastiques à base de polychlorure de vinyle, les acryliques et les polystyrènes [4,6].

I-3-2-Matrices thermodurcissables

Les matrices thermodurcissables sont des polymères qui ne peuvent être mis en forme qu'une seule fois, mais possèdent des propriétés mécaniques et thermomécaniques meilleurs par rapport aux thermoplastiques [6, 8].

On distingue principalement les polyesters insaturés, les résines époxydes, les phénoliques, les aminoplastes, les furaniques, etc. Ces polymères se présentent toujours sous forme amorphe [6].

I-4- Fibres naturelles

Les fibres naturelles ont récemment attiré l'attention des scientifiques et ingénieurs en raison des avantages qu'elles fournissent par rapport aux fibres de renforcement classiques comme les fibres de verre []. Le développement des composites comportant des fibres naturelles est donc un sujet d'intérêt depuis les dix dernières années [15]. Ces fibres naturelles sont des fibres à faible coût et à faible densité et elles possèdent des propriétés spécifiques, par exemple elles sont biodégradables et non abrasives [10, 15]. Les fibres végétales se subdivisent selon leur origine naturelle telle que la montre la figure N°03:

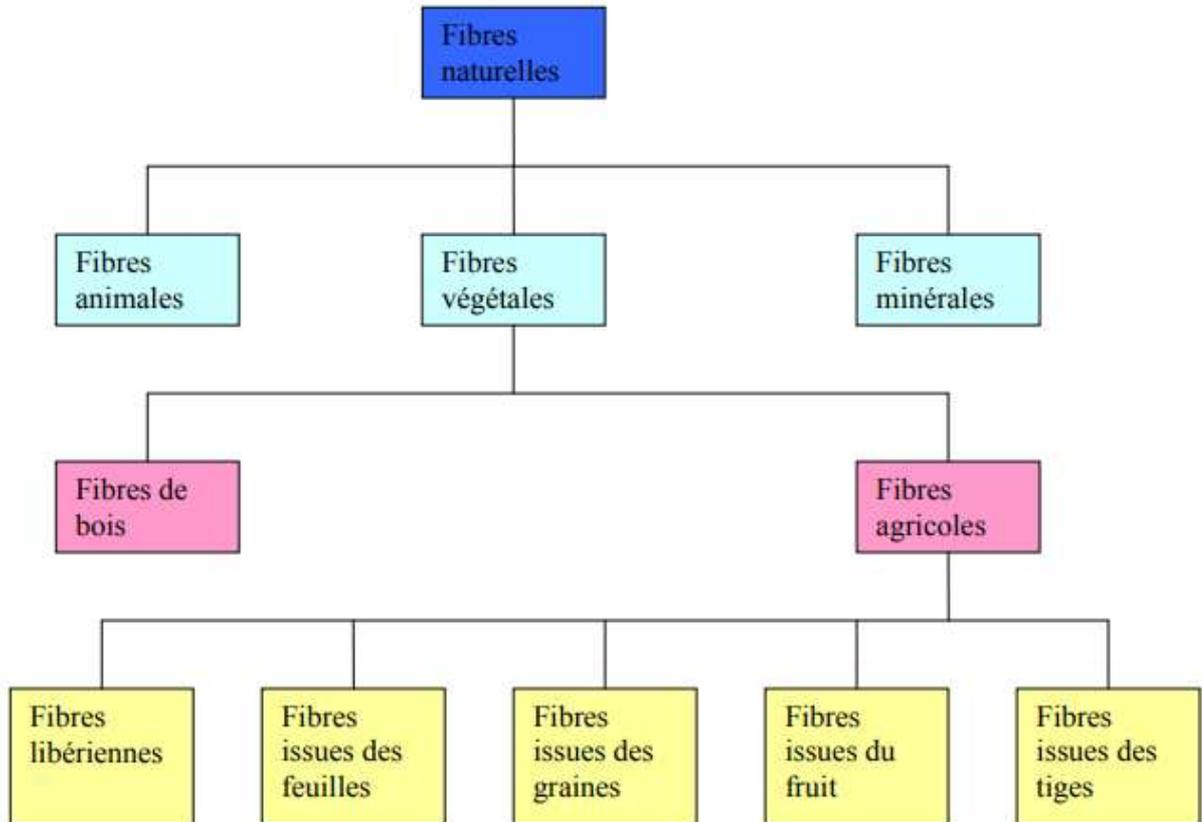


Figure03 : Classification des fibres naturelles [16].

I-4-1- Les fibres végétales

Les fibres végétales sont des structures biologiques principalement composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine. Dans une proportion beaucoup plus faible elles contiennent aussi des extractibles, des protéines et certains composés inorganiques[15].

Il existe une grande variété de fibres naturelles, qui peuvent être utilisées pour le renforcement ou comme charges.

On peut distinguer les fibres ligneuses (dures et rigides) provenant de matériels ligneux tels que le bois d'œuvre, les résidus de l'industrie du bois et les fibres non ligneuses (douces, souples), etc, issues de végétaux non ligneux souvent annuels relativement moins riches en lignine tels que le kénaf, le chanvre, le sisal, le jute, le lin ,etc.

I-4-2- Morphologie des fibres végétales

Sur le plan morphologique, la fibre végétale présente une variabilité très importante en fonction de son origine. En effet, les dimensions des fibres végétales

dépendent de l'état de maturité et aussi des conditions environnementales de croissance de la plante. La variabilité du diamètre peut être très importante le long de la même fibre végétale. Cette dernière se caractérise aussi par la variabilité de l'épaisseur de sa paroi cellulaire qui découle de celle de la porosité des fibrilles [5].

La morphologie des fibres végétales peut constituer une donnée importante pour bien appréhender les transferts de contrainte aux interfaces fibre-matrice [5].

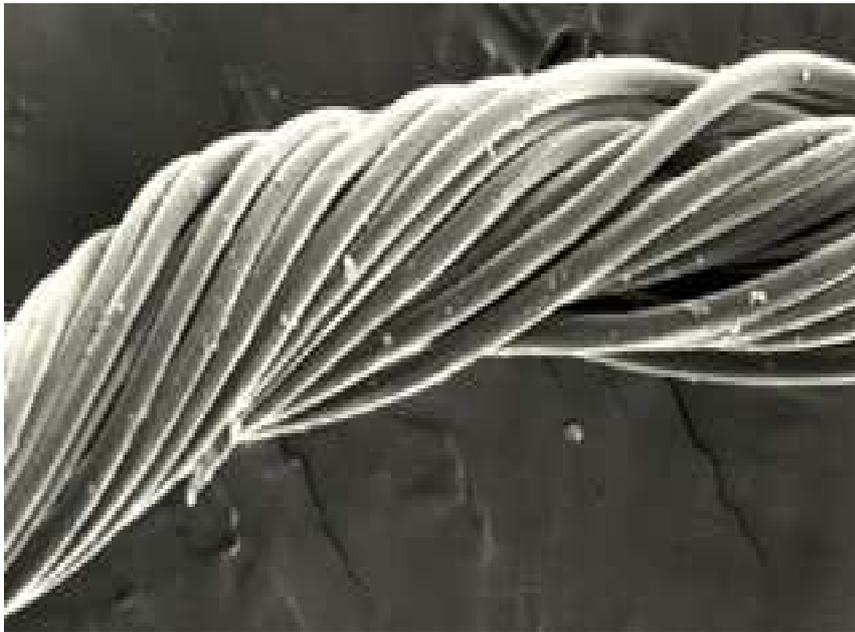


Figure04 : Photographie en microscopie électronique à balayage d'une fibre de coton

I-4-3-Structure d'une fibre

La fibre végétale est un composite en elle-même. Le renfort est constitué par les couches de microfibrille cellulosique en partie cristalline. Ce dernier est enrobé d'une matrice polysaccharidique amorphe (hémicellulose et pectine), qui est associée par liaison hydrogène et covalentes à la lignine [5].

La fibre végétale est composée de plusieurs parois parallèles à l'axe de la fibre et disposée en couche superposée dans le sens radiale. Ces différentes couches qui forment la lamelle mitoyenne, la paroi primaire et la paroi secondaire. Ces dernières bordent un lumen de diamètre variable suivant l'espèce. La paroi secondaire est composée de trois couches de microfibrilles (S1, S2, S3), comme le montre la figure N° 05:

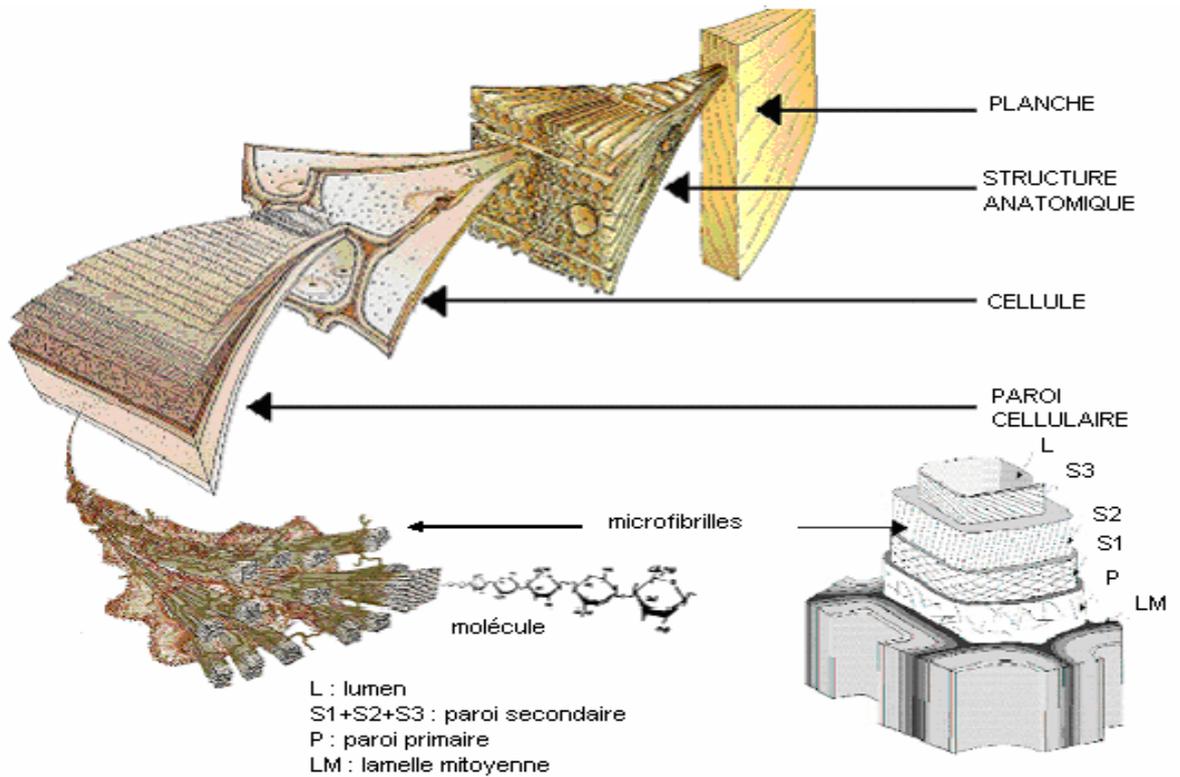


Figure 05 :Structure d'une fibre végétale [1].

I-4-4- Composition chimique des fibres végétales

Comme indiqué précédemment, la biomasse végétale est constituée de plusieurs macromolécules étroitement liées entre elles au sein de la paroi végétale. Les composées les plus majoritaires sont la cellulose, l'hémicellulose et la lignine[5].

I-4-4-1-Cellulose

La cellulose est un polymère qui existe à l'état naturel et qui est particulièrement important, puisqu'il est le constituant principal de la masse végétale [24]. Elle appartient à la famille des polysaccharides. Ce sont des polymères naturels composés de sucres[11].

La cellulose est un polymère formé par l'arrangement de molécules de glucose. La nature fibreuse des cellules du bois résulte de la disposition linéaire, orientée, cristalline constituant le plus abondant, la cellulose.

Le degré de polymérisation de la cellulose peut se situer entre 1000 et 3000 unités de glucoses.[11]

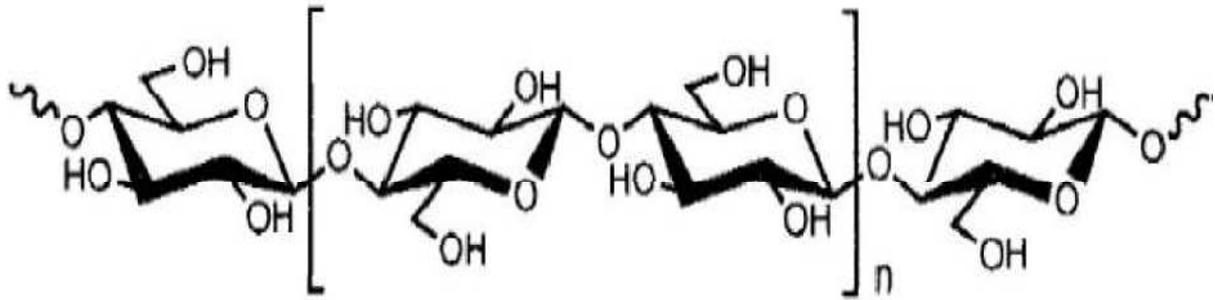


Figure06 :Structure de la cellulose [11].

I-4-4-2-Hémicelluloses

Les hémicelluloses sont, par définition, les polysaccharides solubles dans l'eau et pouvant être extrait 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 [10].

Ils sont constitués d'une chaîne principale composée d'unités glucose liées en β (1-4) et de courtes chaînes latérales composées de xylose, galactose et fucose [10].

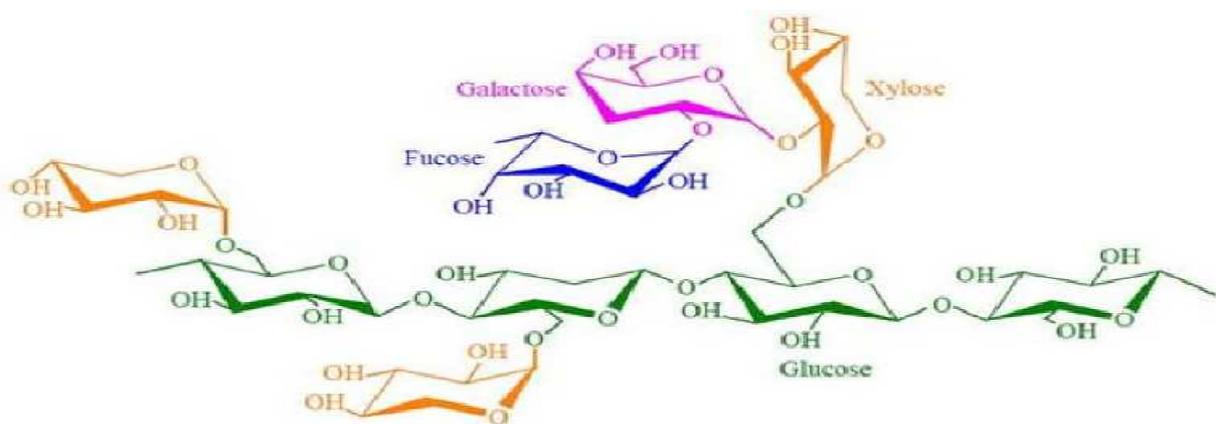


Figure 07 : Structure moléculaire de l'hémicellulose [11].

I-4-4-3- Lignine

La lignine est après la cellulose, la matière organique renouvelable la plus abondante à la surface terrestre. La lignine originelle ou "protolignine" constitue la plus importante fraction non saccharique des fibres végétales. C'est la matière "incrustante" de la cellulose. La lignine est constituée de polymères phénoliques tridimensionnels, amorphes

possédant trois unités différentes de type pénylopropane : les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique.

La lignine est peu sensible à la dégradation biologique et contribue à la protection naturelle des végétaux contre certaines attaques parasites[05].

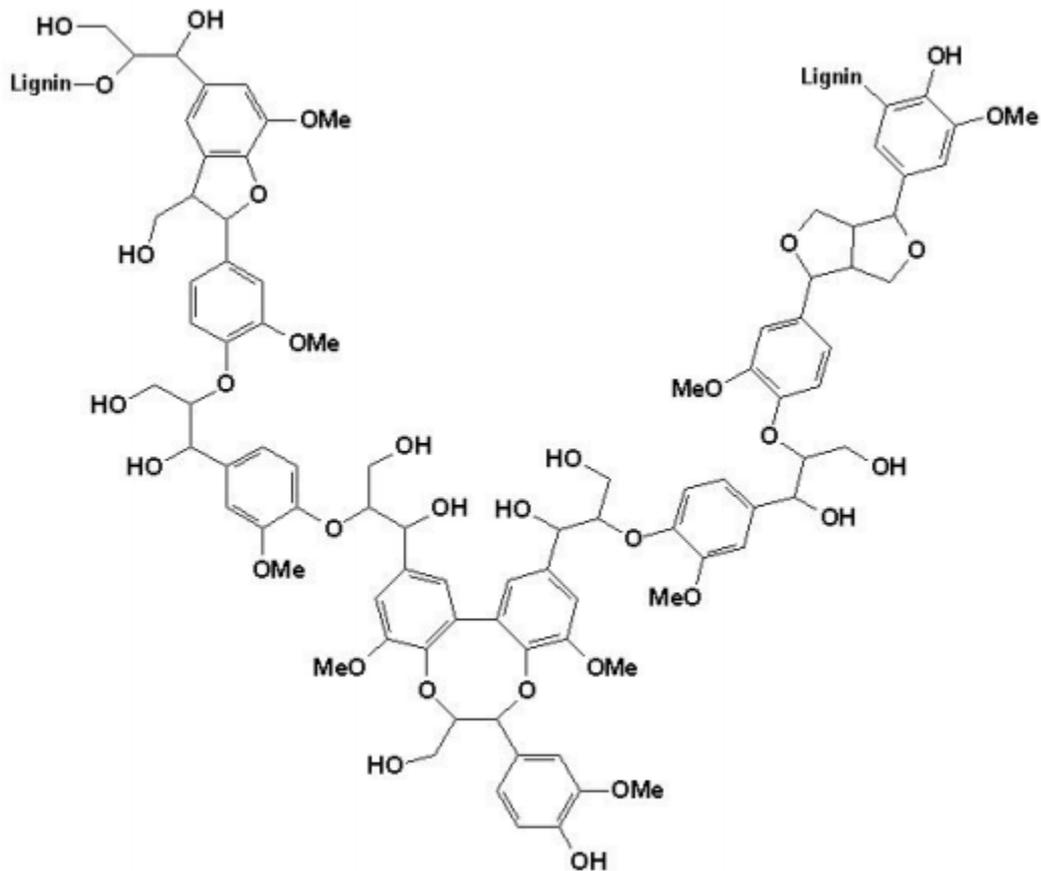


Figure 08: Structure de la lignine.

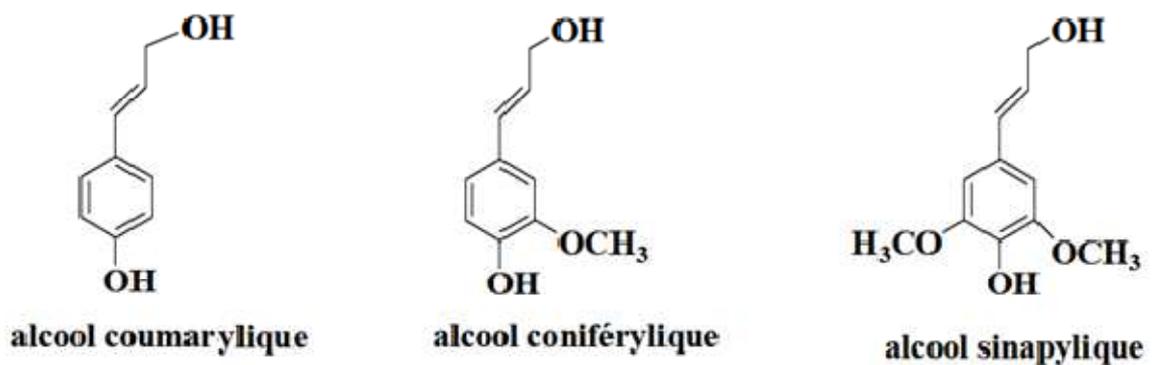


Figure 09 : Représentation semi développée des trois alcools formant la lignine [10].

Les grignons d'olive sont un sous produit du processus d'extraction de l'huile d'olive. Cet effluent est déversé en grandes quantités dans l'environnement, ce qui cause grand dommage pour ce dernier et pour toute la faune et la flore qui existent sur le site de déversement.

II-1- grignon d'olive

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 [11]. Ils sont formés de la pulpe et noyaux d'olives, elles représentent environ un tiers du poids des olives fraîches triturées [9]. 100kg d'olive produisent en moyenne 35kg de grignons et 100 litre de margine [13].

Ces déchets contiennent en moyenne 28,5% d'eau, 41,5% de coque, 21,5% de pulpe et 8,5% d'huile [16].

On distingue quatre types de grignons :

- grignon brut ;
- grignon épuisé ;
- grignon partiellement dénoyauté ;
- grignon épuisé et partiellement dénoyauté.

II-2- Les différents types de grignons d'olive

II-2-1- Grignon brut

C'est le résidu de la première extraction de l'huile par pression de l'olive entière, ses teneurs relativement élevées en eau (24%) et en huile (9%) favorisent son altération rapide lorsqu'il est laissé à l'air libre [12,18].

II-2-2-Grignon épuisé

C'est le résidu obtenu après déshuilage du grignon brut par solvant, l'hexane généralement [12, 13,18]. Il diffère, essentiellement, par une plus faible teneur en huile et une teneur en eau réduite du fait qu'il ait été déshydraté au cours du processus de l'extraction [12].

II-2-3-Grignon partiellement dénoyauté

Le grignon partiellement dénoyauté est un produit obtenu après dénoyautage du grignon brut [17]. Il est le résultat de la séparation partielle du noyau de la pulpe par tamisage ou ventilation [12,18]. Il est dit "gras" si son huile n'est pas extraite par solvant, il est dit "dégraissé ou épuisé" si son huile est extraite par solvant [12,13,18]

II-2-4-Grignon épuisé et partiellement dénoyauté

Les grignons épuisés partiellement dénoyautés sont constitués essentiellement par la pulpe (mésocarpe) et contiennent encore une petite proportion de coques qui ne peuvent pas être séparés complètement par les procédés de tamisage ou de ventilation utilisés[17].

II-3-Caractéristiques physico-chimiques du grignon d'olive**II-3-1-Caractéristiques chimiques**

La composition chimique des grignons d'olive varie dans de très larges limites selon le stade de maturité des olives, le procédé d'extraction de l'huile, l'épuisement par les solvants [17].

Cette composition peut se résumer comme suit [17] :

- la teneur en cendres est normalement faible (3 à 5 %). Les teneurs élevées rencontrées sont dues à l'absence de lavage et à la présence des olives ramassées à même le sol.
- les teneurs en matière azotée varient moins fortement et sont en moyenne de l'ordre de 10%.
- les grignons contiennent peu de produits de nature phénolique. Les polyphénols de l'olive sont en majorité éliminés dans les margines et l'huile durant la trituration.

La composition chimique de grignons d'olive varie d'un type à un autre, le tableau I résume cette différence qu'il ya :

Tableau I: Composition chimique indicative des différents types de grignons [18].

Type	Matière sèche	% de la matière sèche			
		Matière minérale	Matière azotée totale	Cellulose brut	Matière grasse
Grignon brut	75-80	3-5	5-10	35-50	8-15
Grignon gras	80-95	6-7	9-12	20-30	15-30
Grignon épuisé	85-90	7-10	8-10	35-40	4-6
Grignon épuisé Partiellement dénoyauté	85-90	6-8	9-14	15-35	4-6
Pulpe grasse	35-40	5-8	9-13	16-25	26-33

II-3-1-1- Teneur en matière minérale(cendre)

La teneur en matière minérale est généralement faible, son excédent est du à la contamination au contact avec le sol (3 à 5%) [20] et à l'absence de lavage [21]. Le tableau ci de-sous résume les différentes teneurs :

Tableau II : Les composants minéraux des cendres ainsi que leurs teneurs respectives (%) [20].

KO	NaO	MgO	CaO	Fe	PO	SO	CU	Zn	Mn
12.40	0.40	1.20	8.50	1.90	2.70	1.30	0.44	0.33	1.08

II-3-2- Caractéristiques physiques

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 une certaine quantité d'huile qui favorisent leur altération rapide.

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

Les grignons épuisés partiellement dénoyautés sont constitués essentiellement par la pulpe (mésocarpe) et contiennent une petite proportion de coques qui ne peuvent être séparées complètement par les procédés de tamisage ou de ventilation utilisés [45].

Tableau III: Composition des différents types de grignon d'olive [20].

Composition Produit	M.S%	Pourcentage (%) en M.S			
		MG%	Noyau sec%	Amandon sec%	Mesocarpe + épicarpe%
Olive	51.4	27	14.1	1.3	9
Grignon brute	75.9	9.1	42.1	3	21.2
Grignon épuisé	72.3	4.2	-	5.6	39.3
Grignon tamisé	95.5	18.6	-	11.1	80.2

II-4- Impacts environnementaux du grignon d'olive

Les déchets de l'industrie oléicole sont directement déversés dans l'environnement sans réel traitement préalable. Ces effluents sont toxiques pour l'environnement et peuvent contaminer les sols, les nappes phréatiques, les cours d'eau ...etc [23].

II-4-1- Impact sur les eaux

Les effluents d'huileries d'olive sont peu dégradables à cause des substances phytotoxiques et antimicrobiennes (phénols, acides gras, etc.) qu'ils contiennent. Souvent rejetés dans des récepteurs naturels sans aucun traitement préalable, les effluents d'huileries d'olive nuisent fortement à la qualité des eaux de surfaces. La coloration des

eaux naturelles due aux tannins est l'un des effets les plus visibles de la pollution. La très forte charge en DCO et surtout en DBO empêche les eaux de s'auto-épurer et la pollution peut s'étendre sur de très longues distances [22].

II-4-2- Impact sur le sol

L'épandage direct de ces effluents sur les sols provoque un colmatage des sols et une diminution de leur qualité. Ces déchets sont à l'origine de l'augmentation de la salinité des sols et de la diminution du pH, qui pourrait être à l'origine du changement des caractéristiques physico-chimiques. Ainsi, des substances telles que les phénols peuvent inhiber l'activité microbienne et détruire la microflore du sol [22].

II-4-3- Impact sur les plantes

Les composés phénoliques sont les responsables majeurs de la phytotoxicité des effluents d'huileries d'olive [22].

II-5-Valorisation du grignon d'olive

Le grignon d'olive, qui est un déchet, peut aussi être considéré comme une ressource renouvelable. Cet effluent comme précédemment montré, occasionne de la pollution s'il n'est pas valorisé. Il existe différents procédés de valorisation de ce dernier

II-5-1- Extraction d'huile de grignon

L'huile du grignon est obtenue par traitement aux solvants ou d'autres procédés physiques des grignons d'olive. Elle est destinée au raffinage en vue de son utilisation dans l'alimentation humaine ou destinée à des usages techniques[12].

II-5-2-Le compostage

Il a été prouvé que le compostage des déchets oléicoles donne un compost de très bonne qualité. Il s'agit d'une dégradation de la matière organique dans des conditions contrôlées en présence d'oxygène, avec une température et une humidité optimale.

Le compost est un produit riche en composés humiques, stabilisé et hygiénique. La transformation de la matière organique en compost nécessite trois éléments : des nutriments carbonés et azotés, une humidité relative spécifique ainsi qu'une aération adéquate. Lors d'un compostage, il faut différencier deux phases bien distinctes, la première, la phase de dégradation de la matière organique en compost frais sous l'action des bactéries, puis la seconde, la phase de maturation du compost frais en compost mûr sous l'action de champignons [23].

II-5-3- Aliment du bétail

Le grignon d'olive est de nature hautement lignocellulosique, qui a une dégradabilité très lente [12]. Les valeurs maximales atteintes ne sont que de 32% après un séjour de 72 heures dans le rumen [12, 13]. Ceux-ci peuvent entraîner un ralentissement de la croissance de l'animal.

II-5-4- Charbon actif

Les grignons d'olive peuvent être valorisés en les transformant, par voie thermo-chimique, en charbon actif et cela en utilisant de l'acide phosphorique comme agent d'activation. Plus récemment, la préparation des charbons actifs de bonne qualité et développant une structure poreuse importante avec des grandes surfaces spécifiques à partir des matériaux lignocellulosiques. L'avantage de l'activation chimique est d'opérer à des températures faibles et des temps de séjours courts [12].

III-1- Généralités de Polychlorure de vinyle

Le Polychlorure de vinyle est un polymère thermoplastique, connu sous le sigle PVC, il est obtenu par polymérisation des monomères de chlorure de vinyle « $\text{CH}_2 = \text{CHCl}$ » [6].

Le chlorure de vinyle était produit par réaction de l'éthylène avec du chlore gazeux. Aujourd'hui, il s'agit d'une réaction opposant l'éthylène avec l'acide chlorhydrique, en présence d'oxygène, qui est généralement utilisée. Le produit intermédiaire, le dichloroéthane se transforme en chlorure de vinyle sous l'effet de la chaleur [31].

Le polychlorure de vinyle est un polymère très utilisé. C'est un matériau particulièrement apprécié dans l'emballage alimentaire ainsi que dans le milieu médical. Il est également utilisé dans de nombreuses autres applications industrielles telles que la fabrication de gaines de câbles, de tubes, etc.

Ce matériau présente de multiples qualités. Néanmoins, il est aussi décri pour deux raisons majeures: sa plastification et, surtout, son incinération. La plastification consistant à ajouter au PVC des plastifiants qui permettent d'améliorer les caractéristiques mécaniques et, notamment, la souplesse du PVC [6].

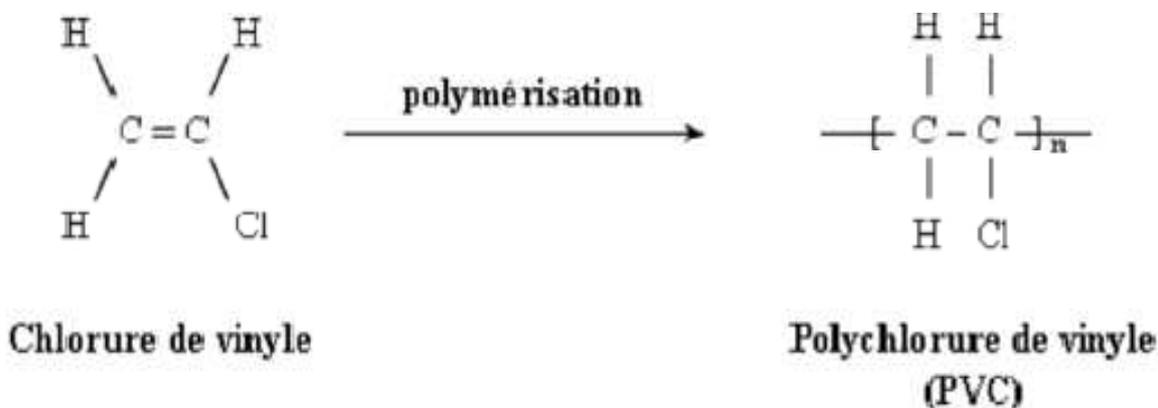


Figure 10 : Réaction de synthèse du PVC [25].

Le PVC comme tous les polymères est une substance composée de très longues chaînes «macromoléculaires» elle-même formées de molécules élémentaires assemblées entre elle (monomères) [32].

III-1-1-Polychlorure de vinyle (PVC)

Le poly (chlorure de vinyle) est une poudre blanche, thermoplastiques, inodore, insoluble et inflammable. Composé de carbone d'hydrogène et de chlore, le carbone et l'hydrogène proviennent de pétrole (43%), tandis que le chlore est originaire de sel (57%) [32].

Le PVC est un polymère linéaire de grande consommation obtenu par polymérisation radicalaire du chlorure de vinyle [30].

PVC c'est un plastique très présent dans notre vie quotidienne car l'ensemble de ses propriétés mécaniques et physiques et son aptitude à être modifié selon les besoins en font un matériau adapté à de multiples usages [26].

III-1-2-Synthèse du polychlorure de vinyle

La polymérisation du chlorure de vinyle monomère conduit à la formation de la molécule de PVC. Le processus peut être réalisé de plusieurs façons et permet d'obtenir des résines particulières. Ce procédé, aujourd'hui, est pratique selon quatre méthodes [32] :

- polymérisation en suspension ;
- polymérisation en émulsion ;
- polymérisation en masse ;
- polymérisation en solution.

La méthode de polymérisation de polychlorure de vinyle est dite radicalaire et donne lieu à des polymères à structure en chaîne avec une répétition irrégulière des atomes d'hydrogène.

Ceci empêche la formation des zones cristallines, dont la structure de PVC est essentiellement amorphe [9].

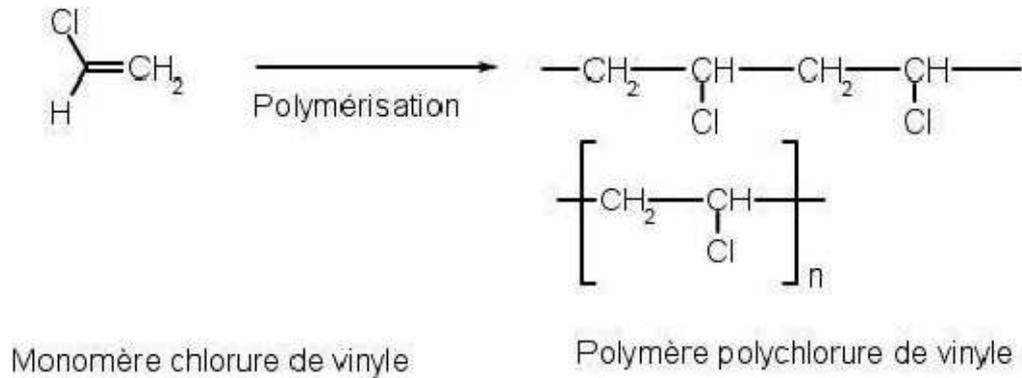


Figure 11 : Schéma de polymérisation du chlorure de vinyle [24].

III-1-3-Propriétés du polychlorure de vinyle (PVC)

III-1-3-1- Propriétés thermiques

Le poly chlorure de vinyle (PVC) amorphe à une température de transition vitreuse comprise entre 75 et 80°C. C'est – à – dire à température ambiante il est rigide et qu'au dessus de 90°C, il est caoutchouc (faible résistance, grande déformation). Le PVC se décompose dans une flamme en libérant de l'acide chlorhydrique gazeux, mais il auto extinguable, les PVC plastifiés brûlent plus facilement. Leur conductivité thermique est d'environ 0.2 W m-1.u-1. Et pour le Pouvoir calorifique est de 17 KJ /kg environ, pour le PVC rigide et de valeur supérieure mais variable suivant la formulation pour le poly chlorure de vinyle plastifié [32].

III-1-3-2- Les propriétés physiques

Le PVC est un polymère amorphe présentant une très faible cristallinité environ 7 % [29]. La masse volumique des compositions de PVC varie entre 1 et 2 g /cm³ à la température ambiante [28].

III-1-3-3- Les propriétés chimiques

Quelques propriétés chimiques du PVC :

- Le PVC sans plastifiant possède une résistance remarquable aux produits chimiques : acide, base, huiles, alcools, hydrocarbures aliphatique, et une résistance exceptionnelle à l'ozone. Il est soluble dans les cétones, le

cyclohexanone et le dichloréthylène, par contre le PVC souple est beaucoup plus sensible aux agents chimiques [29]

- Les compositions à base de pvc présente une bonne tenue au vieillissement naturel, qui peut être améliorée par l'addition d'agent de protection anti -UV et le choix de colorant ou pigments sélectionnées en vue d'utilisation particulières. [26]
- Imputrescibilité (résistance biochimique) : les objets a base de PVC sont imputrescibles, par contre certain PVC plastifiés peuvent être sensible à l'action de micro-organisme. Il est alors nécessaire d'incorporer des fongicides dans les formulations [29].

III-1-3-4- Propriétés mécaniques

Le PVC offre une excellente rigidité jusqu'au voisinage de sa température de transition vitreuse, il offre une excellente résistance à l'abrasion, mais il est relativement fragile au choc à basse température.

Le tableau suivant donne un aperçu sur les propriétés mécaniques du PVC :

Tableau IV: Illustre les propriétés du PVC rigide et du PVC souple [32].

Propriétés	Unités	PVC rigide	PVC souple
- masse volumique	g/cm ³	1,36	1,16-1,35
-module d'élasticité	M Pa	2700-3000	25-1600
-contrainte à la rupture	M Pa	50-60	8-25
-Allongement à la rupture	%	10-50	170-400
-Allongement à la rupture	%	4-6	/
-Température de transition vitreuse	°C	80	-50-80

III-1-3-5- Les propriétés électriques

Le PVC a une bonne qualité d'isolement électriques et rigidité électrique et possède une résistivité très élevé [29].

IV-1- Procédés de fabrication des composites bois/polymères par des fibres courtes

Les techniques de fabrication de composite à thermoplastique s'effectuent à haute température. Parmi ces techniques, plasturgistes les plus utilisées pour la fabrication du composite bois-polymère. On trouve dans cette catégorie moulage par compression, l'extrusion (Monovis et bivis) et moulage par injection [24].

IV-1-1- Techniques plasturgistes

Dans le domaine de plasturgie, l'injection et l'extrusion sont les principaux procédés utilisés pour la fabrication des composites bois-polymère.

Le point commun des techniques plasturgistes est de réaliser un mélange des matières premières à une température correspondante à la phase liquéfiée des plastiques. Ce mélange à chaud conduit à différents modes de fabrication. Ces modes peuvent être appliqués aux composites à renforts végétaux à condition que la température de mise en œuvre reste assez basse pour éviter la dégradation des fibres [25]

IV-1-1-1- Extrusion

L'extrusion de bois-polymères se définit comme le mélange de fibre de bois et de polymère thermoplastique. Le but est de fabriquer un matériau qui ressemble au bois naturel. C'est un procédé à basse température (70 à 200°C) qui permet à la fois de mélanger de la farine de bois et un thermoplastique, ainsi que la mise en forme du matériau grâce à une filière adaptée. Les extrudeuses utilisées sont à simple vis ou généralement à doubles vis co-rotatives ou contrarotatives qui permettent d'améliorer la qualité du mélange bois/polymère [

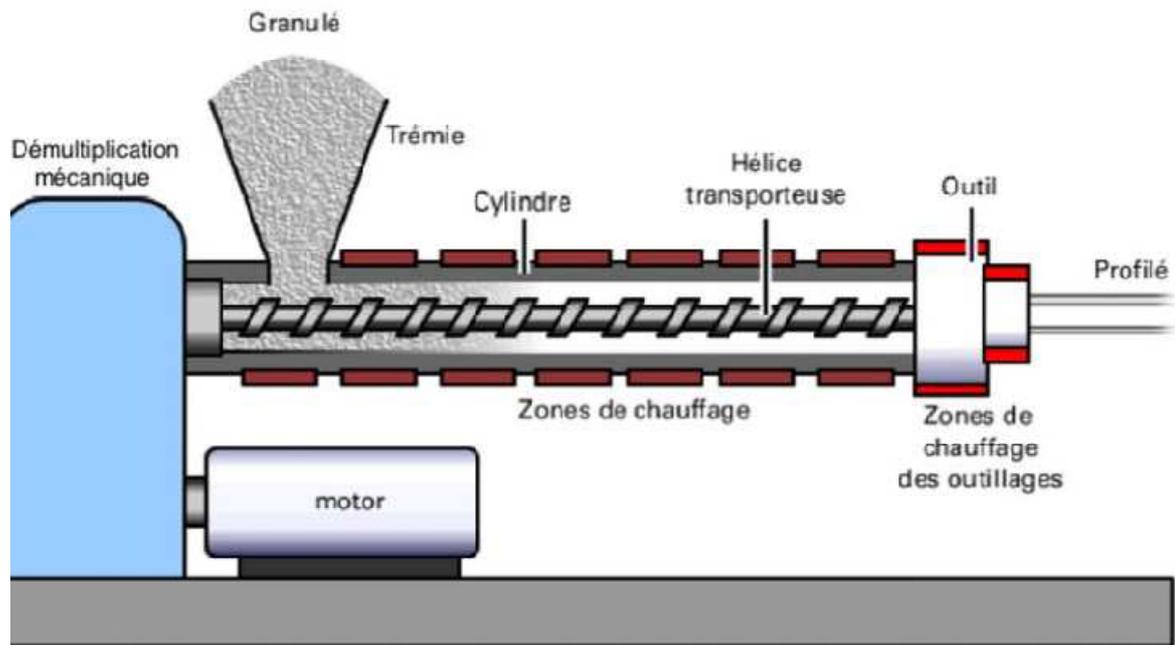


Figure 12 : Schéma d'une extrudeuse [24].

IV-1-1-2- L'injection

Contrairement à l'extrusion, l'injection est un procédé semi-continu dans lequel un polymère fondu est injecté d'abord dans un moule tempéré et retenu sous pression. Puis lorsqu'il est solidifié, on le retire. Identiquement à l'extrudeuse, la résine est incorporée dans une trémie et plastifiée par une vis d'accumulation. A la différence de l'extrusion, la vis de la presse recule à mesure que s'effectue la plastification. Le polymère fondu et homogénéisé, s'entasse à l'avant de la vis dans la zone d'accumulation. Lorsqu'une quantité prédéterminée de polymère a été plastifiée, la vis agit comme un piston et injecte la résine à haute pression vers le moule tempéré. Donc, une presse à injection peut être représentée comme un hybride entre extrudeuse et une presse à compression [26].

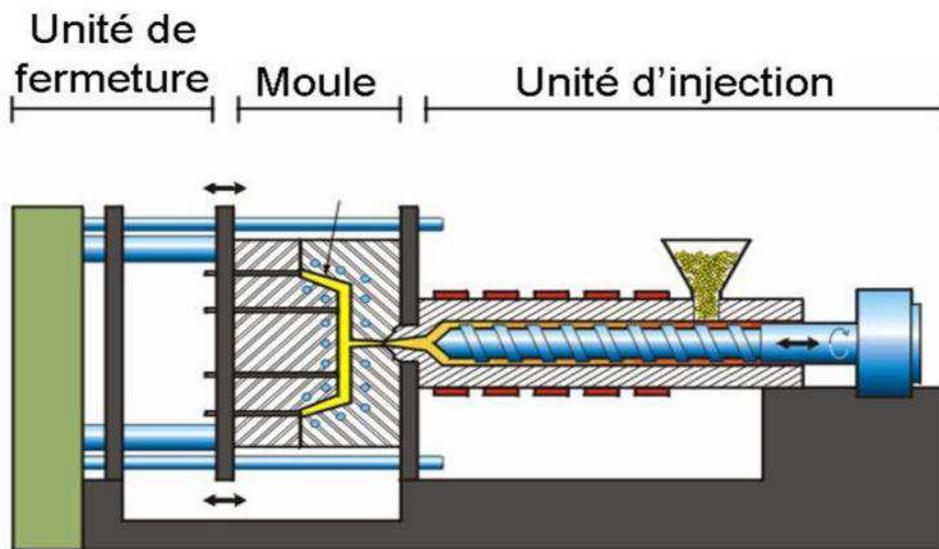


Figure 13 : Schéma d'une presse à injection [24]

IV-1-1-3- La compression

La compression est introduite entre deux plaques chauffantes et soumis à de grandes pressions. La température doit être choisie de façon à affliger un minimum de dégradation thermique à la fibre. On procède à un refroidissement rapide du moule pour limiter la coalescence des cellules [27].

IV-2- Adhésion des composite a base de fibre végétal et une matrice thermoplastique

L'adhésion est un phénomène complexe qui consiste en la formation d'un contact inter facial au niveau moléculaire entre les différents composés. Les molécules se déplacent ensuite pour atteindre l'équilibre d'adsorption en formant des liaisons physiques, plus ou moins fortes selon leur nature et/ou réagissent chimiquement pour former des liaisons covalentes. L'adhésion est donc affectée par des phénomènes d'enchevêtrement mécaniques, de diffusion, d'adsorption, de réactivité chimique et elle peut aussi être d'origine mécanique [10]

IV-2-1- Les méthodes de modification de la surface

Il existe deux principales méthodes de modification de la surface : les méthodes physiques et les méthodes chimiques.

IV-2-1-1- Les méthodes de modifications physiques

Les méthodes physiques ont pour but d'introduire un changement des propriétés structurales et surfaciques des fibres cellulosiques ou de la matrice thermoplastique, sans entraîner des modifications chimiques [27] Parmi ces méthodes, on peut citer :

➤ **Les traitements par décharge électrique (corona, plasmas froids)**

Le traitement corona a pour rôle de modifier l'énergie de la surface des fibres végétales. c'est une technique qui permet l'oxydation et l'activation de la surface des fibres [25].

Le traitement plasma a pour rôle de modifier les surfaces des fibres par altération ou élimination des couches de surface faiblement attachées tout en formant de nouveaux groupes fonctionnels [25]

➤ **Les agents dispersifs**

Ces produits, comme les cires et paraffines agissent sur des propriétés spécifiques qui entraînent des modifications de la surface permettant d'améliorer directement le composite ou indirectement en facilitant sa fabrication [9].

D'autres techniques de traitement physique existent, comme l'irradiation par Ultra-violet, la mercerisation et le traitement à l'ozone. L'ensemble de ces méthodes propose une gamme de solutions plus ou moins faciles à mettre en œuvre. Les agents dispersifs et additifs sont les plus largement répandus dans le domaine des composites WPC grâce à leur facilité d'application [25]

IV-2-1-2- Méthodes de modification chimique

La modification chimique du bois a été largement utilisée dans la fabrication des composites bois-polymère. Afin de rendre les fibres en bois à caractère polaires plus compatibles avec les polymères thermoplastiques non-polaires, donc le rôle du traitement chimique des fibres végétales et l'élimination de certains composés comme : l'hémicellulose, la lignine, la pectine et d'autres impuretés de la surface des fibres afin de réduire leur caractère hydrophile et d'améliorer l'adhésion inter faciale fibre/matrice. Plusieurs techniques chimiques des fibres naturelles sont rapportées dans la littérature telle que [24] :

IV-2-1-2-1- Couplage chimique

C'est l'une des méthodes de modification chimique des fibres la plus importante. Son principe repose sur l'utilisation d'agents de couplage qui permettent de former un pont chimique entre la fibre et la matrice. Ceux-ci sont couramment utilisés.

Les agents de couplage se classent en trois grandes catégories : les organiques, les inorganiques et les organiques-inorganiques [6]

IV-2-1-2-1-1- Les agents de couplage organiques –inorganiques

Sont des composés à structure hydrique dont la fonctionnalité organique régit l'efficacité de couplage. Les silanes et titanates ont été employés dans les WPC. En particulier, les silanes ; qui sont généralement dévolus aux composites renforcés avec des fibres de verre, agissent comme un agent dispersif mais leur couplage permet aussi d'améliorer la stabilité thermique ou dimensionnelle de certains composites WPC [27]

IV-2-1-2-2- Traitement Alcalin

C'est l'un des traitements chimiques les plus employés aux fibres naturelles destinées pour le renforcement des plastiques [9].

L'addition de l'hydroxyde de sodium (NaOH) à la fibre naturelle favorise l'ionisation du groupe d'hydroxyle selon la formule suivante :

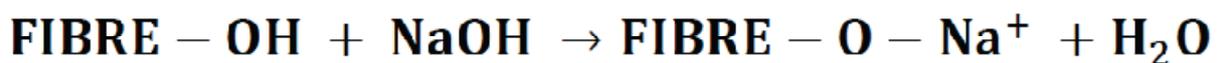


Figure 14: Réaction du traitement alcalin [25]

Cette partie est consacré aux moyens expérimentaux utilisés pour la réalisation de ce travail et présentera les différents matériaux qui ont servi à l'élaboration du composite, à savoir, la charge (farine de grignon d'olive), la matrice utilisée (PVC), ainsi que les caractéristiques de chacune d'elles ; le procédé utilisé pour la préparation des composites et les différentes techniques de caractérisations de ces derniers.

V- 1-Matériaux utilisés

V-1-1- Résine de PVC

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

V-1-2- Plastifiant

Un plastifiant est un solvant lourd, qui transforme un matériau initialement rigide en matériau souple et flexible. Nous avons utilisé un plastifiant qui est fourni par la société CABEL. Il s'agit du dioctylephtalate (DOP) du formule brute C₂₄H₃₈O₄ (figure 15) avec un teneur 45 pour cent de résine (pcr), et de masse molaire 390,6 g/mol.

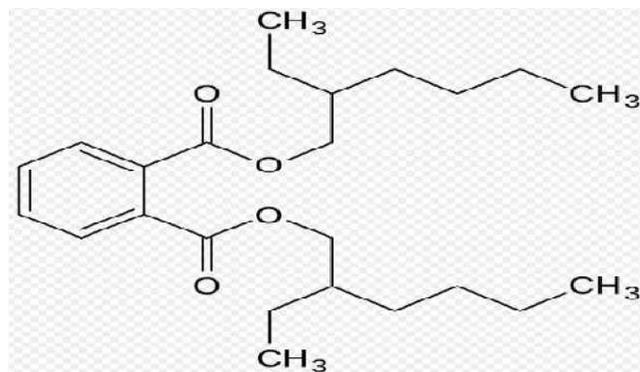


Figure 15 : Formule chimique du DOP [24].

V-1- 3- Stabilisants thermiques

Les stabilisants thermiques sont destinés à prévenir les effets néfastes de la chaleur, de la lumière et de l'oxygène, sur la macromolécule. Nous avons utilisé un stabilisant nommé Calcium/zinc (Ca/Zn) avec 6pcr, il été sous forme d'une poudre blanche.

V-1- 4- Lubrifiant

Les lubrifiants sont généralement de cires organiques d'alcools gras, d'acides gras, d'esters et de sels métalliques. Le lubrifiant utilisé est l'acide stéarique avec 0,75pcr, sous forme d'une poudre blanche



Figure 16: Formule chimique de l'acide stéarique.

V- 2-Mise en œuvre des matériaux

V- 2-1-Préparation de la farine du grignon d'olives

V- 2-1-1-Récolte du grignon d'olives

Nous avons utilisés trois différents grignons d'olives de trois régions différentes récoltés en mois de Février 2018:

- AGHRIBS situé à 40 km au nord-est de TIZI OUZOU, à 20 km au sud-ouest d'AZEFFOUN et à 13 km au nord-ouest d'AZAZGA, à une altitude de 584 m;



Figure 17: Situation géographique de la région des AGHRIBS.. (Google earth)

- FREHA située à 31 km à l'est de TIZI OUZOU, à 7 km à l'ouest d'AZAZGA et à 32 km au sud-ouest d'AZEFFOUN, à une altitude de 194m ;



Figure 18 : Situation géographique de la région de FREHA.(Google earth)

- TIZI GHENIFF situe au sud-ouest de la wilaya de TIZI OUZOU, traversé de l'est à l'ouest par la dépression de Draa El Mizan et elle est limité du nord par la commune M'kira, du sud-est par la commune de Draa El Mizan, à une altitude de 363 m.



Figure 19 : Situation géographique de la région de TIZI GHENIFF.(Google earth)



Figure 20: Grignon d'olive.

(Originale, 2018)

À fin d'obtenir de la farine à base du grignon d'olive, nous avons suivi différentes étapes à savoir : le lavage, séchage, broyage et tamisage.

V- 2-1-2- Lavage

Le lavage du grignon d'olive a été réalisé avec de l'eau froide et l'eau chaude à différentes reprises pour le séparer de la margine.



Figure 21: Lavage du grignon d'olive.

(Originale, 2018)

Les différentes températures utilisées au cours de ce lavage sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau V: Différentes températures du lavage

Températures de l'eau	Durées du lavage
66°C	14 min
63°C	12 min
64° C	08 min
66°C	07 min
60°C	05 min
31°C	06 min
16°C	04 min
12°C	03 min

V- 2-1-3-Séchage

Après avoir bien lavé les différents sortes de grignons, il a été laissé à l'air libre pendant sept jours à une température de 16.9 °C afin réduire le taux d'humidité (séchage).



Figure 22:Séchage du grignon d'olive.

(Originale, 2018)

V- 2-1-4-Broyage

Afin d'obtenir de la farine à partir du GO nous l'avons broyé avec deux types d'outils différents à savoir le moulin traditionnel et un moulin à café de marque SEB.



Figure 23:Moulin traditionnel.



Figure 24:Moulin à café (SEB)

(Originale, 2018)

V- 2-1-5-Tamisage

Après avoir broyé la charge, nous avons passé au tamisage qui s'est effectué au niveau du laboratoire de géologie du département de géologie TAMDA. Le tamisage a été fait à l'aide d'une tamiseuse A.S200 de marque Retsch à différents diamètres (500 μ m, 250 μ m, 125 μ m, 60 μ m, 40 μ m) pour obtenir de la farine à un diamètre inférieur ou égale 125 μ m.



Figure 25:Tamisage de la farine du GO

(Originale, 2018)

V- 3-Elaboration du composite PVC/grignon d'olive

Cette partie expérimentale a été réalisée au niveau de l'entreprise situé à Alger, qui est l'entreprise CABEL où nous avons fabriqué des plaques ainsi que la préparation des éprouvettes.

Le tableau suivant présente les quantités des produits afin de réaliser le mélange.

Tableau VI: Les différentes quantités des produits utilisés.

Produits	Quantités (pcr)
Résine de PVC	150
Plastifiant DOP	45
Stabilisant Ca/Zn	6
Charge végétale GO	45
Lubrifiant	0.75

pcr : partie par résine

V- 3-1-Obtention des plaques

Après avoir mélangé lapoudre de PVC et la farine du GO, nous avons ajouté les autres additifs (plastifiant, lubrifiant et stabilisant). Ce mélange est appelé : mélange à sec



Figure 26: Mélange à sec
(Originale, 2018)

Le mélange à sec a été introduit dans un mélangeur à cylindres de marque Le SCUYER de type A 80 à une vitesse de rotation de 29 tour/minutes et à une température de 136 °C. Le malaxage était maintenu pendant 5 minutes.



Figure 27: Le mélangeur à deux cylindres de SCUYER de type A 80

(Originale, 2018)

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



Figure 28: (a)- Presse de marque FONTJINE DE MODELE TP 400, (b)- L'obtention de la plaque (Originale, 2018)

V- 3-2-Préparation des éprouvettes de types H

À l'aide d'un appareil mécanique (emporte pièce), nous avons découpé les plaques obtenues en éprouvette de type H. Pour chaque échantillon nous avons réalisé 5 éprouvettes, dont les caractéristiques sont les suivantes :

- longueur totale : $75 + 2\text{mm}$;
- longueur partie calibrée : $25 + 0,5\text{mm}$;

- largeur aux extrémités : $12.5 + 1$ mm ;
- largeur partie étroite : $4 + 0,1$ mm.

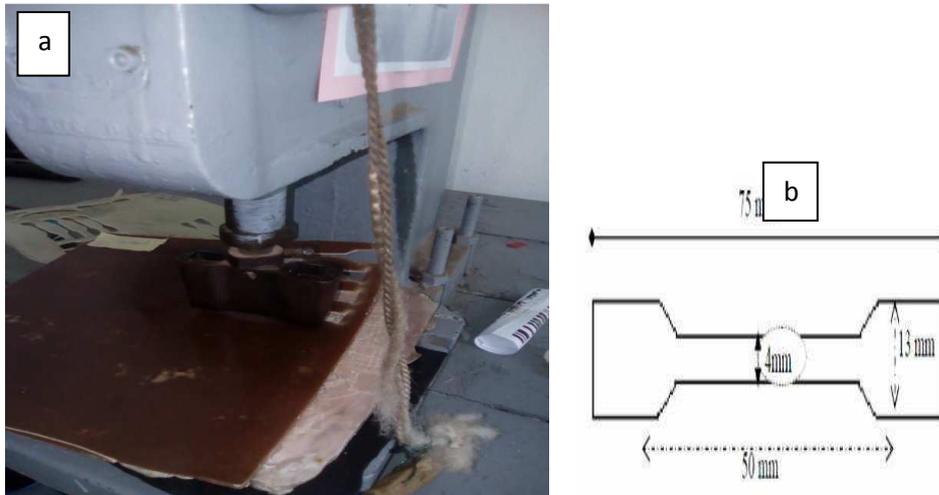


Figure 29:(a)-Model des éprouvettes de type H, (b)-les caractérisations d'éprouvettes obtenus.

(Originale, 2018)

V-4- La caractérisation

V-4-1- Caractérisation des différentes farines de GO

V-4-1-1-Détermination du taux d'absorption d'eau de la farine du grignon d'olive

Le taux d'absorption d'eau est la quantité d'eau maximale que peut absorber un échantillon préalablement étuvé pour qu'il puisse perdre son eau libre, après immersion complète dans de l'eau distillée [24]. L'expérience est réalisée au niveau de laboratoire de chimie du socle SNV de l'Université de Mouloud Mammeri (Tamda).

Pour la détermination de taux d'absorption nous avons suivi la procédure suivante :

- 1- nous avons pesé au préalable des creusets vides ;
- 2- ensuite nous avons pesé les creusets en ajoutant 5g de la farine de GO ;
- 3- puis étuvé les différents échantillons pendant 24 à une température de 105°C ;
- 4- les échantillons ont été sortis de l'étuve et laissés refroidir pendant une heure dans un dessiccateur pour être ensuite repesés ;
- 5- les échantillons ont été immergés dans 100ml d'eau distillée pendant 24 h ;
- 6- après 24h, à l'aide du papier filtre nous avons filtré les échantillons puis ensuite pesés

Pour le calcul de la teneur en eau, nous avons utilisé la formule suivante :

$$Ab\% = \frac{M_f - M_0}{M_0} \times 100$$

Avec :

- Ab% : Pourcentage d'absorption ;
- M_f : la masse après immersion ;
- M_0 : la masse avant immersion.



Figure 30: Pesé de l'échantillon



Figure 31: Etuve



Figure 32: Echantillons dans l'étuve **Figure 33:** Filtrage de la farine de Go
(Originale, 2018)

V-4-1-2-Détermination du taux de cendre de la farine du GO

C'est le pourcentage de résidus restant après combustion sèche du grignon d'olives à une température allant de 500 à 550°C [24].

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

Pour déterminer ce taux différentes étapes ont été suivies :

- 1- en premier lieu, nous avons pris 3 creusets, puis à l'aide d'une balance analytique, nous avons pesé leurs masses vides ;
- 2- ensuite, nous avons introduit 2g de notre broyat de farine dans le creuset et nous avons pesé le creuset rempli ;
- 3- après, nous avons mis le creuset rempli dans un four à moufle à une température allant jusqu'à 550°C pendant 3 heures et 30 minutes ;
- 4- au bout du temps écoulé, nous avons retiré les creusets du four, nous les avons mis dans un dessiccateur rempli de silicagel, pendant quelques minutes pour se refroidir ;
- 5- une fois les échantillons refroidis, nous avons pesé une dernière fois le creuset, pour obtenir le taux de cendre (matière minérale), en pourcentage.



Figure 34: Balance analytique



Figure 35: Four à moufle



Figure 36:Dessiccateur

(Originale, 2018)

Le calcul de la teneur en cendre est donné par la formule suivante :

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

Avec :

- W : teneur en cendre en gramme ;
- m_1 : poids de creuset avec les cendres en gramme ;
- m_2 : poids de creuset vide en gramme ;
- m_0 : prise d'essais de 2g.

V-4-1-3-Détermination du taux de polyphénol de la farine du GO par Spectroscopie à UV

Les polyphénols sont une catégorie de molécules organiques largement représentées dans le règne végétal. Les polyphénols jouent un rôle antioxydant. IL existe trois grandes classes : les acides phénols, les flavonoïdes et les tanins.

V- 4-1-3-1-Matériels et réactifs utilisés au laboratoire

Dans cette partie nous avons utilisé essentiellement un spectrophotomètre UV visible de type thermo spectronic, du méthanol 80% (80 ml du méthanol + 20% d'eau distillée), réactif de FollinCiacalteur dilué 10 fois (2.5 ml du FC + 25ml d'eau distillé) et 20 fois (2.5 ml du FC +

50 ml d'eau distillé), solution de Na_2CO_3 (carbonate de soude) à concentration de 74g /l (dilution de 10 g de Na_2CO_3 + 50 ml d'eau distillé) , solution d'acide gallique (5g dissout dans 100 ml d'eau distillé)...etc.

V- 4-1-3-2-Mode opératoire

V- 4-1-3-2-1-Extraction des polyphénols

Pour réussir l'extraction, nous avons préparé 3 pesés de 50 mg de la farine du GO à l'aide d'une balance de précision à 0,0001. Puis nous avons ajouté 20 ml du méthanol à 80% pour chaque pesée. Ces dernières sont mises sous agitation pendant 2h, puis filtré et récupéré le filtrat ou bien la solution à dosé.



Figure 37: Agitateurs.

(Originale, 2018)

V-4-1-3-2-2- Dosage des polyphénols

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

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



Figure 38: Spectrophotomètre à UV.

(Originale, 2018)

Les polyphénols sont dosés par la spectrophotométrie UV visible en utilisant le réactif Folin-Ciocalteu :

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

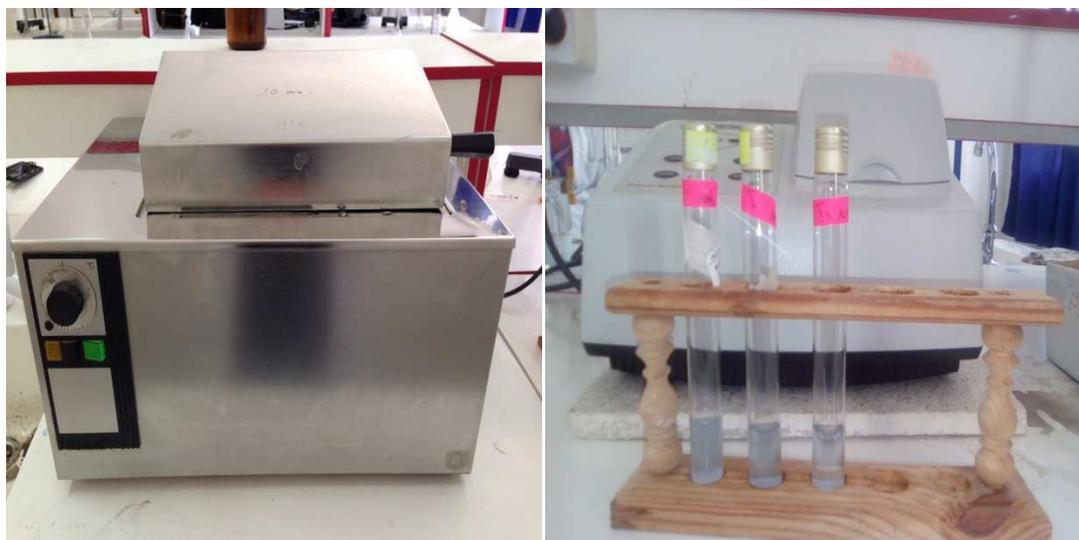


Figure 39: Bain marie. **Figure 40:** Tube à essai après le bain Marie.

(Originale, 2018)

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

$$\% \text{ phénols totaux} = \left(\frac{C \times V}{1000 \times M} \right) \times 100$$

Avec :

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

V : Volume de la solution (0.5ml) ;

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

V- 4-1-4-Analyse morphologique par le microscope optique

La microscopie optique est une technique de microscopie capable de produire des images de la surface d'un échantillon. Nos photomicrographies ont été obtenues au niveau du laboratoire de chimie situé à l'Université Mouloud Mammeri (Hasnaoua) à Tizi-Ouzou où nous avons effectué une observation sur un échantillon de la farine du Go par un microscope optique de marque OPTIKA.

V- 4-1-5-Analyse spectrale par IRTF

La spectroscopie IRTF est l'une des méthodes les plus efficaces pour l'identification des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs propriétés vibrationnelles. En effet le rayonnement IR excite des modes de vibrations (déformation, élongation) spécifiques de liaisons chimiques [6, 10, 41].

Dans cette étude, les spectres IR des différents échantillons ont été enregistrés en mode absorbance, à l'aide d'un spectrophotomètre à transformées de Fourier de marque Perkin Elmer. Cet appareil est piloté par un ordinateur.

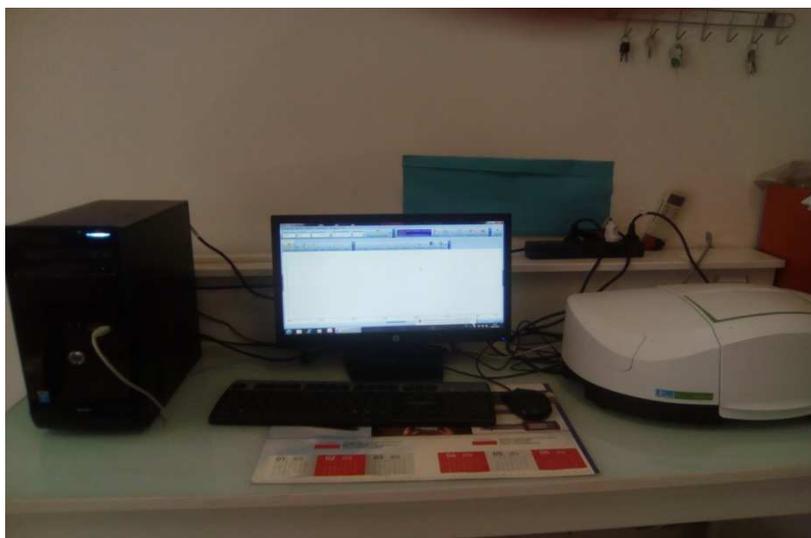


Figure 41 : Spectrophotomètre à transformées de Fourier de marque Perkin Elmer.

(Originale, 2018)

Pour appliquer cette technique dans le cas de nos échantillons, il est nécessaire, au préalable, de mélanger une petite quantité de la farine GO finement broyée avec le bromure de potassium (KBr). Les échantillons à analyser sont préparés sous forme de pastilles.

V- 4-1-6- Taux de cellulose

Cette partie est réalisée au de l'entreprise publique économique ONAB nutrition située à l'adresse suivante 04 de Chemin IdirKanoun, Gue de Constantine.

Pour obtenir le taux de la cellulose ils ont suivi les étapes suivantes :

- Prendre 0,5 g (Pe) de l'échantillon dans un erlen à col rodé de 250ml et ajouter 50ml de H₂SO₄, chauffer pendant 30 minutes ;
- Verser le dans des tubes de centrifugation et centrifuger pendant 30 minutes, juter le surnageant et rincer l'ester ;
- Mettre quelques gouttes d'indicateur colorer et neutraliser avec NaOH, recentrifuger pendant 30 min et juter les surnageant et récupérer le culot ;
- Avec 50 ml de NaOH et procéder a l'attaque basique on chauffant avec NaOH pendant 30 minutes ;
- Récupérer le liquide centrifugé pendant 30 minutes, juter le surnageant, rincer l'erien et remettre dans le tube quelques gouttes d'indicateur coloré et neutralisé avec l'acide ;
- Recentrifuger pendant 30 minutes et récupérer le culot dans des creusets ;
- En porcelaine sécher toute une nuit à 50°C et peser (P₁) ;
- Mettre au four à 550°C pendant 3h et peser (P₂).

Le taux de la cellulose est calculé comme suite :

$$\%C = \frac{P_2 - P_1}{Pe} \times 100$$

V- 4-2-Cratérisation des formulations du composite PVC/grignon d'olives

Afin d'étudier nos composites, nous avons recourt au test d'absorption d'eau, qui nous renseigne sur le comportement et la durabilité de nos différents formulations dans des milieux humides, les tests mécaniques qui donne une appréciation sur la qualité de notre matériau et enfin l'analyse morphologique par le microscope optique qui est une analyse qualitative.

V- 4-2-1-Détermination du taux d'absorption du composite

C'est la quantité d'eau maximale que peut absorber un échantillon 50mm x 50mm x 2mm après une immersion complète dans de l'eau distillée [24,27].

Pour connaitre le taux d'absorption, nous avons suivi le protocole suivant :

1. nous avons préparé trois échantillons pour chaque formulation de dimensions 50mm x 50mm x 2mm ;
2. nous avons pesé chaque échantillon ;
3. nous avons immergés chacun totalement dans de l'eau distillée, à température ambiante pendant 24h ;
4. après les 24h, les échantillons ont été bien essuyés à l'aide du papier absorbant puis repesés pour déterminer enfin leur taux de d'absorption ;

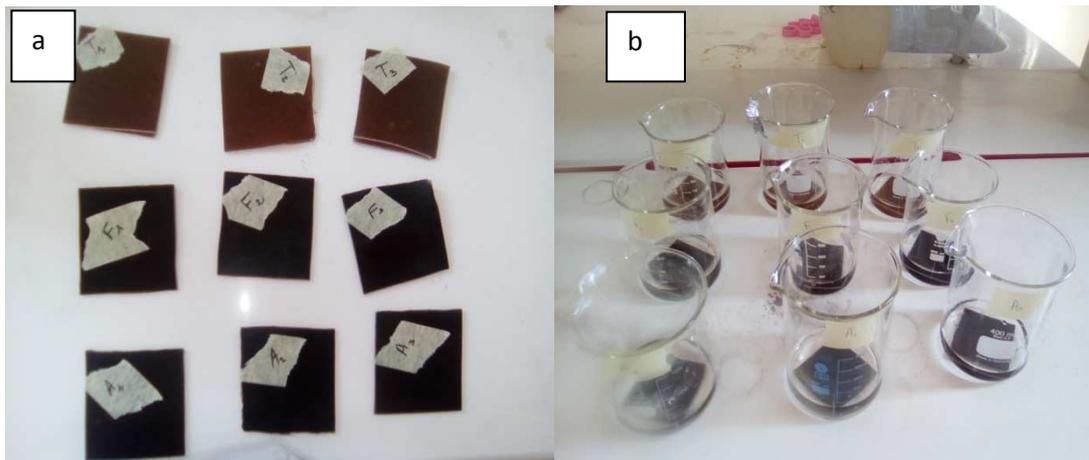


Figure 42: a-Echantillons des plaques réalisées b- Echantillon immergé dans l'eau distillée (Originale, 2018)



Figure 43: Séchage des échantillons avec le papier absorbant. (Originale, 2018)

Le calcul de taux d'absorption est donné parla formule suivante :

$$\% = \frac{M_f - M_0}{M_0} \times 100$$

Avec :

- **M₀**: étant la masse avant immersion ;
- **M_f**: masse après immersion.

V- 4-2-2-Essais mécaniques

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

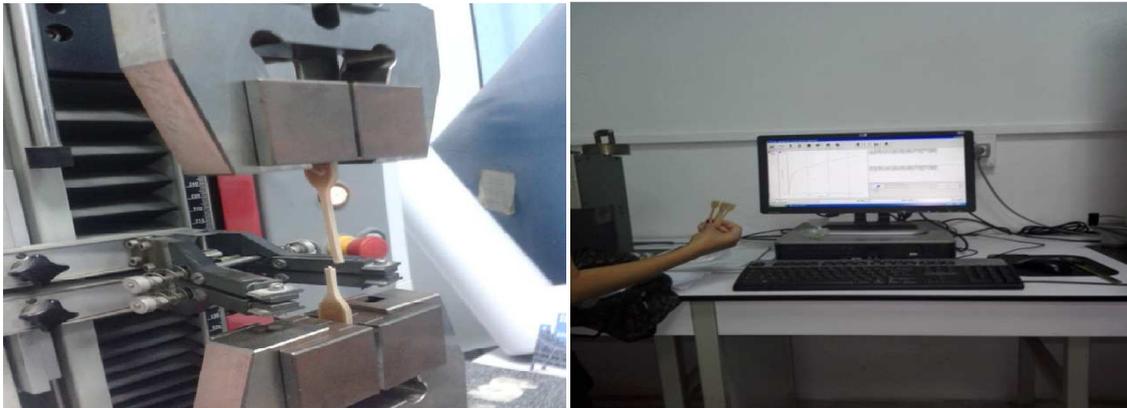


Figure44: Machine d'essai de traction de marque ZWICK de type BTC-FR 2.5TN.D09.

(Originale, 2018)

Les propriétés que nous avons étudié est la rigide via le module de Young, la résistance via la résistance à la traction et l'allongement à la rupture, que nous allons définir dans ce qui suit:

- **Module d'élasticité:** C'est le rapport de la contrainte de traction à la déformation correspondante dans la limite de contrainte maximale qu'une matière peut supporter ;
- **Contrainte à la rupture:** C'est la charge de traction supportée par l'éprouvette à l'instant de sa rupture par unité de surface ;

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

V- 4-2-3-Analyse morphologique par microscope optique

Nos photomicrographies ont été obtenues à partir des faciès de quatre échantillons d'éprouvettes. Après fragilisation à l'aide de l'azote liquide, chez un vétérinaire situé à SOUK EL HED TIMIZERT. Par le test du microscope optique au niveau du même laboratoire d'électrochimie et corrosion situé à Hasnaoua que pour la fibre, et en utilisant le même appareil décrit auparavant. Concernant le temps de l'immersion pour chaque éprouvette voir le tableau ci-dessous.



Figure 45: a- Bouteille de l'azote liquide, b- Eprouvettes immergées dans de l'azote liquide.

(Originale, 2018)

Tableau VII : Temps d'immersion dans l'azote liquide de différentes éprouvettes :

Différentes éprouvettes	Temps d'immersion (minutes)
AGHRIBS	15
FREHA	5
TIZI GHENIF	5

PVC vierge	25

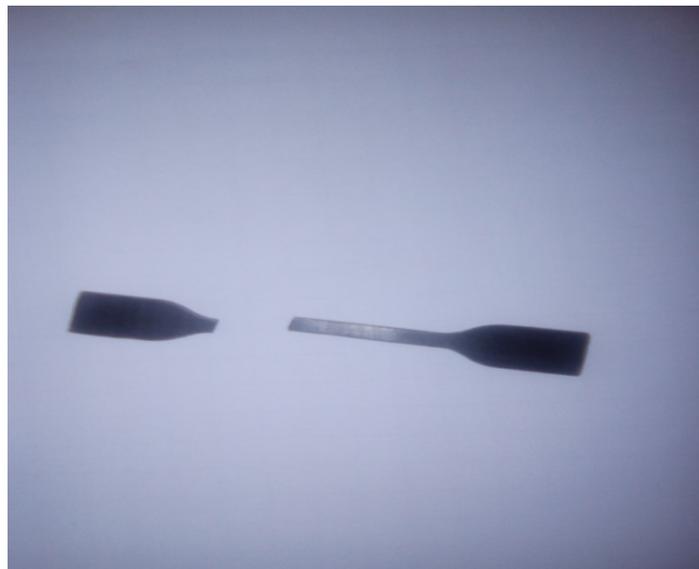


Figure 46: Rupture d'éprouvettes après immersion dans de l'azote liquide.

(Originale, 2018)

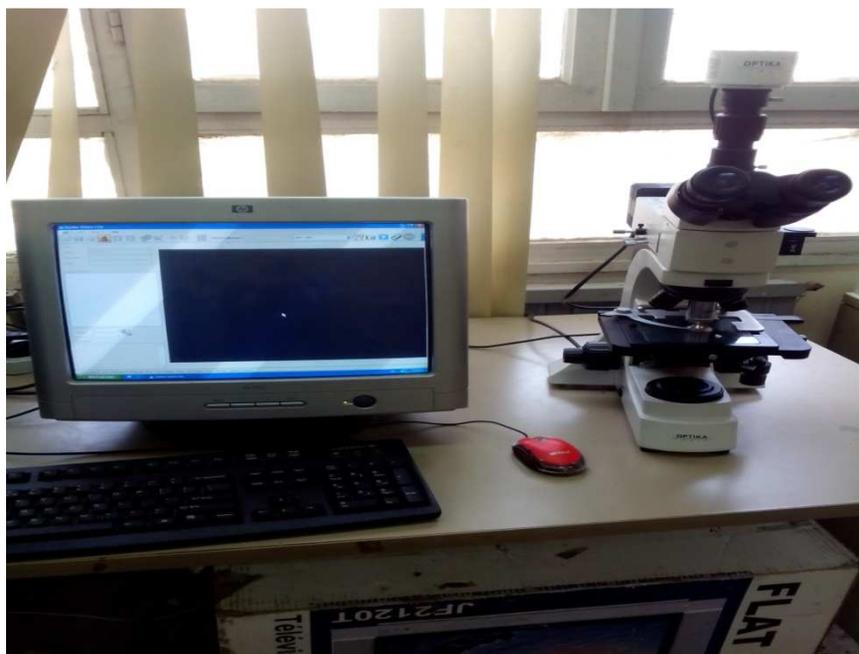


Figure 47 : Microscope optique.

(Originale, 2018)

VI-1- Caractéristiques de la fibre

VI-1-1-Détermination du taux d'absorption

Les résultats obtenus après 24h d'immersion des trois échantillons dans de l'eau distillée ainsi que le taux d'absorption sont présentées sur la figure N° 48.

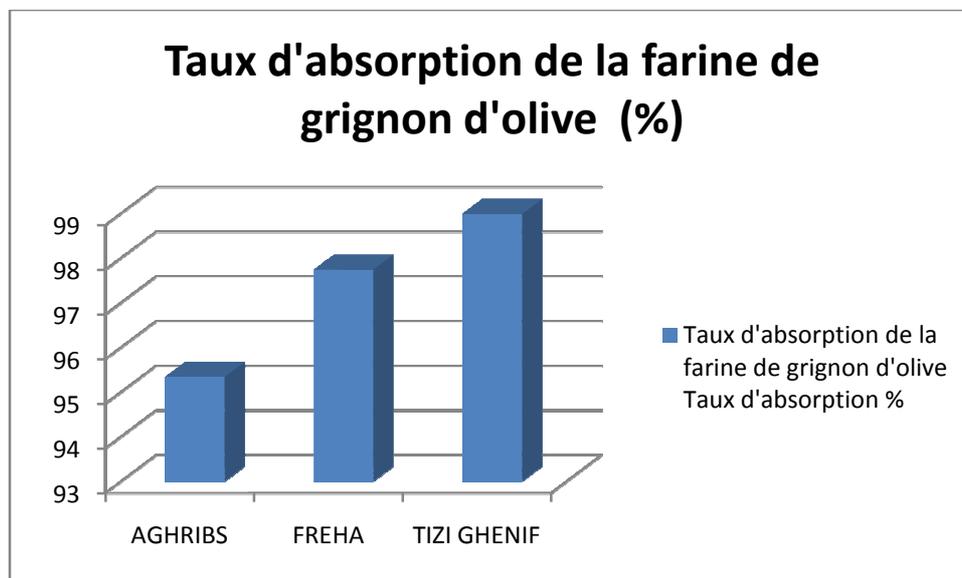


Figure 48 : Histogramme du taux d'absorption de la farine Go.

Nous remarquons que le taux d'absorption est élevé dans la farine de TIZI GENIFF avec un taux de 98,99%, suivi de FREHA avec 97,74%, puis AGHRIB avec 95,34%. L'absorption est due à la nature hydrophile de la fibre, comme toutes charges lignocellulosiques [24].

D'après Ahmed mozaffari et al [38] la fibre du grignon d'olive a une quantité importantes du lignocellulose qui contribue à cette absorption.

VI-1-2-Détermination du taux de cendre

Les résultats obtenus du taux de cendres des trois types de farines de grignons d'olives sont données sur la figure N° 49 :

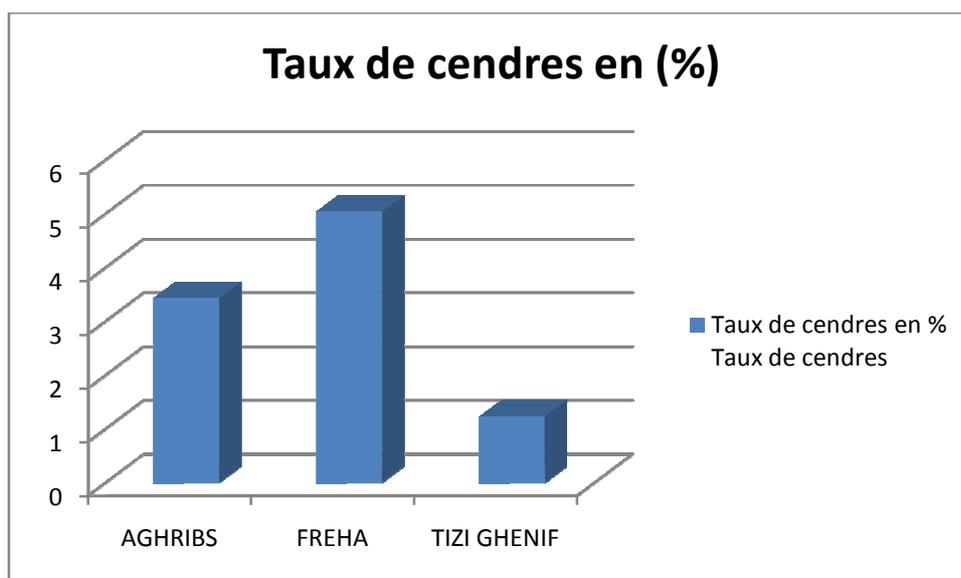


Figure49: Histogramme des taux de cendres.

Après l'incinération de la farine de GO, nous avons constaté que la matière organique a totalement disparue et il en reste que la matière minérale.

D'après ces résultats, nous remarquons que le taux de cendre est élevé dans la poudre de FREHA avec un pourcentage de 5,05%, suivi d'AGHRIBS avec 3,44% puis TIZI GHENIFF 1,24%.

La farine de FREHA a un taux de cendre élevé par rapport aux autres car elle contient plus de minéraux.

Il faut savoir que la teneur en cendre varie considérablement selon l'espèce et dépend de la nature et la composition des sols sur les quels les plantes poussent, en effet ces dernières prennent du sol les éléments qui leurs sont nécessaires [24].

Selon SAAD Houda[39], des exemples de la teneur en cendres de quelques espèces : l'alfa de Kasserine (3,6%), bois résineux et feuillus (1%), les folioles de palme (6,5%), le bois du palmier (4,6%). La nature et la composition chimique du sol pourraient être à l'origine de cette différence en teneur.

VI-1-3- Détermination du taux des polyphénols

Les composés phénoliques jouent un rôle important dans le métabolisme de la plante mais aussi peuvent réagir dans les interactions des plantes avec leur environnement biologique et

physique. Toutes les catégories de composés phénoliques sont impliquées dans les mécanismes de résistance [33].

Le résultat de calcul du taux des polyphénols sont porté sur la figure N° 51 :

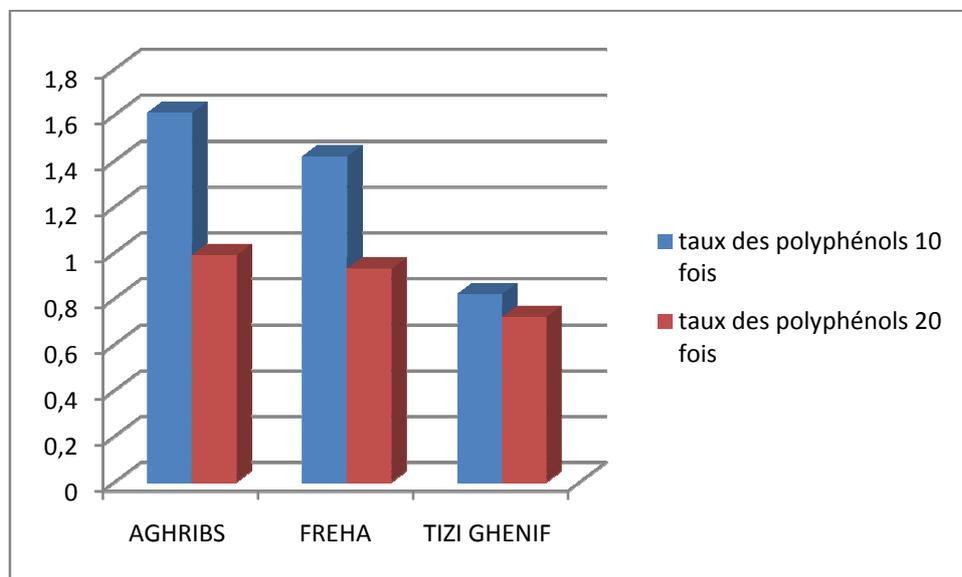


Figure51 :Histogramme des taux de polyphénols totaux des différentes régions.

D'après les résultats obtenus nous remarquons que le taux des polyphénols est élevé dans la solution dosé à 1/10.

Nous avons constaté que le taux des polyphénols diffère d'une région à une autre, AGHRIBS contient un taux de polyphénols très important par rapport aux autres régions.

Selon harris et al [35] les composés phényliques peuvent être influencé par les facteurs climatique et environnementaux comme : les précipitations, la lumière, la topographie, la saison et le type de sol.

D'autres facteurs peuvent influencer la teneur en polyphénols et expliquer les variations observés au sein de l'espèce végétale étudiée : les méthodes d'extraction employées, la nature chimique des produits à extraire, etc [36].

Macheix et al [37] ont rapporté que le patrimoine génétique joue un rôle important dans la variation de la teneur en composés phénoliques, ce qui fait que la concentration des

polyphénols est très variable de l'état de la maturité de l'espèce, de l'organe de provenance, d'une espèce à une autre, et d'une variété à une autre.

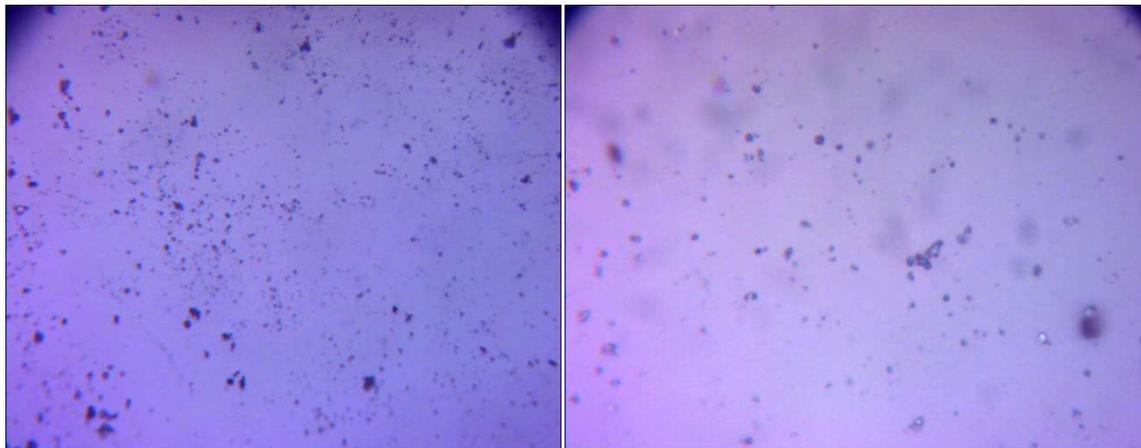
VI-1-4-Analyse morphologique par le microscope optique

Comme il est important de connaître la morphologie de la farine du grignon d'olives ayant servis de charge dans la matrice PVC, nous avons utilisé l'imagerie par microscope optique. La farine de grignon présente une distribution de taille variable et une surface rugueuse.

Echantillon N°01 : AGHRIBS

Fibre x200

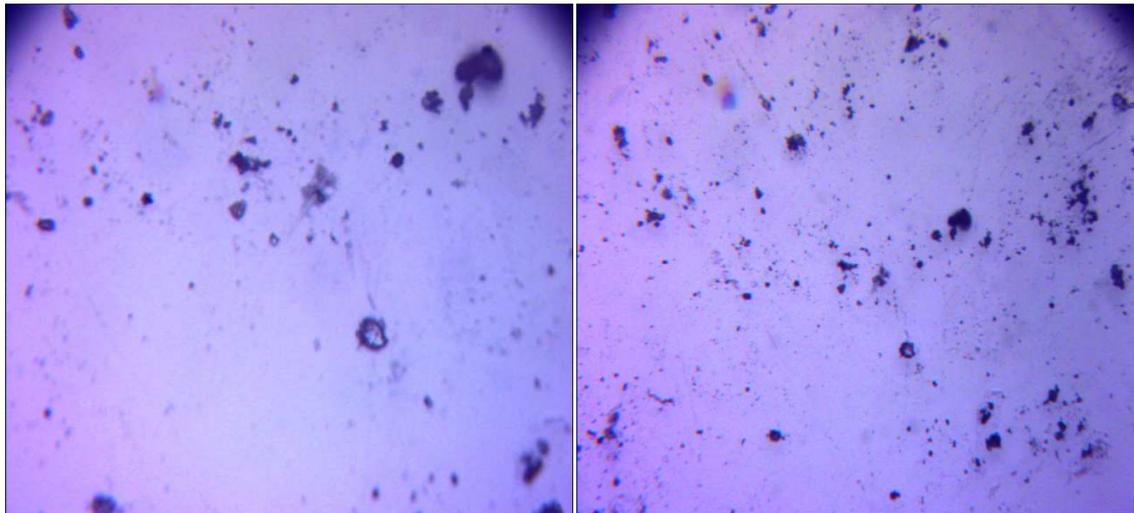
Fibre x1000



Echantillon N° 02 : FREHA

Fibre x200

fibre x1000



Echantillon N°03 : TIZI GHENIF

Fibre x200 Fibre x 1000

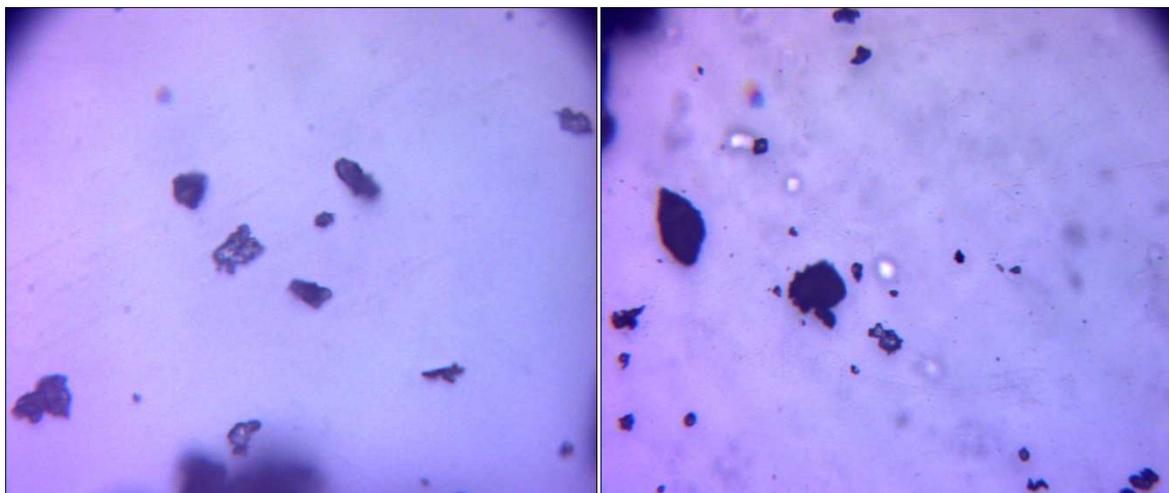


Figure 52: Micrographies des différentes poudres du GO.

VI-1-5- Analyse spectrale par IRTF

Les résultats de l'analyse spectrale par l'IRTF sont présentés ci-dessous :

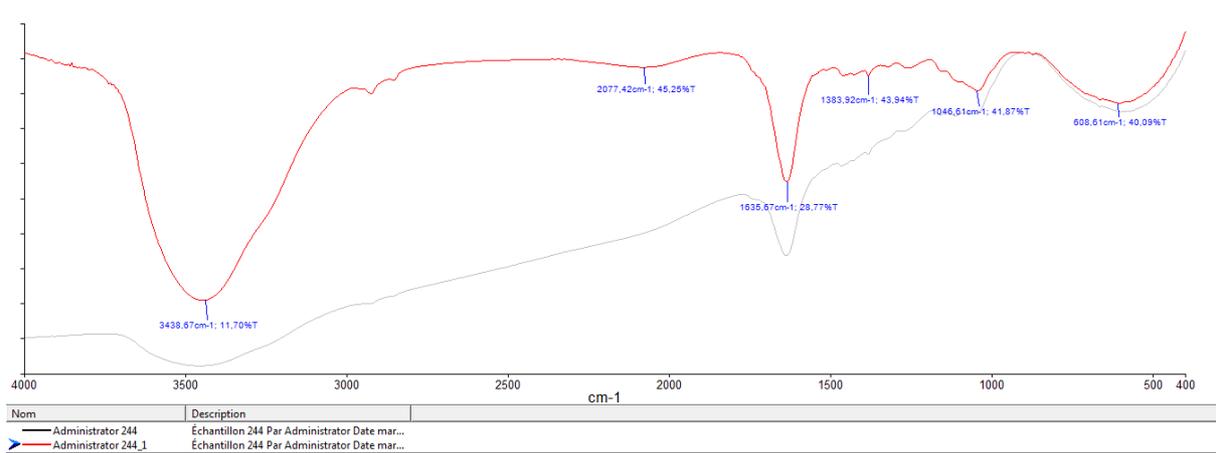


Figure 53 : Spectre IRTF de la farine du GO d'AGHRIBS.

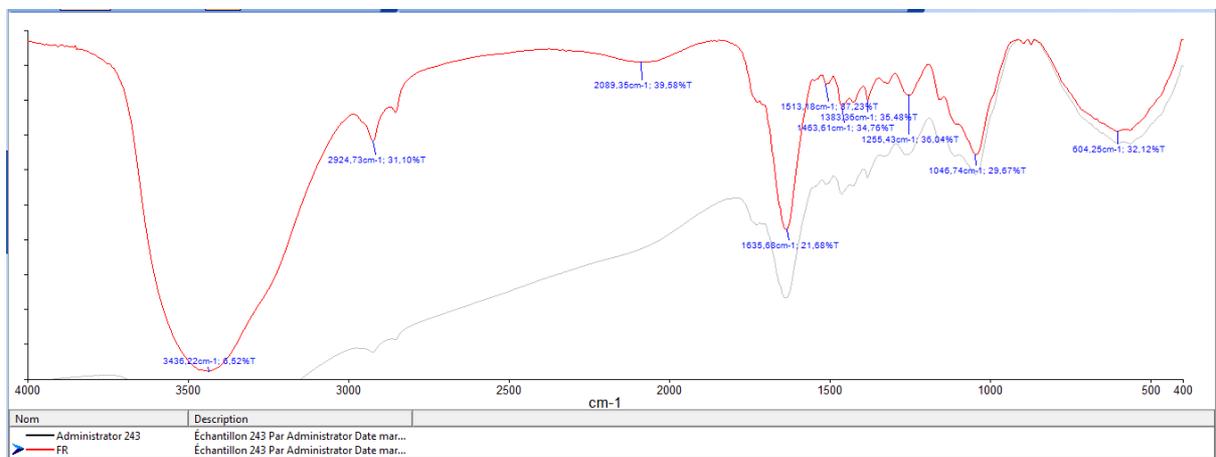


Figure 54: Spectre IRTF de la farine du GO de FREHA.

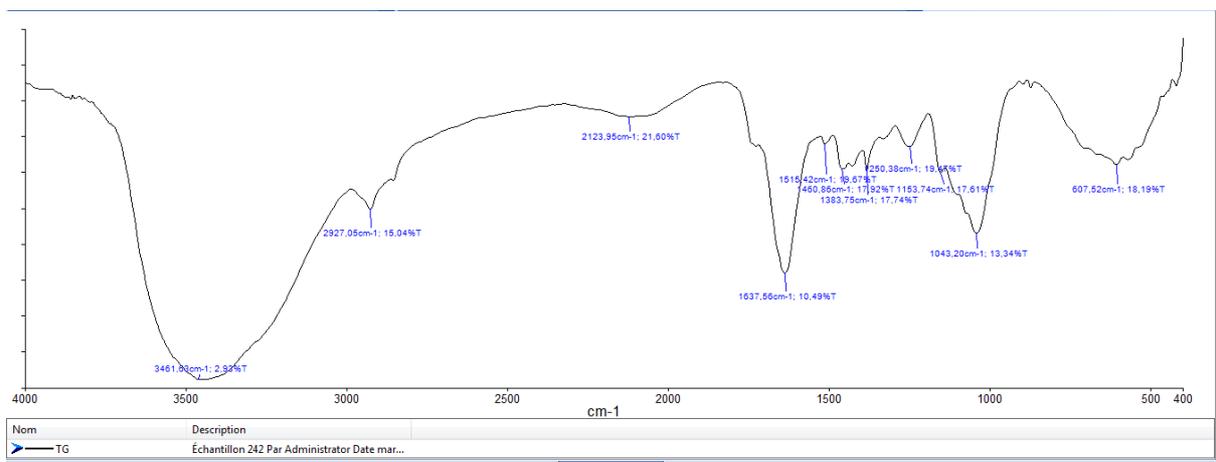


Figure 55: Spectre IRTF de la farine du GO de TIZI GHENIFF.

L'analyse par IRTF obtenu montre la présence de différentes bandes de vibration [45]. Chaque bande d'absorption qui apparait sur le spectre correspond à une fonction ou groupement chimique [41, 44].

Les différentes bandes caractéristiques des constituants de nos charges sont résumés dans le tableau N°XII.

Tableau XII : Les bandes d'absorption enregistrées pour la fibre de GO par IRTF.

Nombre d'onde cm^{-1}			Type de Vibrations
AGHRIBS	FREHA	TIZI GHENIFF	
3438	3436	3461	Vibration d'élongation des groupements hydroxyles -OH
2077	2089	2123	Vibration d'élongation symétrique des liaisons C-H du groupe CH ₂
1635	1635	1637	Vibration des groupements carbonyles C=O
1383	1383	1383	Vibration de déformation symétrique des liaisons C-H
1046	1046	1043	Vibration de déformation des liaisons C-O-C de la cellulose et de l'hémicellulose
			Vibration de déformation des

608	604	607	hydroxyles O-H des polysaccharides
-----	-----	-----	------------------------------------

Des spectres obtenus, les bandes qui s'étendent aux alentours de 3438,3436 et 3461 cm^{-1} sont attribuées aux vibrations d'élongation des groupements hydroxyles (-OH) des celluloses et hémicelluloses [41,44]. Les bandes d'intensité moyenne centrées vers 2070 cm^{-1} et 2089 cm^{-1} , et 2123 cm^{-1} traduisent les vibrations d'élongation symétrique et asymétrique des liaisons C-H du groupe $-\text{CH}_2$ des segments de la cellulose et de la lignine [41,44].

Les spectres révèlent aussi des bandes d'absorption à 1635 cm^{-1} pour les grignon de FREHA et d'AGHRIB, et à 1637 cm^{-1} pour celui de TIZI GHENIFF associées aux vibrations d'élongation des groupements carbonyles C=O présent dans les hémicelluloses et les lignines [44].

Les bandes d'absorption observées à 1383 cm^{-1} pour les trois régions sont essentiellement dues aux vibrations de déformation des groupements $-\text{CH}_2$ et $-\text{CH}_3$, contenus dans les structures de la lignine et l'hémicellulose [41,44].

Nous remarquons aussi une bande d'absorption à 900 cm^{-1} sur les trois spectres, cette dernière est caractéristique de la vibration de flexion de la liaison $-\text{CH}$ aromatique (hors plan) [39].

Enfin, des pics d'absorption observés à 608 cm^{-1} pour la région d'AGHRIBS, 604 cm^{-1} pour la région de FREHA et à 607 cm^{-1} pour la région de TIZI GHENIFF, ces derniers sont liés à la déformation du groupement (-OH) [41].

VI-1-5- Taux de cellulose

Les résultats d'analyses des taux de la cellulose des différentes régions sont donnés dans l'histogramme suivant :

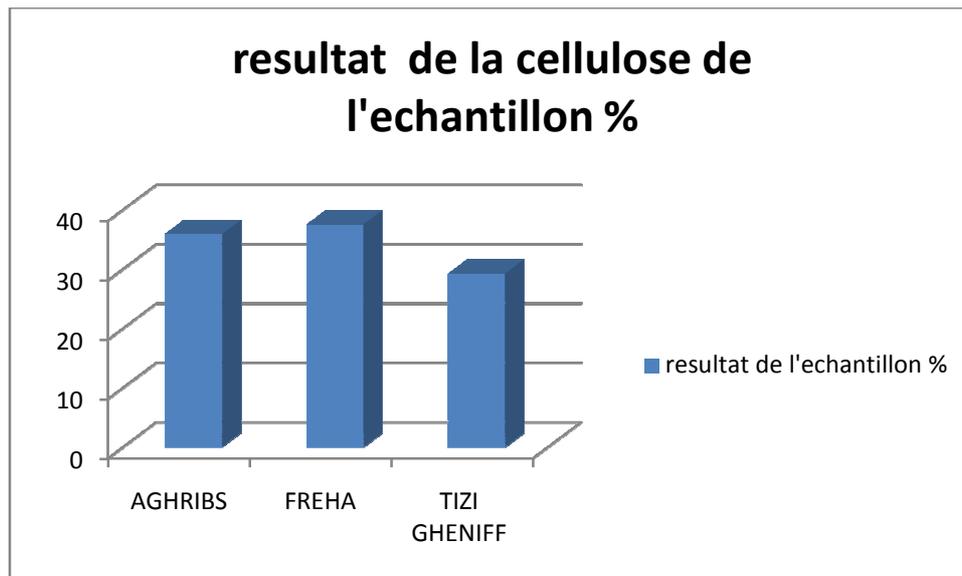


Figure 56 : Histogramme des taux de la cellulose.

D'après nos résultats nous constatons que le taux de la cellulose diffère dans les trois régions

Nous remarquons un taux élevé de la cellulose au niveau de la farine de GO de FREHA avec 37,55% suivi d'AGHRIBS avec un taux de 35,96% et TIZI GHENIFF avec 29,3%.

Selon Godin B. et al., les teneurs en cellulose, en hémicelluloses et en lignine des biomasses lignocellulosiques sont variables tant entre espèces qu'au sein d'une même espèce [47],

VI-2- Caractéristiques du composite

VI-2-1- Détermination du taux d'absorption

Les résultats après immersion de 24h des différentes formulations sont montrés sur la figure N° 57 :

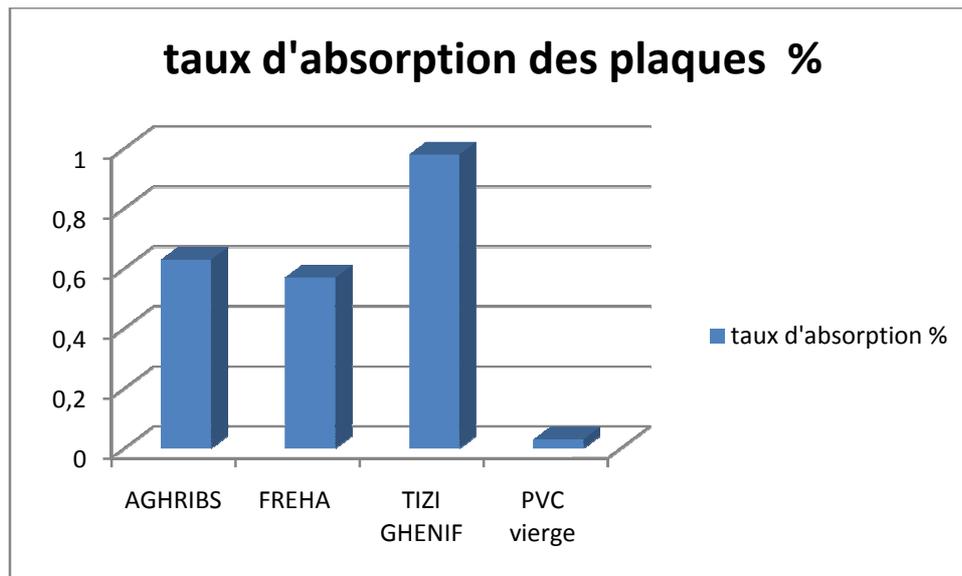


Figure 57 : Histogramme du taux d'absorption des plaques.

D'après nos résultats nous avons observé que le composite a un taux d'absorption plus important que le PVC vierge (0,03%), et cela est dû au caractère hydrophile de la fibre et à la présence des porosités. TIZI GHENIFF a un taux d'absorption plus élevé avec 0,98%, suivi d'AGHRIBS 0,63%, puis FREHA avec 0,57%.

D'après [40], les fibres cellulosiques sont fortement riches en groupements hydroxyles, ces derniers forment avec les molécules d'eau des liaisons hydrogènes.

VI-2-2-Essais mécaniques

VI-2-2-1- Allongement et contrainte à la rupture

Les résultats de l'allongement et de contrainte à la rupture sont donnés sur les figures N° 58 :

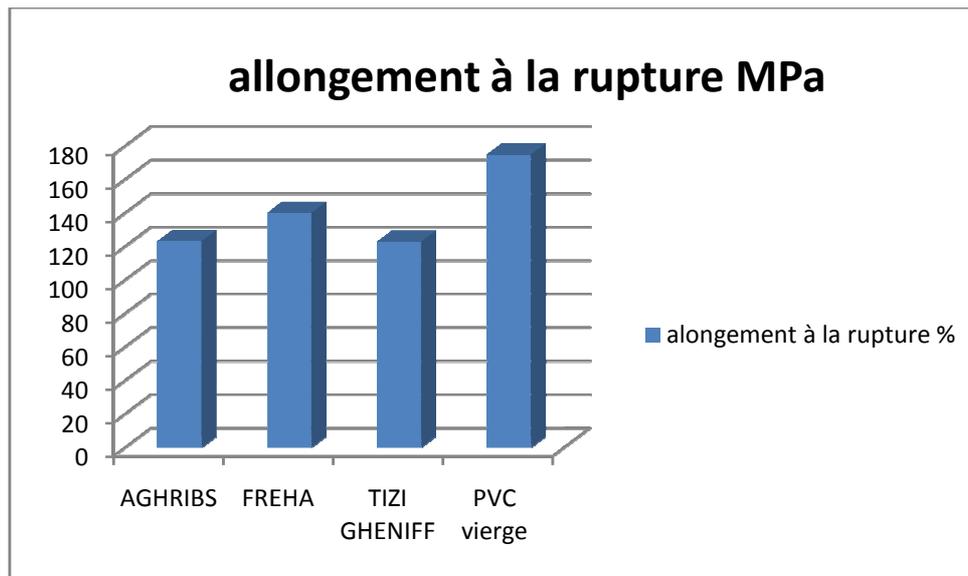


Figure58 :Histogramme de l'allongement à la rupture des différentes formulations.

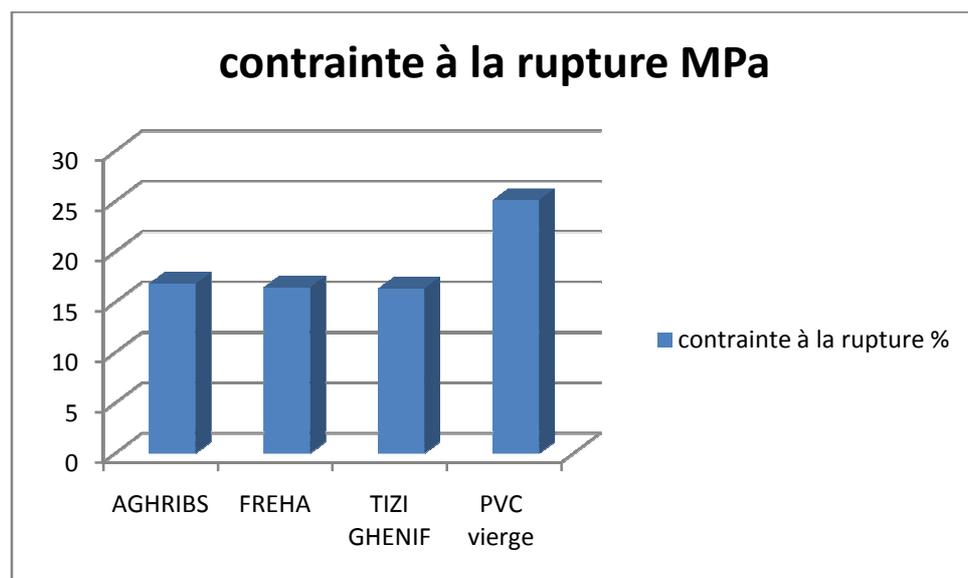


Figure 59: Histogramme de contrainte à la rupture des différentes formulations.

D'après les résultats obtenus, nous remarquons que l'allongement et la contrainte à la rupture des différentes formulations sont inférieure au PVC vierge, et cela est du à la présence de la charge végétale dans nos composite.

Dans le test de l'allongement à la rupture FREHA a un allongement important qui est de 140,12 MPa, suivi d'AGHRIBS à 123,21 MPa, puis TIZI GHENIFF avec 122,92 MPa.

Et pour le test de la contrainte à la rupture le PVC vierge a une contrainte de 25,13 MPa suivi de AGHRIBS avec 16,84 MPa, puis FREHA 16,47MPa et en dernier TIZI GHENIFF avec 16 ,36 MPa.

En effet d'après certains auteurs cela s'explique principalement par la mauvaise dispersion de la farine d'olive et par une interaction interfaciale médiocre entre la masse et la matrice [11].

Il existe une différence dans les différentes formulations et cela est due à la dispersion de la fibre dans le composite, et à la différence des taux des constituants majoritaires des charges (cellulose, lignine et hémicellulose).

VI-2-2-2- Module de Young

L'histogramme suivant illustre le module de Young qui indique la rigidité des matériaux :

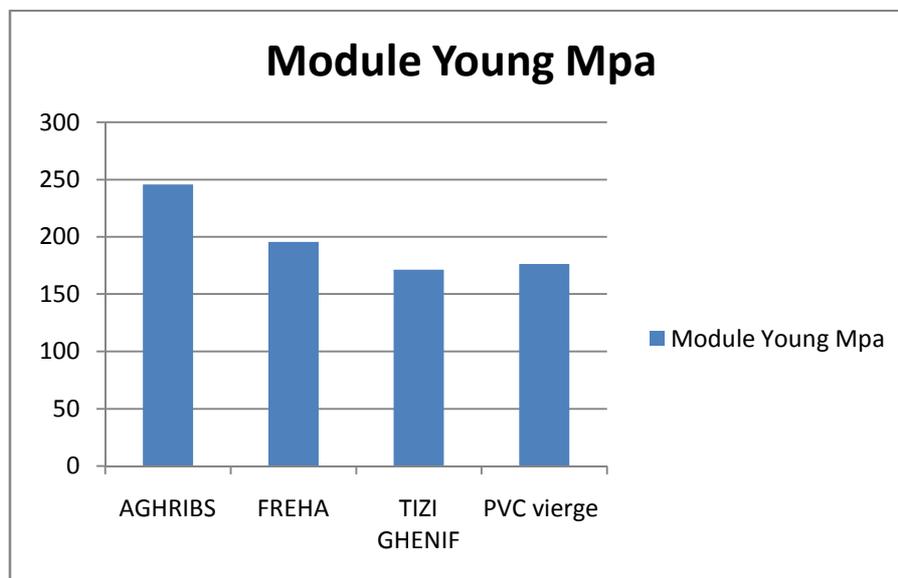


Figure60 :Histogramme du module de Young .

D'après les résultats obtenus on remarque que le module de Young de la région d'AGHRIBS (245,62 MPa) et celle de FREHA (195,68 MPa) est supérieur au module de Young du PVC vierge (176,32 MPa), contrairement à la région de TIZI GHENIFF (171,29 MPa) qui a un module inférieur. Des résultats similaires ont été rapportés par Djidjeli et al[42] et sapuana et al [43], ces auteurs ont attribué ce comportement à la phase rigide de la farine du GO dispersée qui confère une grande rigidité à la matrice polymère

Avec l'ajout de farine d'olive, le module de Young a été légèrement augmenté en raison de la rigidité élevée de la farine d'olive elle-même [11].

VI-2-3-Analyse morphologique par microscope optique

Les figures qui suivent présentent les images par le microscope optique du PVC vierge et les différentes formulations du composites PVC/farine de grignon respectivement.

x500

x1000

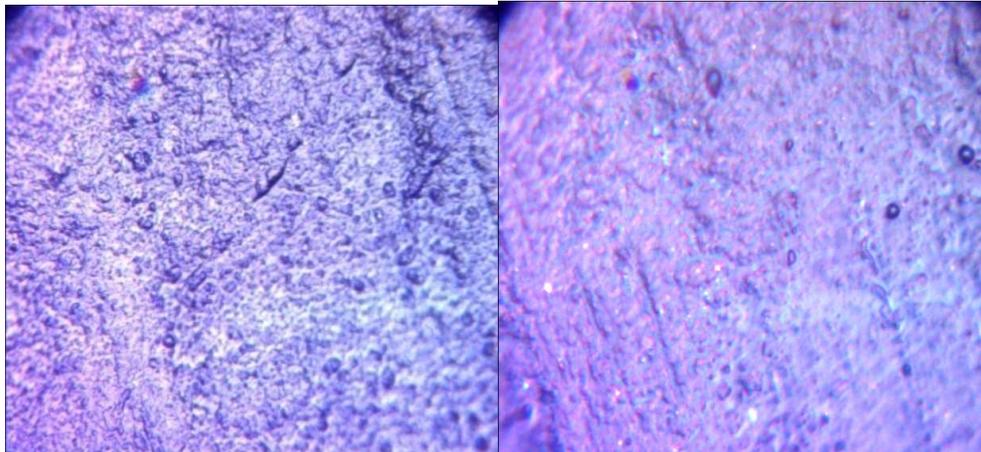


Figure 61: Micrographies du faciès du PVC vierge.

x500

x1000

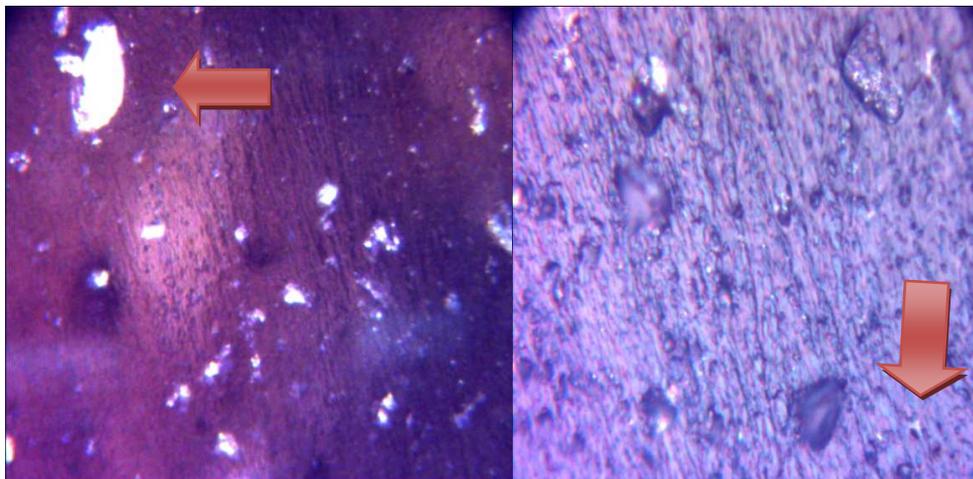
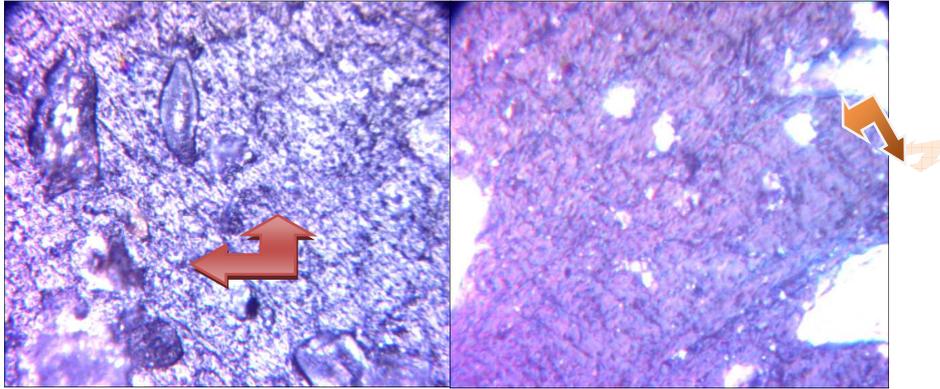


Figure 62: Micrographies du faciès du composite avec charge d'AGHRIBS.



x500x1000

Figure 63: Micrographies du faciès du composite avec charge de FREHA .

x500

x1000

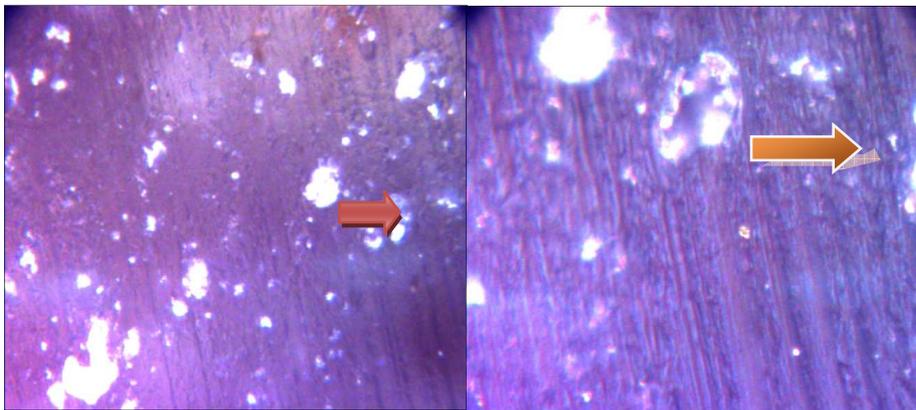


Figure 64: Micrographies du faciès du composite avec charge de TIZI GHENIFF.

Sur les images précédentes, nous remarquons que le PVC vierge offre une surface lisse, alors que tous les autres composites présentent des défauts d'interfaces, ainsi que la formation d'aggrégats. Ceci est en parfait accord avec la littérature [46], et les résultats des tests mécaniques. En effet, la mauvaise adhésion interraciale, la mauvaise dispersion sont à l'origine de défauts et un mauvais transfert de contrainte lors des tests mécaniques, ce qui se traduit par l'apparition de vide entre la matrice et la charge ainsi que des déchaussements. Pour ce qui est des agglomérats, qui jouent aussi un rôle négatif sur les propriétés mécaniques, leur formation est due au fait que les interactions entre groupes hydroxyles à la surfaces des fibres, conduisent à la formation de liaisons de type hydrogène, ainsi à la formation de ces agglomérats [24].

L'objectif principal de ce travail visait principalement à valoriser la poudre du grignon d'olive en la combinant au PVC, afin de valoriser ce déchet en raison de sa grande disponibilité en Kabylie.

A cet effet, nous avons procédé à l'élaboration d'un composite constitué d'une matrice de polychlorure de vinyle (PVC) et la farine de grignon d'olive (granulométrie 125 μ m).

Au cours de cette étude, le PVC a été chargé par différents types de grignons d'olive issu de la région d'AGHRIBS, FREHA et TIZI GHENIFF.

L'analyse des résultats expérimentaux nous conduisons donc à affirmer que :

- Le composite qui contient le GO de TIZI GHENIFF absorbe plus d'eau que les autres suivi de AGHRIBS puis FREHA tel que le montre les résultats d'absorption 0,98%, 0,63%, 0,57%, respectivement ;
- L'essai de traction est utilisé pour déterminer la résistance des matériaux à la rupture cette résistance à la traction est inversement liée à la nature du matériau. Les résultats montrent que le composite chargé du GO d'AGHRIBS est plus rigide et présente une bonne adhésion par rapport aux autres ;
- les résultats MO montre que la formulation chargé de la farine de GO d'AGHRIBS offre une meilleure dispersion

Concernant les perspectives à ce travail, on pourra suggérer :

- il convient de tester d'autres types de fibres naturelles avec le Polychlorure de vinyle ;
- il est possible d'utiliser d'autres polymères au lieu du PVC ;
- il convient aussi de procéder à d'autres tests et analyses comme le MEB, le taux de la lignine et le taux de l'hémicellulose.

- [1] BOURAI K. Etude du comportement thermique d'un composite bois-polymère pour une application en rotomoulage. Mémoire de maîtrise en génie chimique. Faculté des Sciences et de Génie Université Laval Québec. Québec, 2010.
- [2] BEN MBAREK T., ROBERT L., SAMMOUDA H., CHARRIER B., ORTEU J-J., HUGOT F. Analyse du comportement mécanique de composites bois/plastique en utilisant des mesures en surface par stéréo corrélation d'images numériques. Bordeaux, 2013.
- [3] GORNET L. Généralités sur les matériaux composites. Engineering school , 2008.
- [4] TALEL B.M. Utilisation d'une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique de composites bois/plastique WPC. Mémoire de doctorat de l'université de pau et des pays de l'Adour, 2011.
- [5] NEGOUDI A., KHINECH S. Etude de comportement mécanique des composites biosourcés. Mémoire de fin d'étude spécialité : Mécanique. Option : Génée productive. Université Kasdi Merbah Ouargla.Ouargla, 2015.
- [6] BOULAHIA H. Etude du comportement physico-mécanique de nouveaux bio composites poudre de liège – PVC. Thèse de Doctorat LMD. Filière : Sciences et Génie des Matériaux. Option : Sciences et Techniques du Bois et eco-matériaux. universite m'hamed bougara-boumerdes. boumerdes, 2016.
- [7] Centre de recherche industrielle du Québec. Produits composites Bois-polymère. Rapport présenté au Ministère des Ressources naturelles par le Centre de recherche industrielle du Québec. Ministère des Ressources naturelles. Direction du développement de l'industrie des produits forestiers. Bibliothèque nationale du Québec, 2003.
- [8] CHERIZOLR., SAIN M., TJONG J. Polym chem, 2015.
- [9] YAHIAOUI L. Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss). Memoire de Magister en optique et mécanique de précision. Option : Mécanique appliquée. Université Ferhat Abbas-Setif UFAS (Algerie), 2011.
- [10] BOUHANK S. Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d'Espagne : Formulations et caractérisations. Thèse de Doctorat. Domaine: Sciences et Technologie. Filière: Génie des Procédés. Option : Matériaux Polymères. Université Ferhat ABBAS –Sétif 1. Sétif, 2017.
- [11] BOUZIDI L., CHANOUNE S. Elaboration et caractérisation d'un composite totalement biodégradable. Master en Génie des Procédés. Faculté de Technologie. Option : Polymères et composites. Université A. Mira – Bejaia, 2017.
- [12] AZIBI S., AISSAT A. Bioamélioration du grignon d'olive par culture de

Bjerkandera adusta BRFM 1916. Mémoire de Fin de Cycle (Master). Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie. Département de Microbiologie. Filière : Sciences Biologiques. Spécialité : Microbiologie de l'Environnement. Université A. MIRA – Bejaia, 2016.

[13] TOUATI L. valorisation des grignons d'olive Etude de cas : Essai de valorisation en biocarburants. Mémoire de Magister. Faculté des Sciences de l'Ingénieur. Université M'Hamed Bougara-Boumerdes, 2013.

[14] FEDILA O., TIBARIOUS S. Valorisation des margines par épandage agricole. Mémoire de Fin de Cycle (Master). Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie. Département de : des sciences biologiques de l'environnement. Filière : Santé et environnement. Spécialité : Environnement et santé publique. Université A. MIRA – Bejaia, 2016.

[15] DO THI VI VI. Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non. Thèse. Spécialité : Matériaux Polymères et Composites. Université de Grenoble et l'université des sciences de hochiminh ville, 2011.

[16] AMRANE S., AMRANE F. Effet des margines et du grignon d'olive sur la croissance des rhizobiums. Mémoire de fin de cycle (master). Faculté : Sciences de la Nature et de la Vie. Filière : Sciences Biologiques. Département : Microbiologie. Spécialité : Ecologie Microbienne. Université A.MIRA-Bejaia, 2017

[17] BOUDISSA F. influence des radiations micro- ondes sur l'extraction de l'huile de grignon d'olive imprègne de margines. Mémoire de magister. Faculté des sciences. Département de chimie. Spécialité : chimie. Option : chimie de l'environnement. Université mouloud mammeri tizi ouzou.

[18] SANSOUCY R. Utilisation des sous-produits de l'olivier en alimentation animale dans le bassin Méditerranéen, 1984.

[19] BOUHADJRA K. Étude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydatif de l'huile d'olive. Mémoire de magister fa culte des sciences département de chimie .Spécialité : chimie. Option chimie de l'environnement. Université Mouloud Mameri Tizi Ouzou, 2011.

[20]CHEKH EL HACHEMI .Effet du déférent mode séchage sur la stabilité des qualités nutritionnelle et microbiologique du grignon d'olive durant trois mois de stockage. Mémoire

de magister .faculté de biologie .Option : physiologie de la nutrition et de la sécurité alimentaire .Université d'Oran Es-senia, 2010.

[21] NEFZAOUI A .valorisation des sous-produits de l'olivier. CABORATOICE de nutrition animale INRA de Tunisie. Tunisie, 1991.

[22] EL HADJOUJDI H. Evolution des caractéristiques physico –chimique spectroscopique et ecotoxicologiques des défluent d'huileries d'olives au cours de traitements biologique et chimique .Thèse de doctorat .Ecole doctorale :science écologiques ,vétérinaires agronomiques et bio ingénieries .Spécialité :écologie et agro systèmes . Institut nationale polytechnique .Toulouse, 2007.

[23] AMIC A., DALMASSO C. Unité de valorisation complète de déchets oléicoles par lombricompostage :production de produits a haute valeur ajoutée :lombricompost, savon, collagène et lombrics .Mémoire de master .Faculté des sciences techniques .Spécialité science de l'environnement terrestre .Institut méditerranéen de biodiversité et d'écologie .Aix Marseille université, 2013.

[24] AGRED L., AMOKRANE S. Elaboration et caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de PVC/roseau commun. Mémoire de master. Filière : Biologie Spécialité : Protection de l'environnement, 2017.

[25] ALI LAHMAR M. Caractérisation d'un composite bois polymère pour utilisation en plaques de bardage par l'extérieur. Université de Lyon, 2017.

[26] BOUTAMINE M., RAHAL A. Etude Mécanique thermique et Economique de quelque Mélange à base de PVC Proposé par l'ENICAB de BISKRA. Diplôme de Master en : Génie des Procédés, 2013.

[27]ATMANE S., BARECHE R. Élaboration et caractérisation d'un matériau composite à base du pvc et du grignon d'olive. Mémoire de Master. Département des sciences biologiques. Spécialité : gestion des déchets solides. Université Mouloud Mammeri, 2017.

[28] AIT OUAZZOU H. Effet d'impuretés métalliques sur les propriétés du polychlorure de vinyle. Mémoire de magister, 2017.

- [29] ADJAOUD R., LADJIMI E. Effet de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques du polychlorure de vinyle et du papier presspahn utilisés dans l'isolation électrique. Diplôme d'ingénieur, 2004.
- [30] MKACHER I. Vieillessement thermique des gaines PE et PVC de câbles électriques. Sciences de l'ingénieur [physics]. Arts et Métiers ParisTech. Français, 2013.
- [31] MAOU S. Etude des propriétés thermique de mélanges à base de PVC et PVC-PEHD et des phénomènes de dégradation. Mémoire de Magistère. Option : chimie des matériaux. Université KASDI MERBAH. Ouargla, 2012.
- [32]GHETTAS M. influence de l'huile de tournesol époxyde comme Co-plastifiant sur la stabilité thermique du PVC. Mémoire de master. Domaine : science et technique. Filière : génie des procédés, 2013.
- [33]BOUBEKRI C. Etude de l'activité antioxydante des polyphénols extraits de Solanum melongena par des techniques électrochimiques. Thèse de Doctorat. Université Mohamed Khider – Biskra, 2014.
- [34] MAAROUF A. dictionnaire botanique, 2000. Pp 129.
- [35] HARRIS R., KARMAS E. Nutritional evaluation of food processing. 3rd Ed the avi publishing Inc. New York, 1977. 612p
- [36]- DEBIT Z. Caractérisation chimique du bois de chêne zéen (*Quercus canariensis* Willd.) et du roseau commun (*Phragmites australis*) : Dosage des polyphénols. Mémoire de Fin d'étude en chimie. Université Mouloud Mammeri de Tizi ouzou, 2015.
- [37]MACHEIX J., FLEURIET A., JAY ALLEMAND C .les composés phénoliques des végétaux, presses polytechniques et universitaires romandes, lausanne, 2005.
- [38] MOZAFFARI A., HOJATOLLAH K., ASHOR A. Water resistance and thermal stability of hybrid lignocellulosic filler-PVC composites. Polym, 2011.
- [39] SAAD H. développement de bois-composites à base de fibre végétales et de colles écologique, université de peu et payes de l'Adour, 2013.

- [40] NEDJMA S. Effet du désencrage et du traitement de surface sur les propriétés physico-mécaniques et thermiques des composites pvc/ fibre de papier journal, de l'obtention du diplôme de MAGISTER En Génie des Procédés Option : Génie des Polymères, 2010.
- [41] BOUSSEHEL H. Etude des moyens de stabilisation des composites à base de polystyrène. Thèse de doctorat. Filière : chimie. Option : science des matériaux. Université Mohamed Khider. Biskra, 2018 .
- [42] DJIDJELLI H., BENACHOUR DD., BOUKERROU A., ZEFOUNI O., MARTINEZ-VEGA J., FRENC J., KACI M. Thermal, dielectric and mechanical study of poly (vinyl chloride)/olive pomace composites. Express polymer letters. 2007.
- [43] SAPUANA S.M., BACHTIAR D. Mechanical properties of sugar palm fibre reinforced high impact polystyrene composites. Procedia chemistry, 2012.
- [44] FADEL A. Influence des divers modifications de Genet d'Espagne sur les propriétés mécanique, rhéologiques et thermique de composites à matrice thermoplastique. Mémoire de Magistère. Option : génie des polymères. Université de Setif-1, 2014.
- [45] BELKEBIR Z. Valorisation des déchets agro-alimentaires cas des grignons d'olives. Diplôme de Magistère. Faculté des sciences de l'ingénieur. Département : technologie alimentaire. Option : technologie alimentaire. Université M'hamed Bougara, 2007.
- [46] HERRERA-FRANCO PJ. VALADEZ-GONZALEZ A. Mechanical properties of continuons natural fibre-reinforced polymer composites. Composites A, 2004.
- [47] Godin B., Ghysel F., Agneessens R., Schmit T., Gofflot S., Lamaudière S., Sinnaeve G., Goffart J-P, Gerin P.A., Stilmant D., Delcarte J. Détermination de la cellulose, des hémicelluloses, de la lignine et des cendres dans diverses cultures lignocellulosiques dédiées à la production de bioéthanol de deuxième génération. Biotechnol. Agron. Soc. Environ. 2010 14(S2), 549-560.

Tableau VIII : Résultats du taux d'absorption de la farine du grignon d'olive

	Masse avant immersion (M_0) en gramme	Masse après immersion (M_f) en gramme	Taux d'absorption (%)
AGHRIBS	5,37	10,49	95,34 %
FREHA	5,33	10,54	97,74 %
TIZI GHENIF	5,54	11,024	98,99 %

Tableau IX : Résultats du taux de cendre de la farine de GO.

	AGHRIBS	FREHA	TIZI GHENIF
Creusets vide (m_2)	17,1018	13,1819	17,1940
Creusets avec échantillons	19,1018	15,1819	19,1940
Creusets avec cendres (m_1)	17,1706	13,2830	17,2188
Teneur en cendres(g)	3,44%	5,05%	1,24%

Tableau X : Résultats de l'absorbance à partir de la lecture sur spectromètre.

C (g/l)	0.06	0.12	0.20	0.28
Absorbance	0.001	0.003	0.006	0.009

Sur la figure N° 50, nous avons porté les résultats liés à l'étalonnage par l'acide gallique.

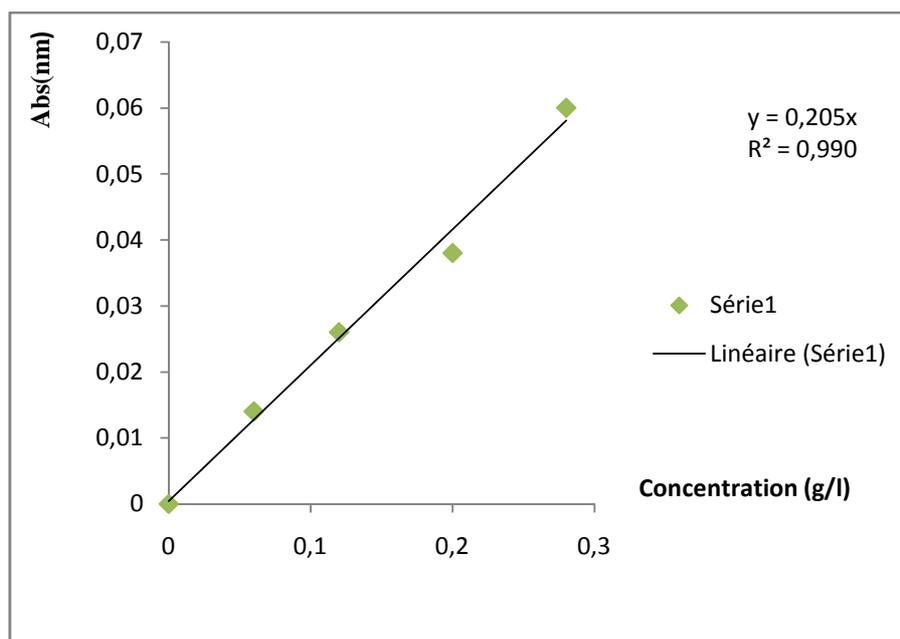


Figure 50 : Courbe d'étalonnage d'acide gallique

D'après la figure nous avons obtenu l'équation suivante :

$$Y=0.205x$$

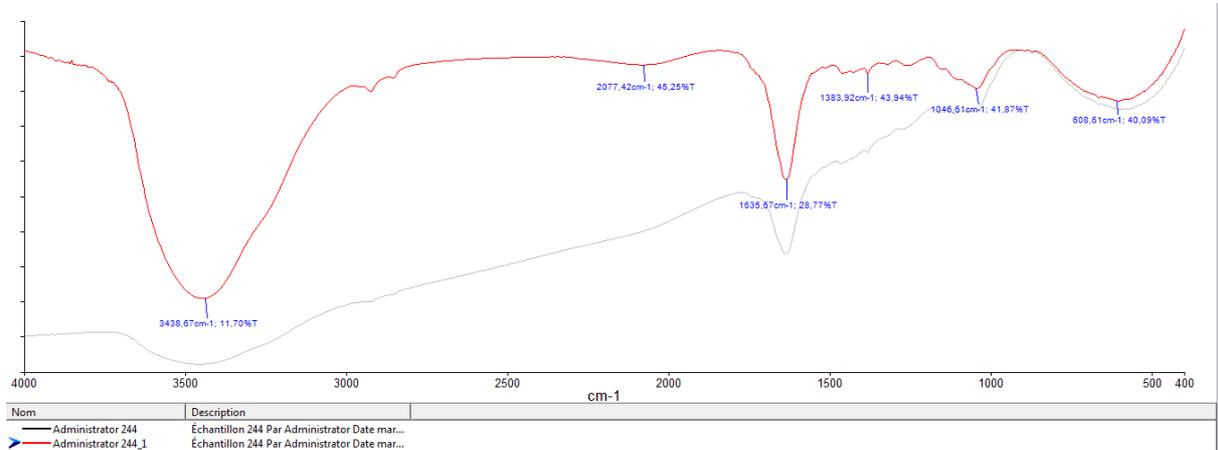
$$R^2=0.990$$

Tableau XI : Résultats du taux des polyphénols.

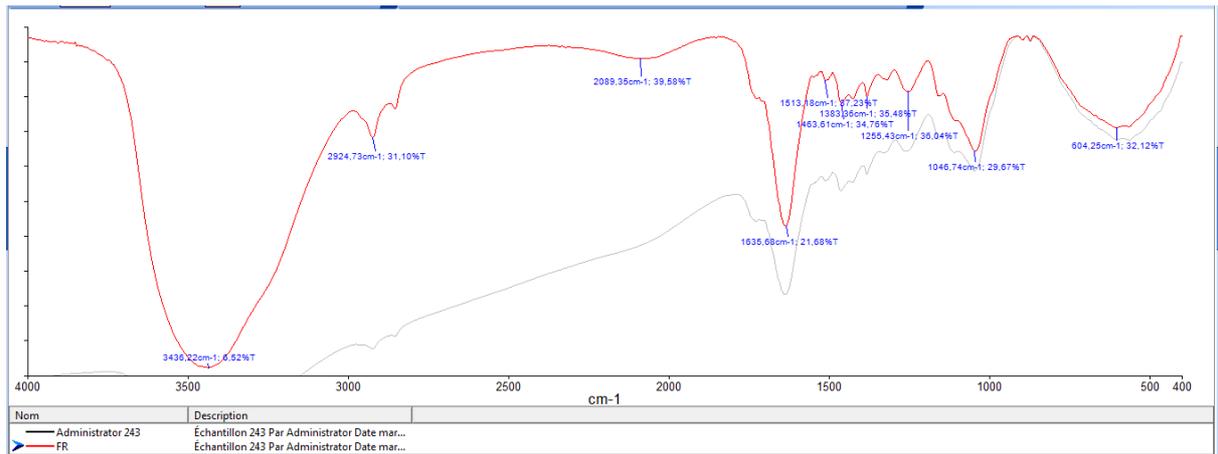
	10 fois (%)	20 fois (%)
AGHRIBS	1,61	0,99
FREHA	1,42	0,93
TIZI GHENIF	0,82	0,72

Les résultats de l'analyse spectrale par l'IRTF sont présentés ci-dessous :

Le spectre IRTF de la farine du GO d'Aghribs.



Le spectre IRTF de la farine du GO de Freha.



Le spectre IRTF de la farine du GO de Tizi Gheniff.

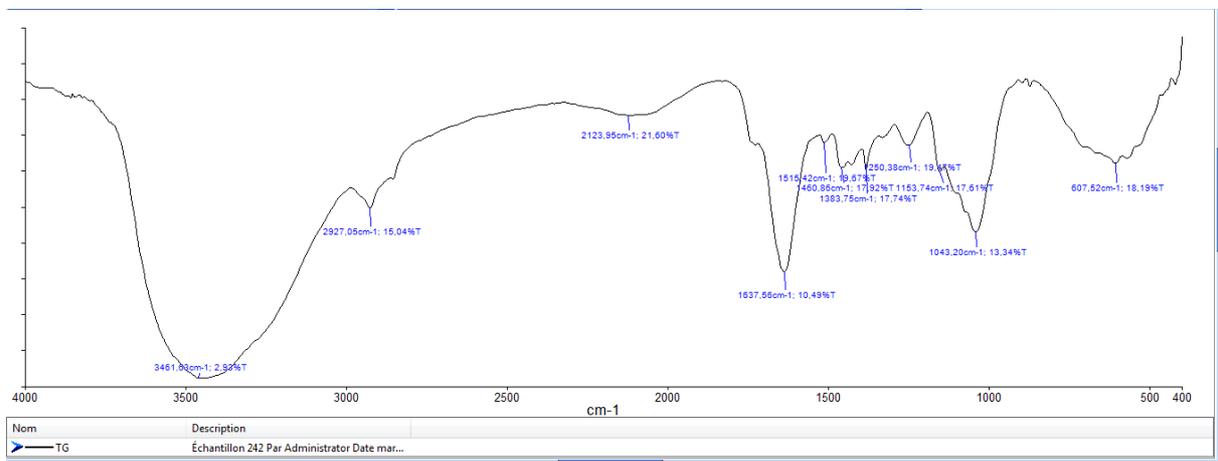
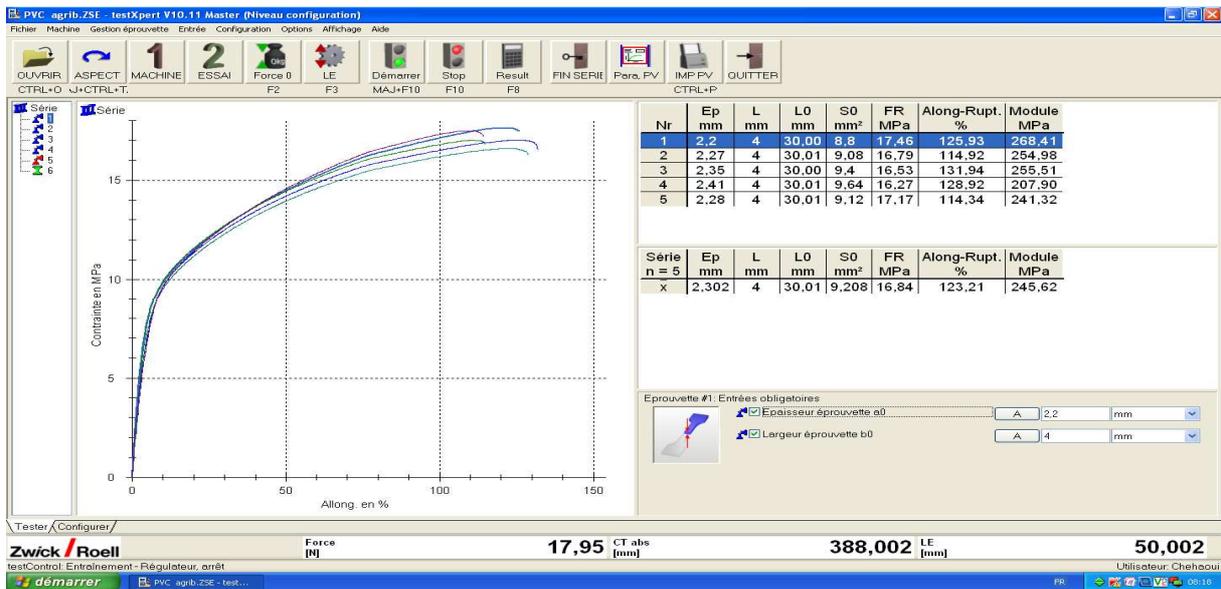


Tableau XIII : Résultats des taux de la cellulose

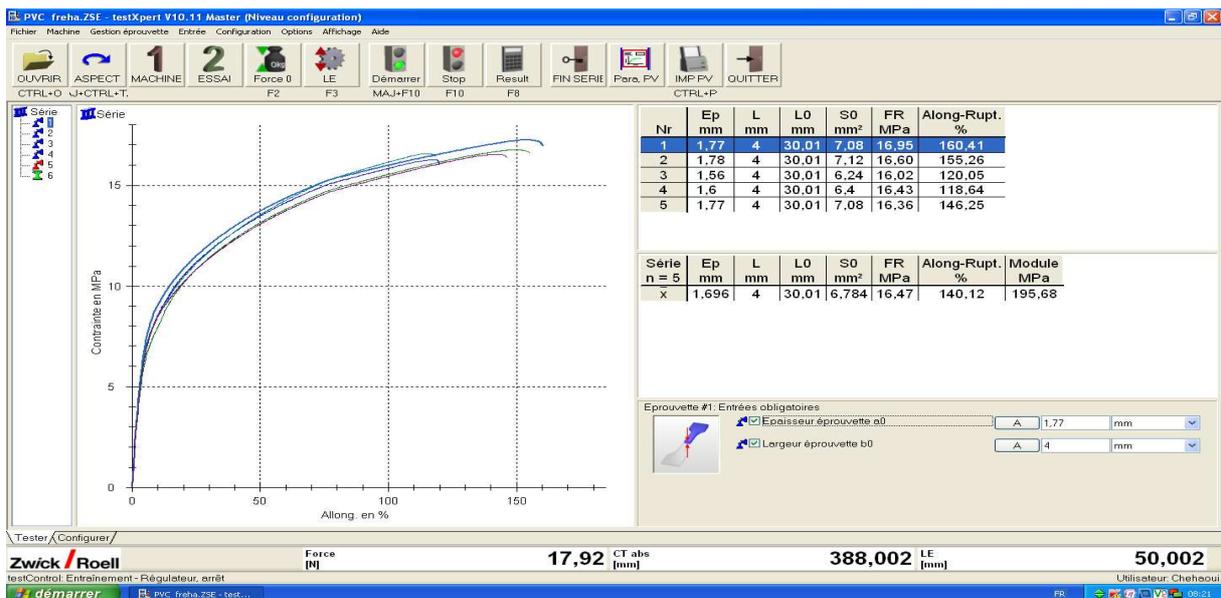
analyses	résultat de l'échantillon %
AGHRIBS	35,96
FREHA	37,55
TIZI GHENIFF	29,3

Les résultats du test de traction réalisés au niveau de l'entreprise CATEL :

➤ Aghribs



➤ Freha



➤ Tizi Gheniff

Annexes

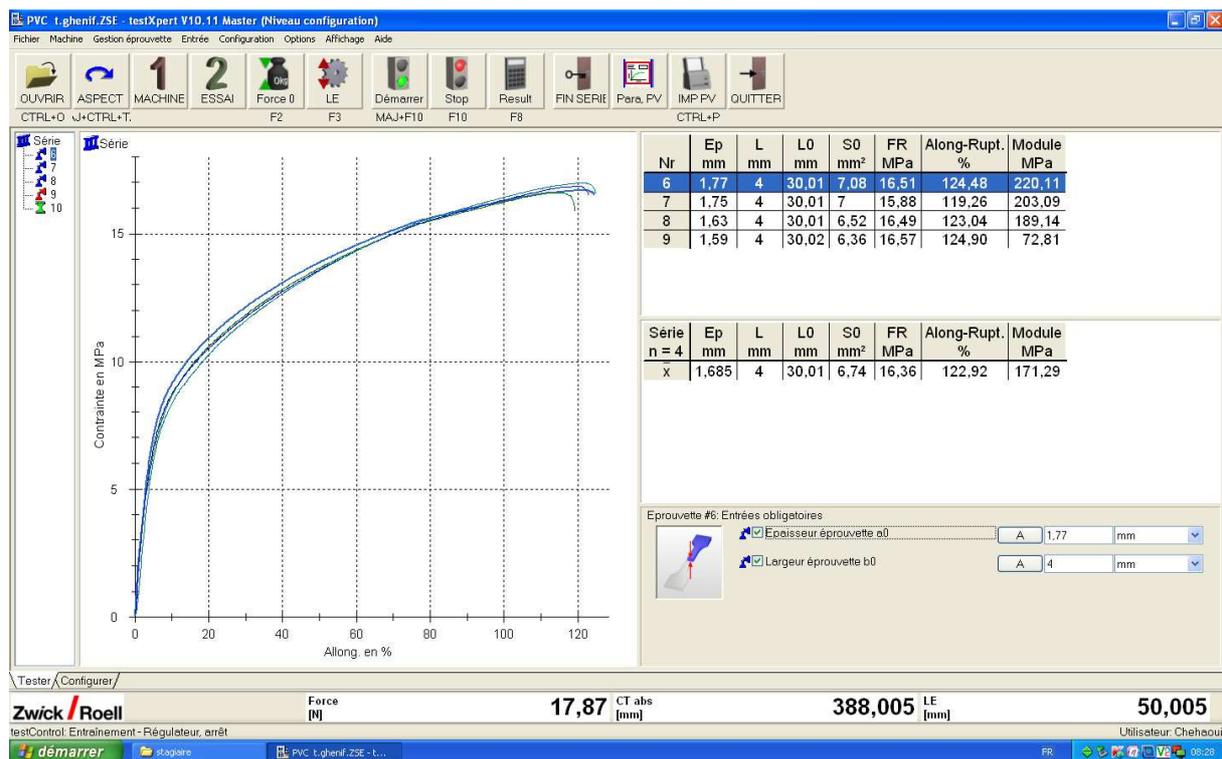


Tableau XIV : Résultats des taux d'absorption des différentes formulations.

	Plaque avant immersion m_0	Plaque après immersion m_f	Taux d'absorption %
AGHRIBS	6,462	6,503	0,63
FREHA	6,401	6,438	0,57
TIZI GHENIF	6,113	6,173	0,98
PVC vierge	6,339	6,537	0,03

Tableau XV : Résultats de l'allongement et de contrainte à la rupture des différentes formulations.

	Allongement à la rupture	Contrainte à la rupture
AGHRIBS	123,21	16,84
FREHA	140,12	16,47
TIZI GHENIF	122,92	16,36
PVC vierge	174,84	25,13

Tableau XVI : Résultat du module de Young

	Module de Young MPa
AGHRIBS	245,62
FREHA	195,68
TIZI GHENIF	171,29
PVC vierge	176,32

Résumé

L'objectif de ce travail consiste à valoriser l'un de ces rejets de l'industrie oléicole, qui est le grignons d'olive, par l'élaboration et la caractérisation d'un nouveau matériau composite à matrice PVC. Dans ce contexte, différentes formulations à base de PVC/Grignon d'olive de trois régions différentes (AGHRIBS, FREHA et TIZI GHENIFF) ont été obtenus. Afin de procéder à ce travail nous avons commencé par les caractéristiques de la farine du GO (taux d'absorption, taux de cendres, taux de polyphénols, analyse par le microscope optique, IRTF et le taux de la cellulose). Ensuite l'élaboration de nos composites et enfin les caractéristiques des différentes formulations obtenues (le test d'absorption, tests de traction et une analyse par le microscope optique). Nous avons pu conclure que l'adhésion et la dispersion de farine diffère d'une formulation à une autre et que l'ajout de la farine augmente le module de Young et diminue l'allongement et la contrainte à la rupture.

Mots clés : composite, PVC, Grignon d'olive, formulations, module de Young, l'allongement et la contrainte à la rupture.

Abstract

The aim of this work is to highlight one of these olive industry projects, which are olive-pomace, in the development and characterization of a PVC matrix composite material. AGHRIBS, FREHA and TIZI GHENIFF were obtained. In order to facilitate the work, we also started with the GO flour profile (absorption rate, ash content, polyphenol content, optical microscope analysis, FTIR and cellulose content). Then, the development of the various compositions obtained (the absorption test, the tensile tests and an optical microscope analysis). We finished the adhesion and dispersion of the flour by a formulation different from that which was added to the Young's modulus and the elongation and the stress at break.

Key words: composite, PVC, olive cake, formulations, Young's modulus, elongation and tensile strength.