



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou
Faculté des sciences agronomiques et des sciences Biologiques
Département des sciences biologiques.

Mémoire de Fin d'Etudes

En vue de l'obtention du diplôme de master en science biologique
Spécialité : Gestion des déchets solides

Présenté par :
M^{elle} ATMANE SOUAD
M^{elle} BARECHE ROZA

Thème

*Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à
base de PVC et de grignon d'olive local.*

Mémoire soutenu publiquement le 11/07/2017 devant le jury composé de :

Mr SI TAYEB H.

Maitre de conférences classe B, U.M.M.T.O, Président

Mr RAHMOUNE MA.

Maitre de conférences classe B, U.M.M.T.O, Promoteur

M^{me} LOUNI D.

Maitre de conférences classe A, U.M.M.T.O, Co-promotrice

Mr BOUDJEMAA S.

Maitre Assistant classe A, U.M.M.T.O, Examineur

Mr SEBBANE H.

Maitre Assistant classe A, U.M.M.T.O, Examineur

Juillet 2017

Remerciements

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

Ce travail n'aurait pas vu le jour sans la confiance, la patience, générosité et l'encouragement de notre Promoteur, M. RAHMOUNE M. Maître de conférence (B) à la l'Université de Mouloud Mammeri (UMMTO), que nous voulons particulièrement remercier.

Nous remercions également notre co-promotrice Mme LOUNI D pour son soutien et ses précieux conseils tout au long de ce travail.

Nous tenons à remercier le personnel de laboratoire des unités de production des câbleries électriques d'Alger(CABEL) et de la société de production des fils et câbles de télécommunications (CATEL), plus particulièrement monsieur BELHOUCINE R et ALLOUCHE Y.

Nous tenons également à adresser nos plus vifs remerciements à :

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

Merci également à :

Mr. SI TAYEB H. Maître de conférence B à l'UMMTO, de nous avoir fait l'honneur d'accepter de présider le jury, et Mrs. BOUDJEMAA S. et SEBBANE H Maîtres assistants A à l'UMMTO aussi, d'avoir accepté d'examiner et d'évaluer ce travail.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

A mes chers parents : Arab et Ghenima.

*A mes chères grand-mères : Yemma houria et
Yemma ouiza.*

A mes chers frères : Omar et Belaïd.

*A mes chères sœurs : Naïma, Fatma, Ouahiba
et Katia.*

A mes chères nièces : Sarah et Fatima.

A mes neveux : Elyas, Houssin, Amine et Saïd.

A toute ma famille.

A ma binome : Souad et toute sa famille.

A mes amis(es).

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

Roza

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

A mes chers parents : Mouhand idir et Tounsia.

*A mes adorables frères: Ahmed, Boubeker, Farid et
Tahar.*

*A mes aimables sœurs : Zakia, Karima, Souhila et
Lynda.*

*A mon beau frère : Abed el ghani et ma belle sœur :
Naïma.*

A mes neveux : Selyan et Ilyam.

A mes nièces : Elyne et Elyana.

*A mes chers amis(es) spécialement : Nacera et
Dinar.*

A tous ce qui m'aiment.

A ma binôme : Roza ainsi que toute sa famille.

A toute la promotion GDS.

Souad

Liste des figures

Figure N° 1: Production mondiale des WPC's en 2010,2012 et les prévisions pour 2015	4
Figure N° 2 : Exemples de quelques applications des WPC's	4
Figure N° 3 : Structure du bois	6
Figure N° 4 : Structure de la molécule de cellulose	7
Figure N° 5: Structure chimique partielle de deux hémicelluloses	7
Figure N° 6 : Précurseurs de la biosynthèse de la lignine	8
Figure N° 7 : Schéma de polymérisation du chlorure de vinyle	18
Figure N° 8: Classement mondial des thermoplastiques les plus employés dans le domaine des WPC's avec 1-PE,2-PP,3-PVC	18
Figure N° 9 : Formule chimique du plastifiant	26
Figure N° 10 : Grignon d'olives	27
Figure N° 11 : Lavage du GO	27
Figure N° 12 : Séchage du GO	28
Figure N° 13 : Farine du GO	28
Figure N° 14 : Tamisage de la farine du GO	28
Figure N° 15 : Mélange manuelle des composants	29
Figure N° 16 : Mélangeur à cylindres de SCUYER de type A 80	29
Figure N° 17 : a-Presse de marque FONTJINE de model TP400, b-Model de plaques obtenues	30
Figure N° 18: Appareil mécanique des éprouvettes de type H	30
Figure N°19 : Préparation de la pesée	31
Figure N°20 : Préparation des filtrats	32
Figure N° 21: Schéma de dosage des polyphénols	33
Figure N°22 : Balance de la précision	35
Figure N°23 : Four à moufle	35
Figure N°24 : Cristalliseur	35
Figure N°25 : Farine de GO dans l'étuve	36
Figure N°26 : Filtrage de la farine de GO	36

Liste des figures

Figure N°27: MEB « PHILIPS XL 30 »	37
Figure N°28 : a-Echantillons des plaques réalisées b- Echantillon immergé dans l'eau distillée	38
Figure N° 29: Séchage des échantillons avec le papier absorbant	38
Figure N° 30 : Machine d'essai de traction de marque ZWICK de type BTC-FR 2.5TN.D09	39
Figure N° 31 : Courbe d'étalonnage	41
Figure N°32 : Courbe de taux des phénols en fonction de la concentration en acide gallique	42
Figure N° 33 : Analyse thermogravimétriques de la farine du grignon d'olives	45
Figure N° 34 : Images MEB de la farine du GO	46
Figure N° 35 : Graphe du taux d'absorption en fonction de taux de la charge végétale	47
Figure N° 36 : Allongements à la rupture des différents composites	48
Figure N° 37 : contraintes à la rupture des différents composites	48
Figure N° 38 : Module d'young des différents composites	49
Figure N° 39 : Micrographies du faciès du PVC vierge	50
Figure N° 40 : Micrographies du faciès du composite a 10% de charge	50
Figure N° 41 : Micrographies du faciès du composite a 20% de charge.....	50
Figure N° 42 : Micrographies du faciès du composite a 30% de charge.....	51

Liste des tableaux

Tableau 1 : Résumé des avantages et inconvénients des renforts et charges végétales	5
Tableau 2 : Caractéristique physico chimique des grignons obtenus par les différents systèmes d'extraction d'huile	11
Tableau 3 : La composition chimique des différents types de grignon	12
Tableau 4 : Teneurs des composants minéraux en % des cendres totales	12
Tableau 5 : Composition moyenne en matières azotées totales des grignons d'olives bruts et épuisés	13
Tableau 6 : Propriétés thermique du pvc	20
Tableau 7 : Résultats de l'absorbance à partir de la lecture sur spectromètre	41
Tableau 8 : Résultat de taux des phénols	41
Tableau 9 : Les résultats des pesées de l'échantillon de la farine de grignon d'olive avant et après incinération	34
Tableau 10 : Les résultats des pesées des échantillons de la farine de grignon d'olive avant et après immersion	44

Liste des abréviations

°C : degré Celsius.

ATG : Analyse Thermogravimétrique.

C6H10O5 : Cellulobiose.

Ca : calcium.

CBP : Composite Polymère.

Cm : centimètre.

CMC : Composite Matrice céramique.

CMM : Composite Matrice Métallique.

COM : Composite Matrice Organique.

DOP: Dioctyle phthalate.

FAO: Food and agriculture organization

G: Gramm.

GO: Grignon d'olive.

H: Heure.

Kcal: Kilo calories.

M: mètre.

MEB : Microscope électronique à balayage.

MF : Aminoplaste.

Mm : milli mètre.

Na cl : Chlorure de sodium.

PE : Polyéthylène.

PEBD : Polyéthylène à base densities.

PEHD : Polyéthylène haute densities.

PET : Polyéthylène téréphtalate.

PF : Phénol formaldéhyde.

pH : Potentiel d'hydrogène

Liste des abréviations

PP : Polypropylène.

PS : Polymère synthétique.

PS : Polystyrène.

PUR : Polyuréthane.

PVC : Poly Chlorure de Vinyle.

UV : Ultraviolet.

W : Watt.

WPC : Wood Plastique Composite.

Zn : Zink.

Sommaire

Introduction	1
--------------------	---

Chapitre I : Généralités sur les bois-polymères

I Définition d'un matériau composite.....	3
II. Les composites bois-polymères	3
III. Domaine d'utilisation des composites bois-polymères	4
IV. Les fibres végétales	5
IV.1. Définition, structure et composition d'une fibre végétale	5
IV.2. Les principaux constituants des fibres végétales	6
IV.2.1. La cellulose	6
IV.2.2. L'hémicellulose	7
IV.2.3. La lignine	8
V. Les polymères synthétiques	9
V.1. Les thermoplastiques	9
V.2. Les thermodurcissables	9

Chapitre II : La fibre végétale « Grignon d'olive »

I. Définition	10
II. Différents types de grignons d'olive	10
II.1. Le grignon brut	10
II.2. Le grignon épuisé	10
II.3. Le grignon partiellement dénoyauté	10
III. Caractéristiques physico-chimiques du grignon d'olive	10

III.1. Caractéristiques physiques	11
III.2. Caractéristiques chimiques des grignons	11
III.2.1. La teneur en cendres	12
III.2.2. Les teneurs en matière azotée	13
III.2.3. La teneur en matière grasse	13
III.2.4. Les teneurs en cellulose brute	14
III.2.5. Teneur en composés phénoliques	14
IV. Valorisation du grignon d'olive	14
IV.1. Utilisation du grignon comme combustible	14
IV.2. Utilisation du grignon d'olives en alimentation animale	14
IV.4. Utilisation du grignon d'olive comme absorbant	15
IV.3. Utilisation du grignon d'olives comme fertilisant	15

Chapitre III : Polymère thermoplastique

I. Définition d'un polymère	16
II. Différents types de matières plastiques	16
II.1. Les thermoplastiques	16
II.2. Les thermodurcissables	17
II.3. Les élastomères	17
III. Polychlorure de vinyle (PVC)	17
III.1. Définition du Polychlorure de vinyle (PVC)	17
III.2. Propriétés du PVC	18

III.2.1. Propriétés physique du PVC	19
III.2.2. Propriétés chimiques	19
III.2.3. Propriétés électriques	20
III.2.4. Propriétés thermiques	20

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

I. Adhésion fibre/matrice	21
II. Les méthodes de modification de la surface	21
II.1. Les méthodes physiques de modification de la surface	21
II.1.1. Les traitements par décharges électriques (corona, plasmas froids)	21
II.1.2. L'irradiation par Ultra-Violet	22
II.1.3. Les agents dispersifs	22
II.2. Les méthodes chimiques de modification de la surface	22
II.2.1. La mercerisation	22
II.2.2. Les couplages chimiques	23
II.2.2.1. Les agents de couplage organiques	23
II.2.2.2. Les agents de couplage inorganiques	23
II.2.2.3. Les agents de couplage organiques-inorganiques	23
II.2.3. L'imprégnation des fibres	24
II.2.4. Changement de la tension superficielle	24
II.2.5. Thermoplastification du bois	24

III. Les techniques de fabrication des composites	25
III.1. Les techniques plasturgistes	25

Chapitre V : Matériels et méthodes

I. Matériaux utilisés	26
I.1. La résine du PVC	26
I.2. Le plastifiant	26
I.3. Autres additifs	26
II. La mise en œuvre des matériaux	27
II.1. Préparation de la farine du grignon d'olives	27
II.1.1. La récolte du grignon d'olives	27
II.1.2. Lavage	27
II.1.3. Séchage	27
II.1.4. Broyage	28
II.1.5. Tamisage	28
III. Elaboration des composites PVC/fibre du grignon d'olives	29
IV. La caractérisation	31
IV.1. La fibre	31
IV.1.1. Détermination de taux de polyphénols par Spectroscopie à UV	31
IV.1.1.1. Matériels et réactifs utilisés au laboratoire	31
IV.1.1.2. Mode opératoire	31
IV.1.2. Détermination du taux de cendre	34
IV.1.3. Détermination du taux d'absorption de la farine de GO	35
IV.1.4. Analyse thermogravimétrique	37
IV.1.5. Analyse morphologique par MEB	37

IV.2. Cratérisation des formulations du composite PVC/grignon d'olives	37
IV.2.1. Détermination du taux d'absorption du composite	37
IV.2.2. Essais mécaniques	39
IV.2.3. Analyse morphologique par MEB	40

Chapitre VI : Résultats et discussions

I. La caractérisation de la fibre	41
I.1. Détermination de la teneur en composés phénoliques par spectroscopie à UV	41
I.2. Détermination du taux de cendre	43
I.3. Détermination du taux d'absorption de la poudre de GO	44
I.4. Analyse thermogravimétrique	44
I.5. Analyse morphologique par MEB	45
II. La caractérisation du composite	46
II.1. Détermination du taux d'absorption des plaques	46
II.2. Propriétés de traction	47
II.2.1. L'allongement et la contrainte aux ruptures	47
II.2.2. Le module de traction (module de Young)	49
II.3. MEB des composites PVC/Grignon d'olives	49
Conclusion	52
Références bibliographiques	
Annexes	

Introduction

Introduction

De nos jours, la nécessité de préserver l'environnement et d'économiser l'énergie est devenue plus que nécessaire, elle est vitale. En effet, le réchauffement climatique ou le dérèglement climatique et la pollution constituent des éléments qui peuvent compromettre l'avenir des générations futures. C'est pour ce danger que les scientifiques ont donné de l'intérêt à trouver des énergies propres, des méthodes et procédés dits vert et des matériaux respectueux de l'environnement [1].

Les matériaux composites conventionnels, constitués d'au moins deux constituants non miscibles ont connu une croissance et un développement pour satisfaire les classes moyennes des pays développés, toutefois, pour répondre aux exigences environnementales, économiques et techniques une nouvelles classe de matériaux a vue le jour [2].

Les composites bois-polymère, wood plastic composite en anglais (WPC), c'est-à-dire les matériaux à matrice polymère thermoplastique ou thermodurcissable et à renfort ou charge végétale (matériaux lignocellulosiques), est une nouvelle classe de matériaux nées de la prise de conscience sur la nécessité de préserver l'environnement.

De plus, les WPC's, offrent des avantages qui leurs permettent de concurrencer les matériaux polymères à renforts ou charges conventionnels, telles que la craie, la fibre de verre, de carbone, etc. En effet, ils ont de bonnes propriétés mécaniques spécifiques, faible densité, coût réduit, bel aspect et la possibilité d'utiliser plusieurs types de fibres d'origine végétale autre que le bois [3].

Néanmoins, du fait de la nature hydrophobe des polymères et la nature hydrophile des matériaux lignocellulosiques, ces derniers lorsqu'ils sont incorporés dans un polymère hydrophobe, engendre une interface pas favorable au transfert de contraintes, des poches d'eau causant des cavités lors de la transformation et une mauvaise dispersion, ce qui conséquent conduit à un matériaux de faible propriétés mécaniques [4].

C'est dans cet esprit que l'amélioration de l'interface entre la fibre ou charge végétale et le polymère est capitale pour aboutir à un matériau ayant de bonnes propriétés mécaniques.

Le grignon d'olive est un sous produit de sous-produit du processus d'extraction de l'huile d'olive, et il peut occasionner de la pollution. Comme il s'agit aussi d'une ressource renouvelable, sa valorisation requière une grande importance vue l'opportunité qu'elle présente dans le domaine de l'emploi, la protection de l'environnement et réduction du prix des matériaux [5].

Introduction

L'objectif de notre travail est la valorisation d'un grignon d'olive de deux régions : Ain el hammam et Illoula – oumalou 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 divisé en deux parties : une partie bibliographique et une autre expérimentale, ainsi qu'une conclusion et des perspectives.

La première partie est divisée en quatre chapitres :

1. le premier est dédié aux généralités sur les composites bois-polymère ;
2. le deuxième traite de la présentation du matériau lignocellulosique utilisé, à savoir le grignon d'olive ;
3. le troisième présente le polymère utilisé (PVC) ;
4. le quatrième est une vue générale sur l'adhésion entre les charges ou renforts végétales et les polymères ainsi que les méthodes d'élaborations des WPC's.

La deuxième partie est divisée en deux chapitres :

1. le premier présente les différents matériels utilisés ainsi que les protocoles expérimentaux ;
2. le Deuxième est consacré à la présentation des résultats et leurs discussions.

Enfin, une conclusion et des perspectives terminent ce travail, où sont donnés les résultats les plus importants ainsi que des perspectives de recherches qui peuvent servir pour de futures travaux dans le domaine des WPC's.

PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre I

Généralités sur les bois-polymères



I. Définition d'un matériau composite

Un matériau composite est un assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles, mais ayant une forte capacité d'adhésion. L'un des deux composants est un renfort qui assure la tenue mécanique, et l'autre une matrice qui assure la cohésion de la structure et le transfert de charges entre les renforts. Le nouveau matériau ainsi élaboré possède des performances supérieures à celles des éléments pris séparément. A ces deux composants principaux peuvent s'ajouter des additifs qui permettent de modifier l'aspect, ou les caractéristiques du matériau [6].

On peut distinguer trois types de matériaux composites selon la nature de la matrice utilisée [7]:

- Les composites à matrice organique (CMO) qui constituent les volumes les plus importants aujourd'hui à l'échelle industrielle ;
- Les composites à matrice céramique réservés aux applications de très haute technicité et demandant une bonne tenue aux hautes températures, comme dans les domaines spatial, nucléaire et militaire (CMC) ;
- Les composites à matrice métallique (CMM).

II. Les composites bois-polymères

Les WPC's (Wood - plastic composites) ou les composites bois – polymère sont des matériaux composites contenant une matrice organique appelé polymère (thermoplastique ou thermodurcissable) et un renfort ou charge végétale [8-10].

Le concept de WPC a vu le jour en Italie durant les années 70 du siècle dernier à cause de la crise énergétique et de ses problématiques, et la tendance à utiliser les fibres végétales comme renfort ou charge s'est renforcée par suite de la crise du golf persique durant les années 80, et de la nécessité croissante de préserver l'environnement [10].

Toutefois, c'est durant les années 90 que les composites bois-polymères sont popularisés en Amérique du nord, et au 21^{ème} siècle se sont propagés en Asie [9]. Toutefois, l'Amérique du Nord et la Chine sont les régions du monde où la production est la plus élevée telle que la montre la figure N°1 :

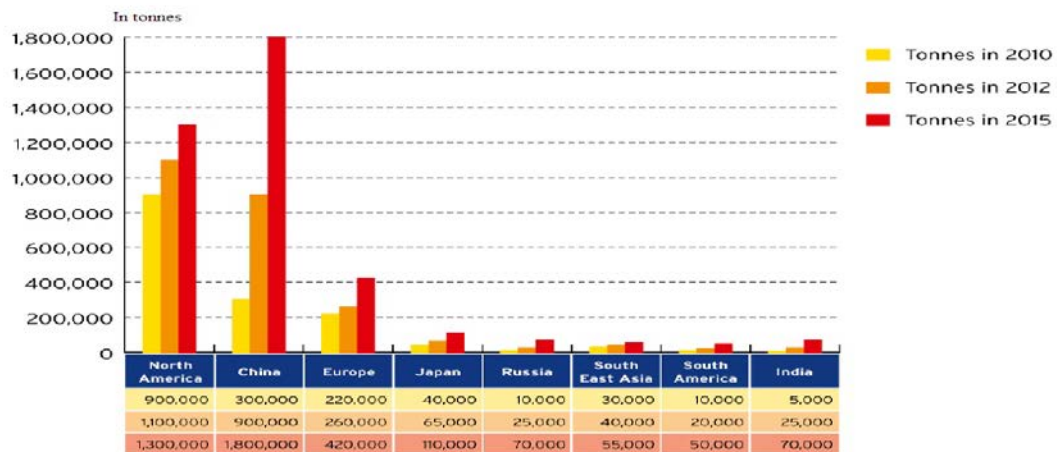


Figure N°1: Production mondiale des WPC's en 2010,2012 et les prévisions pour 2015[11].

III. Domaine d'utilisation des composites bois-polymères

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

- Matériaux de construction (planches, volets, châssis, portes et fenêtres) ;
- Applications industriels et matériels de consommation (revêtement de sols, armoires, planchers, palettes, etc.) ;
- Véhicules automobiles (panneaux de portes, composants de coffres arrières, des vide-poches, des couvercles de pneus de rechange).
- On leur trouve aussi d'autres applications au quotidien telles que : bancs, tables de pique-nique, modules de jeux, ponts et pièces de bateaux.

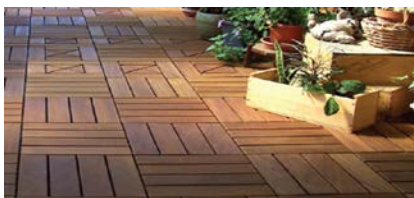


Figure N° 2 : Exemples de quelques applications des WPC's[9].

IV. Avantages et inconvénients de l'utilisation d'une fibre dans un matériau composite

Si la production des composites bois-polymère trouve de plus en plus de place dans l'industrie, c'est parce que le renfort ou la charge utilisée présente plusieurs avantages et peu d'inconvénients récapitulés dans le tableau suivant [5]:

Tableau N°1 : Résumé des avantages et inconvénients des renforts et charges végétales [5].

Avantages	Inconvénients
• Faible densité ; • Biodégradabilité ; • Propriétés mécaniques élevées (résistance et rigidité) ; • Demande peu d'énergie ; • matière première renouvelable avec un caractère écologique ; • Pas d'irritation lors de la Manipulation ; • Séparation plus facile ; • Disponibilité ; • Non abrasive vis-à-vis du matériel de transformation ; • Faible coût.	• A cause de leur caractère hydrophile et polaire, elles sont incompatibles avec les polymères apolaires ; • Leur température de dégradation (200°C) rend leur transformation difficile ; • Absorption de l'eau ; • Nécessité de traitement à certains risques (moisissure par exemple). • Peu d'adhérence fibre-matrice ; • Qualité variable selon la provenance, la date de Récolte ; • Mauvaise tenue au vieillissement (blanchiment, odeurs) ; • la faible résistance à l'humidité conduit au gonflement.

IV. Les fibres végétales

IV.1. Définition, structure et composition d'une fibre végétale

Les fibres végétales sont des structures biologiques principalement composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine [13]. Dans une proportion beaucoup plus faible elles contiennent aussi des extractibles, des protéines et certains composés inorganiques. Parmi les différentes classifications, les fibres dites dures forment un groupe à part entière qui

représente 90% de la production mondiale. Ce sont ces fibres dures ou rigides qui sont utilisées lors de la fabrication des WPC [14].

La proportion d'holocellulose (cellulose, hémicellulose) et de lignine varie beaucoup selon les renforts ou charges naturelles (jute, bois, sisal, kenaf, etc.). Chaque fibre se présente sous la forme d'un composite multicouches dans lequel la lignine joue le rôle d'une matrice enrobant un élément structurant très rigide qu'est la cellulose [4].

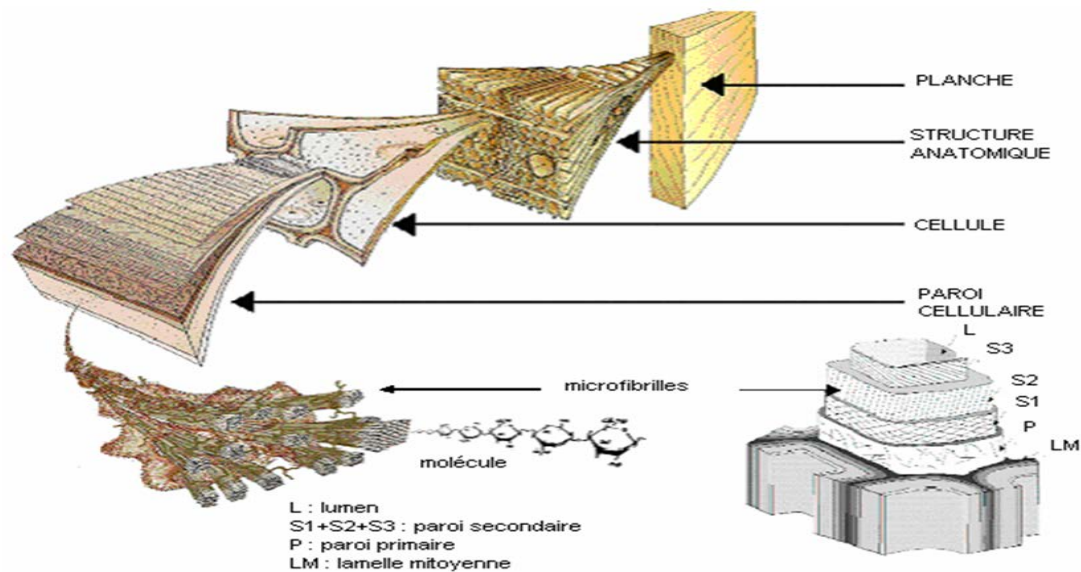


Figure N°3 : Structure du bois [4].

IV.2. Les principaux constituants des fibres végétales

IV.2.1. La cellulose

La cellulose représente le polymère le plus abondant dans la surface de la terre, avec une production mondiale annuelle estimée à environ $1,3 \cdot 10^{10}$ tonnes. Ce polymère est l'un des principaux composants de la cellule végétale. Il s'agit d'un polymère linéaire « D-anydroglucopyranose », constitué de successions d'unités reliées entre elles par des liaisons glycosidiques B-1.4. Chaque unité de cellulobiose est composée de deux glucoses. La cellulose est insoluble dans la plupart des solvants, à cause de son organisation, qui elle, est majoritairement cristalline [14].

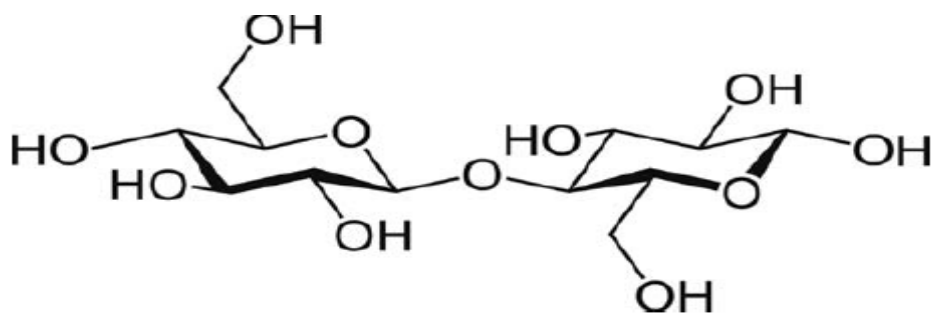


Figure N°4 : Structure de la molécule de cellulose [2].

IV.2.2. L'hémicellulose

L'hémicellulose est le deuxième matériau organique le plus abondant sur terre après la cellulose. Elle possède une structure différente. Il s'agit des polysaccharides à chaînes plus courtes et à structure amorphe. Elle est composée de sucres neutres : xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose, et d'acides uroniques.

La structure chimique de l'hémicellulose est variée selon l'origine de l'espèce végétale, le type cellulaire, la localisation dans la paroi ou bien encore l'âge des tissus. Ce polymère est caractérisé aussi par la solubilité dans le milieu alcalin. Le degré de polymérisation de ce polysaccharide à l'état naturel est compris entre 200 et 300 selon l'espèce [14].

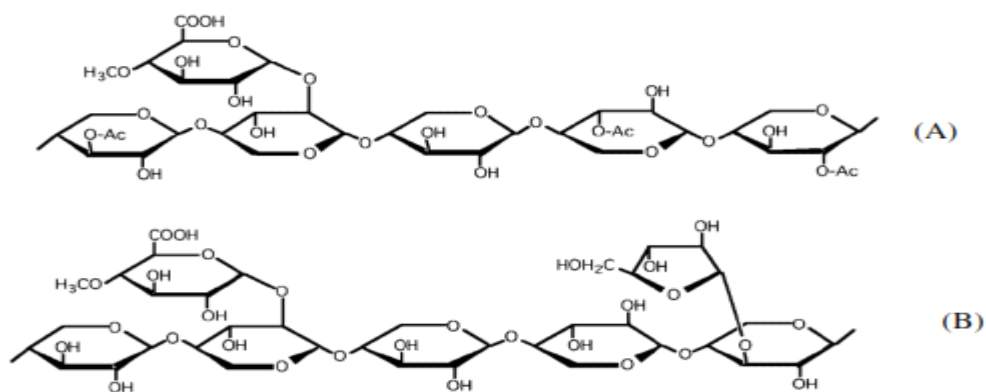


Figure N°5: Structure chimique partielle de deux hémicelluloses [4]:

A)- O-acétyl-4- Ométhylglucuronoxylane de feuillus,

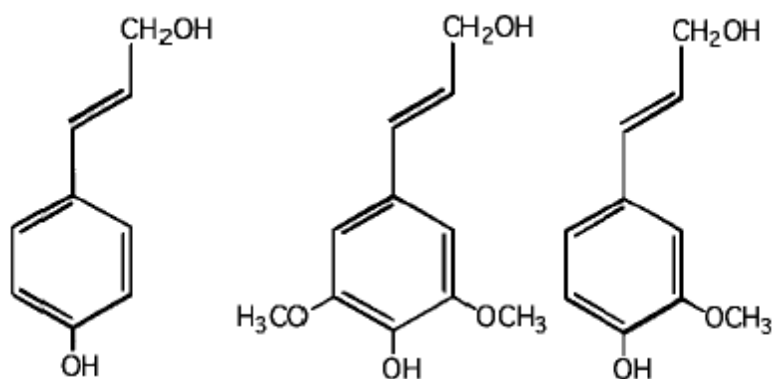
B)- Arabino-4-O-méthylglucuronoxylane de résineux [4].

IV.2.3. La lignine

La lignine est le deuxième biopolymère renouvelable le plus abondant sur la Terre, après la cellulose, et, à elles deux, elles cumulent plus de 70 % de la biomasse totale. C'est pourquoi elle fait l'objet de recherches en vue de valorisations autres que ses utilisations actuelles en bois d'œuvre et en combustible.

La lignine (du latin *lignum* qui signifie bois) est une biomolécule, forme une famille de macromolécules polymères, qui est un des principaux composants du bois avec la cellulose et l'hémicellulose. La lignine est présente principalement dans les plantes vasculaires et dans quelques algues. Ses principales fonctions sont d'apporter de la rigidité, une imperméabilité à l'eau et une grande résistance à la décomposition. Toutes les plantes vasculaires, ligneuses et herbacées, fabriquent de la lignine.

Quantitativement, la teneur en lignine est de 3 à 5 % dans les feuilles, 5 à 20 % dans les tiges herbacées, 15 à 35 % dans les tiges ligneuses. Elle est moindre teneur pour les plantes annuelles que pour les vivaces, et elle est maximale chez les arbres. La lignine est principalement localisée entre les cellules, mais on en trouve une quantité significative à l'intérieur même de celles-ci. Bien que la lignine soit un réseau tridimensionnel hydrophobe complexe, l'unité de base se résume essentiellement à une unité de phénylpropane [14].



Alcool p-coumarylique Alcool sinapylique Alcool coniférylique

Figure N°6 : Précurseurs de la biosynthèse de la lignine [4].

V. Les polymères synthétiques

Les polymères synthétiques sont à la base des matériaux plastiques qui sont de plus en plus utilisés et ce dans un grand nombre d'application. Selon leur comportement vis-à-vis de la chaleur, les polymères peuvent être divisés en deux grandes classes: les thermoplastiques et les thermodurcissables.

Les thermoplastiques, peuvent se ramollir chaque fois qu'ils sont portés à une température déterminée après leur mise en forme (Polypropylène PP, Polyéthylène PE, Polychlorure de vinyle PVC, etc.). L'autre groupe est celui des matériaux polymères thermodurcissables (Époxy, Polyuréthane, colles phénoliques, etc.), qui durcis sous effet de la chaleur [15].

V.1. Les thermoplastiques

Ce sont des matériaux synthétiques constitués de polymères linéaires ou ramifiés. Le matériau thermoplastique est fusible sous l'effet de la chaleur et se solidifie par refroidissement et ceci plusieurs fois. Ils sont utilisés comme éléments structuraux et décoratifs dans diverses applications (le bâtiment, la construction, etc.). Dans l'industrie, ces matières sont transformées essentiellement par extrusion en matériaux fonctionnels. Elles peuvent être recyclées [16].

V.2. Les thermodurcissables

Les résines thermodurcissables représentent la grande majorité des résines adhésives. Dans cette catégorie, les colles sont largement utilisés pour le collage du bois ou dans les composites à base de bois, en particulier ceux à base de fibres cellulosiques. Ces résines servent à lier les fibres entre elles dans les panneaux reconstitués afin d'assurer la cohésion de l'ensemble. L'essentiel des colles employées sont l'urée formaldéhyde, les résines phénoliques (phénol formaldéhyde : PF) et les colles isocyanates [17].

CHAPITRE II

La fibre végétale «GRIGNON D'OLIVE»

Chapitre II : La fibre végétale «Grignon d'olive »

I. Définition

Le grignon d'olive est le résidu solide de l'extraction de l'huile d'olive, il représente environ 25% des olives traitées, et il est composé de la coque du noyau réduit en morceaux, de la peau et de la pulpe broyée de l'olive [18]. Il contient encore une certaine quantité de matières grasses (3 à 7%) et une importante quantité d'eau (la margine), variable selon la variété des olives et surtout du procédé d'extraction [19].

Selon le traitement technologique utilisé, on distingue trois types du grignons d'olive [19]:

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

II. Différents types de grignons d'olive

II.1. Le grignon brut

C'est le résidu de la première extraction de l'huile d'olive entière [19].

II.2. Le grignon épuisé

C'est le résidu obtenu après déshuilage du grignon brut par un solvant, généralement de l'hexane [19].

II.3. Le grignon partiellement dénoyauté

Il résulte de la séparation partielle du noyau de la pulpe par tamisage ou ventilation. Il est dit gras si son huile n'est pas extraite par solvant, et dit dégraissé ou épuisé si son huile est extraite par solvant [19].

III. Caractéristiques physico-chimiques du grignon d'olive

Les procédés technologiques modifient les proportions relatives des différents composés du grignon d'olive (épicarpe, mésocarpe, amandon) qui ont des compositions physico chimiques différentes [20].

Chapitre II : La fibre végétale «Grignon d'olive »

III.1. Caractéristiques physiques

La composition des grignons dépend du système employé lors de l'élaboration de l'huile d'olives.

Le tableau N°2 montre une analyse physico chimique des grignons obtenus lors de l'élaboration de l'huile d'olives selon les trois systèmes d'extraction d'huile.

Tableau N° 2 : Caractéristique physico chimique des grignons obtenus par les différents systèmes d'extraction d'huile [20].

Déterminations	Décanteur à deux phases	Décanteur à trois phases	Système super presse
Quantité (kg /100kg d'olive)	75,5	57,5	45,5
Humidité (%)	57,3	55,4	35,5
Huile (%)	3,5	3,6	6,8

III.2. Caractéristiques chimiques des grignons

La composition chimique des grignons d'olives varie dans très larges limites selon le stade de maturité, le procédé de l'extraction de l'huile, et l'épuisement par les solvants. Les teneurs en matière grasse et en cellulose brute présentent les variations les plus importantes (tableau N° 3) [20].

Chapitre II : La fibre végétale «Grignon d'olive »

Tableau N°3 : La composition chimique des différents types de grignon [20].

		% de la matière sèche			
Type	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 dénoyaute	85-90	6-8	9-14	15-35	4-6
Pulpe grasse	35-40	5-8	9-13	16-25	26-33

III.2.1. La teneur en cendres

La teneur en cendres est normalement faible (3à 5%). Les teneurs élevées qu'on rencontre sont dues à l'absence de lavage et à la présence des olives ramassées à même le sol.

Les composants minéraux ainsi que leurs teneurs respectives en % des cendres totales selon la littérature sont indiqués dans le tableau N°4 [21].

Tableau N°4 : Teneurs des composants minéraux en % des cendres totales [21].

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

Chapitre II : La fibre végétale «Grignon d'olive »

III.2.2. Les teneurs en matière azotée

Elles varient peu fortement, elles sont en moyenne de l'ordre de 10% mais la plus grande partie se trouve liée à la fraction pariétale et dès lors peu disponible pour la consommation animal [22].

Le tableau N°5 montre la composition moyenne en matières azotées totales des grignons d'olives bruts et épuisés selon la littérature [21].

Tableau N°5 : Composition moyenne en matières azotées totales des grignons d'olives bruts et épuisés [21].

Type de grignon	Teneur en M.A.T / matière sèche	Auteurs
Grignon brut Grignon épuisés	4,42 - 9,10% 10,38%	Brousse et Loussert, 1984
Grignon brut Grignon épuisés	5,0 - 10,3% 12,4 - 16,2%	Nefzaoui, 1984
Grignon brut Grignon épuisés	5,0 - 10,3% 8 - 10%	F.A.O, 1984
Grignon brut	0,96%	Donosa Arce, 1993
Olive entière	0,24%	Cheftel, 1977

III.2.3. La teneur en matière grasse

Elle est relativement élevée et varie principalement selon le procédé technologique employé. L'épuisement, opération économiquement indispensable permet d'avoir un produit dont la teneur en matière grasse oscille entre 3 et 4% de la matière sèche. Ces matières grasses sont composés principalement d'acides oléique (84%), stéarique, palmitique, myristique et linoléique [23].

III.2.4. Les teneurs en cellulose brute

Elles sont élevées (32 à 47 %) et le tamisage les réduit à des valeurs de 14 à 26%. Une analyse plus poussée de la fraction fibreuse permet de constater que les grignons ont des teneurs élevées en constituants pariétaux et surtout en lignine (fraction indigestible) []. Le tamisage réduit la teneur de toutes les fractions fibreuses et en particulier la lignine et la cellulose. La fraction pariétale des grignons est caractérisée par une forte teneur en lignine (acide détergent lignine) qui monte jusqu'à 30% du totale des fibres [23].

III.2.5. Teneur en composés phénoliques

La teneur en composés phénoliques du grignon ne dépasse pas le 1% de la matière sèche. Cela est dû au fait que les poly phénols de l'olive sont éliminés dans l'huile et les margines durant la trituration [22].

IV. Valorisation du grignon d'olive

Le grignon d'olive est une ressource renouvelable, qui peut occasionner de la pollution à cause de sa teneur en matière organique, si elle n'est pas valoriser. Pour ce faire différentes voies de valorisation existent.

IV.1. Utilisation du grignon comme combustible

C'est l'application la plus courante dans la majorité des pays producteurs de l'huile d'olive. Traditionnellement, le grignon est utilisé à l'échelle domestique ou dans les huileries pour la production de chaleur lors du processus d'extraction. De nos jours, il se trouve des applications comme combustible dans les chaudières centrales et à lit fluidisé pour générer de l'énergie électrique [24].

Le grignon d'olive est un combustible de valeur calorifique moyenne de 2950 Kcal / Kg, apporté principalement par la coque qui représente 60% du total du grignon brut avec un pouvoir calorifique relativement élevé (4000 Kcal / Kg). La pulpe n'apporte que peu de calories (1400 Kcal / Kg) [22].

IV.2. Utilisation du grignon d'olives en alimentation animale

D'après la littérature, il a montré que la consommation des grignons (brut) d'olives peut occasionner chez l'animal un ralentissement de la croissance, conséquence d'une mauvaise utilisation digestive et métabolique.

Chapitre II : La fibre végétale «Grignon d'olive »

Leur mauvaise utilisation digestives et métaboliques seraient principalement dues à leurs forts degrés de lignification et aux processus technologique d'extraction de l'huile (Les grignons subissent souvent des échauffements élevé) [24].

IV.3. Utilisation du grignon d'olives comme fertilisant

L'épandage direct du grignon comme fertilisant est à éviter car le grignon est un sous produit difficilement dégradable à cause de sa richesse en lignine et à sa phytotoxicité.

Pour pouvoir l'utiliser comme fertilisant, il est recommandé de lui faire subir un compostage qui génère une matière organique stabilisée non phytotoxique [24].

IV.4. Utilisation du grignon d'olive comme absorbant

La préparation du charbon actif à partir du grignon d'olive a fait l'objet de plusieurs recherches pour son pouvoir de biosorption des métaux lourds et du phénol. C'est une technologie alternative dans le traitement des eaux usées et de la margine [25].

CHAPITRE III

Polymère thermoplastique

Chapitre III : Polymère thermoplastique

Les matières plastiques ou les plastiques, très utilisés dans différentes et plusieurs applications pour la variété de leurs propriétés, ont un nom scientifique, il d'agit de polymères.

Toutefois, avant de définir c'est quoi les polymères, on pourrait savoir à quoi renvoi le mot plastique.

On dit qu'une substance est plastique lorsqu'elle peut se déformer sous l'action d'une force extérieure, puis elle conserve la forme ainsi acquise, lorsque la force aura cessée d'agir [26].

I. Définition d'un polymère

Un polymère est une substance composée de très longue chaines «macromolécules», elles même formées de molécule élémentaires assemblées entre elles (monomères) [27].

II. Différents types de matières plastiques

L'usage veut que le terme de matière plastique soit réserver à trois grandes familles de matériaux dont la structure, les propriétés physico-chimiques et de mise en œuvre sont totalement différent [28]:

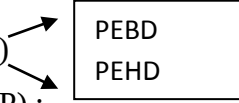
- Les thermoplastiques ;
- Les thermodurcissables ;
- Les élastomères.

Cette dernière est très peu utilisé dans les WPC's.

II.1.Les thermoplastiques

Lorsque l'on chauffe un corps macromoléculaire à structure linéaire, il se ramollit, et inversement, il se fixe dans sa forme, si on le refroidit et l'opération est réversible. Ces matériaux conservent leurs propriétés et ils sont facilement recyclables [29].

Parmi les thermoplastiques on trouve :

- Polyéthylène (PE) 
- Polypropylène (PP) ;
- Polychlorure de vinyle (PVC) ;
- Polyéthylène téréphtalate (PET).

Chapitre III : Polymère thermoplastique

Les WPC's à matrice thermoplastique tel que le PE, le PP et le PVC offrent de multitude applications parce qu'ils ont les qualités des thermoplastiques et la rigidité des matériaux lignocellulosiques [30].

II.2. Les thermodurcissables

Ce sont des plastiques qui prennent une forme définitive au premier refroidissement. La réversibilité de forme est impossible car ils ne se ramollissent plus une fois moulés. A l'inverse des thermoplastiques, la mobilité thermique est réduite.

Les thermodurcissables sont des polymères tridimensionnel dont les macromolécules vont dans les trois directions de l'espace, ils sont plus rigides et résiste même au fluage [31]. Les plus connus sont :

- Les polyuréthanes (PUR) ;
- Les aminoplastes (MF) ;
- Les polyesters insaturés ;
- Les silicones.

II.3. Les élastomères

Ces polymères présentent les mêmes qualités élastiques que le caoutchouc. Un élastomère est constitué de longues chaines moléculaires repliées sur elles-mêmes.

Les exemples d'élastomère on trouve :

- Les polyisoprènes : caoutchouc naturel ;
- Les Parmi polyisoprènes de synthèses : IR ;
- Le polychloroprène ;
- Les polysiloxanes.

Les élastomères sont employés dans la fabrication de certains isolants, des semelles de chaussures ou des pneus [32].

III. Polychlorure de vinyle (PVC)

III.1. Définition du Polychlorure de vinyle (PVC)

Le PVC est un plastique de bonne stabilité dimensionnel, avec un retrait limité et bon marché, il est aussi bon isolant électrique assez peu combustible et résistant à la chaleur et non

Chapitre III : Polymère thermoplastique

polaire. Il sert à la fabrication des bouteilles, barquettes, des boîtes alimentaires, films pour le médical et des tubes susceptibles de remplacer les tuyaux de fonte, panneaux et autres pièces moulées [33].

Il est préparé à partir de deux matières premières : à 57 % de sel de mer (NaCl) et à 43 % de pétrole ; c'est la seule matière plastique constituée par plus de 50 % de matière première d'origine minérale.

De formule chimique $-(CH_2-CHCl)_n-$, il est obtenu par polymérisation radicalaire du monomère chlorure de vinyle (figure N°7).

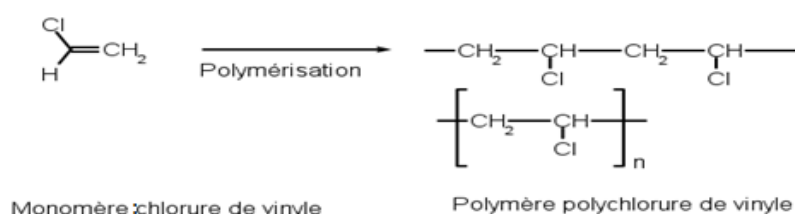


Figure N°7 : Schéma de polymérisation du chlorure de vinyle [33].

Dans le domaine des WPC's, le PVC est à la troisième position et l'un des polymères les plus utilisés (figure N°8).

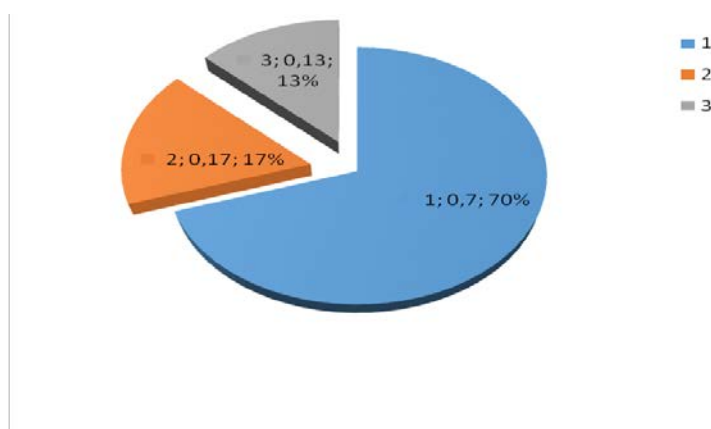


Figure N°8: Classement mondial des thermoplastiques les plus employés dans le domaine des WPC's avec 1-PE, 2-PP, 3-PVC [32].

III.2. Propriétés du PVC

III.2.1. Propriétés physique du PVC

Le PVC est un polymère atactique donc essentiellement amorphe, mais il arrive que, localement sur de courts segments de chaînes, le PVC soit syndiotactique et puisse s'organiser en phase cristalline, mais le taux de cristallinité ne dépasse jamais 10 à 15%.

Le PVC amorphe est transparent et relativement perméable à la vapeur d'eau. Sa masse moléculaire moyenne est généralement donnée par la «valeur K». Lorsque la valeur K augmente, la résilience, la stabilité dimensionnelle à chaud et la résistance au fluage augmentent alors que la transformation devient plus difficile [34].

On peut donner ces quelques propriétés du PVC [33] :

- La masse volumique du PVC est de l'ordre de 1.38g/cm^3 ;
- La température d'auto-inflammation 600 ;
- Limites d'explosivité dans l'air inférieur à 60 g/m^3 ;
- La masse volumique du PVC est de l'ordre de 1.38g/cm^3 .
- La température de la fusion de PVC est $>180\text{ }^\circ\text{C}$.

III.2.2. Propriétés chimiques

Le PVC non plastifié possède une résistance remarquable à bon nombre de produits chimique, une gamme étendue d'application où cette qualité revêt une importance primordiale, par contre, le PVC plastifié est sensible à certains solvants organiques (aromatiques, cétoniques et chlorés).

Aussi, certaines modification de la structure peuvent survenir naturellement, mais compte tenu des précautions spéciales prises au stade de la formulation qu'à celui de la transformation, les compositions à base de PVC présente une bonne tenue au vieillissement naturel, qui peut être améliorée par l'addition d'agents de protection anti-UV et le choix de colorants ou pigments sélectionnés en vue d'utilisations particulières [35].

Chapitre III : Polymère thermoplastique

III.2.3. Propriétés électriques

Le PVC a de bonnes propriétés isolantes mais les pertes électriques dans le matériau sont suffisamment importantes pour permettre le soudage par haute fréquence [36].

III.2.4. Propriétés thermiques

Le tableau suivant montre quelques propriétés thermiques du pvc :

Tableau N°6 : Propriétés thermique du pvc [36].

Propriétés thermiques	Caractéristiques
Conductivité thermique	Elle est d'environ $0,2 \text{ W. m}^{-1}.\text{K}^{-1}$.
Capacité thermique massique	Elle est d'environ $1\,046 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$.
Pouvoir calorifique	Il est de 17 kJ/kg environ, pour les PVC non plastifiés et de valeur supérieure mais variable suivant la formulation pour les PVC plastifiés.
Coefficient de dilatation linéique	Il est d'environ 5.10^{-5} à 8.10^{-5} K^{-1} pour les PVC non plastifiés et moins significatif pour les PVC plastifiés.
Température de ramollissement Vicat	La température de ramollissement Vicat pour les PVC non plastifiés se situe entre 65 et 85 °C. Pour des mélanges de PVC et de PVC chloré, elle peut atteindre des valeurs supérieures à 100 °C.
Température de fléchissement sous charge	Elle ne s'applique qu'aux PVC non plastifiés. Elle varie de 55 à 70 °C selon les formulations et peut atteindre 90 °C pour celles contenant du PVC chloré.
Comportement au feu	Le PVC se décompose dans une flamme en libérant de l'acide chlorhydrique gazeux mais il est auto extinguable. Les PVC plastifiés brûlent plus facilement.

CHAPITRE IV

Adhésion et procédés de fabrication des composites

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

I. Adhésion fibre/matrice

L'adhésion entre les fibres végétales et la matrice polymère est sans doute le point le plus important qui détermine les propriétés des matériaux composites. En effet, dans les WPC's les propriétés mécaniques chutent si l'adhésion fibre/matrice est mauvaise, phénomène lié au fait que les fibres végétales sont hydrophiles et polaires alors que les polymères thermoplastiques couramment utilisés dans ce genre de matériaux composites, sont hydrophobes et apolaires [2].

II. Les méthodes de modification de la surface

Pour palier au problème d'incompatibilité entre les fibres végétales et les polymères hydrophobes tel que les thermoplastiques, la modification de surface peut être envisagée ou l'utilisation d'agent de couplage. En effet, le changement de la polarité des fibres et/ou du polymère ou l'introduction d'espèce pouvant lier les deux constituants antagonismes des WPC's sont des solutions qui peuvent conduire à l'obtention d'un matériau avec de bonne ou très bonnes propriétés mécaniques.

Ils existent deux principales méthodes de modifications de surface : les méthodes physiques et les méthodes chimiques. Elles diffèrent suivant qu'elles changent les propriétés de surfaces ou par le changement de la structure des surfaces [15].

II.1. Les méthodes physiques de modification de la surface

Se sont des méthodes physiques qui n'entraînent pas une modification chimique telles que le calandrage, l'étirement, les traitements thermiques, traitement par décharge ou corona, etc. Néanmoins, les méthodes physiques induisent un changement des propriétés surfaciques de la fibre cellulosique ou de la matrice thermoplastique [15].

II.1.1. Les traitements par décharges électriques (corona, plasmas froids)

Sont très efficaces sur les polymères non actifs comme les polyoléfinés. La modification des fibres cellulosiques par ce type de méthode a connu plusieurs succès dans le cadre d'études sur les composites WPC (propriétés mécaniques, réduction de la viscosité au point de fusion) [34].

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

II.1.2. L'irradiation par Ultra-Violet

Semble une méthode alternative simple et intéressante pour greffer les surfaces polymères, notamment si l'on souhaite fonctionnaliser la surface de la cellulose.

D'autres techniques comme le traitement à l'ozone ou bien l'oxyfluorination, habituellement dévolus aux polymères synthétique, ont été employées pour des papiers lignocellulosique/polyéthylène. Il s'agit dans le cas de l'ozonation d'introduire des groupes peroxyde à la surface du substrat.

L'ensemble de ces méthodes physiques propose une gamme de solutions plus ou moins faciles à mettre en œuvre. Les agents dispersifs et autres additifs présentés, par leur facilité d'application, correspondent aux techniques physiques les plus largement répandues dans le domaine des composites WPC bien qu'il existe un intérêt croissant pour les méthodes au plasma [34].

II.1.3. Les agents dispersifs

Ces produits, comme les cires et paraffines agissent sur des propriétés spécifiques qui entraînent des modifications de surface permettant d'améliorer directement le composite ou indirectement en facilitant sa fabrication [14].

II.2. Les méthodes chimiques de modification de la surface

La modification de la surface par des méthodes chimiques a pour objectif de rendre compatibles deux matériaux par l'introduction d'un troisième aux propriétés intermédiaires. Le couplage réalisé permet l'association des fibres cellulosiques fortement hydrophiles avec des polymères hydrophobes [35].

II.2.1. La mercerisation

C'est une ancienne technique de modification chimique couramment pratiquée par l'industrie textile du coton. Il s'agit d'un traitement alcalin en température qui tend à être adapté aux fibres naturelles. Certaines caractéristiques mécaniques et d'absorption sont améliorées par la mercerisation [37].

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

II.2.2. Les couplages chimiques

La méthode de couplage chimique est parmi les techniques de modification des plus importantes. Son principe repose sur la formation de ponts chimiques entre les fibres cellulosiques et le polymère synthétique [37].

Les agents de couplages proprement dit se divisent en trois grandes catégories : les organiques, les inorganiques et les organiques-inorganiques. Datant du début des années soixante du vingtième siècle, ce n'est qu'à la fin de cette décennie que l'on suggère l'utilisation d'un agent de couplage pour améliorer les propriétés mécaniques des composites bois/polymères [38].

II.2.2.1. Les agents de couplage organiques

Sont les plus utilisés pour les produits à base de bois. Ceux qui sont employés dans les WPC disposent dans leurs structures moléculaires de groupe bi- ou multifonctionnel [37].

II.2.2.2. Les agents de couplage inorganiques

Classé comme agent de couplages, toutefois, ils sont nettement moins importants dans les composites WPC. Les silicates permettent par exemple de créer une certaine compatibilité entre la fibre de bois et le polymère [37]. Il faut noter que ce type d'agent agit plutôt comme un agent dispersif qui contrebalancerait la polarité de la surface des fibres de bois [38].

II.2.2.3. Les agents de couplage organiques-inorganiques

Sont des composés à structure hybride 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 [37].

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

II.2.3. L'imprégnation des fibres

L'imprégnation offre une meilleure combinaison de la fibre et du polymère. Les fibres sont imprégnées dans des solutions polymères ou par dispersion d'un polymère de faible viscosité qui sont, bien entendu, compatibles avec le polymère du composite WPC. La difficulté provient pour bon nombre de polymères du manque de solvants disponibles. Cependant l'imprégnation s'est avérée une solution intéressante dans le cas de composites WPC à matrice PS ou PVC [37].

II.2.4. Changement de la tension superficielle

Le changement de la tension de surface passe par la modification de l'énergie de surface. L'énergie de surface est directement reliée à la nature hydrophile des fibres cellulosiques. Par exemple, modifier l'énergie de surface de ces fibres avec de l'acide stéarique améliore leur dispersion dans une matrice polypropylène. De même, l'usage d'acétate de polyvinyle s'est montré bénéfique pour les propriétés mécaniques ou de résistance à l'humidité de composites WPC à matrice polyester insaturé [38].

II.2.5. Thermoplastification du bois

Le bois peut sous certaines conditions se transformer en un matériau capable de fluier thermiquement grâce à des modifications chimiques. Il s'agit de liquéfier ou plastifier le bois. La plastification peut s'effectuer à l'aide de modifications chimiques comme l'estérification ou l'éthérification. L'ajout de plastifiants s'avère nécessaire si le nombre de substitutions par des groupes polaires, responsable de la plastification, est petit.

La liquéfaction du bois emploie diverses techniques de dissolution sur du bois traité ou non, et les applications peuvent par exemple prendre la forme de mousses, ou de mélange avec des résines phénoliques sous la forme de solutions phénoliques de bois qui sont formables par la suite [38].

III. Les techniques de fabrication des composites

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

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

III.1. Les techniques plasturgistes

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

Un dispositif thermocinétique permet de réaliser un mélange homogénéisé à haute température de fibres cellulosiques et d'un thermoplastique. Une fois le mélange est réalisé, il est possible de fabriquer le produit par thermoformage (moulage sous compression /injection/extrusion).il est important de noter que les paramètres de fabrication comme la vitesse de rotation du mélangeur, la température, le temps, l'humidité et autres, influencent les propriétés du composite produit [13].

➤ L'extrusion

L'extrusion est un procédé de fabrication et de transformation de matières à l'état granulaire ou poudre en un profilé. Lors de l'extrusion, les fibres sont incorporées au thermoplastique fondu à l'aide d'un système de vis [14]. Le but est de fabriquer un matériau qui ressemble au bois naturel à basse température (70 à 200°C), ce 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 [13].

➤ La compression

Le composite est introduit 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 [14].

➤ L'injection

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, on le retire lorsqu'il est solidifié. Pour comprendre, il faut savoir que le polymère fondu et homogénéisé, s'entasse à l'avant de la vis dans la zone d'accumulation, puis une quand quantité prédéterminée de polymère a été plastifiée, la vis agit comme un piston et injecte la résine à haute pression vers le moule tempéré. Avec ce procédé, on peut fabriquer une large variété de produits pour différentes applications [14].

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE V

Matériels et méthodes

Notre étude expérimentale a été réalisée des laboratoires de chimie du Socle SNV de (Tamda), et du laboratoire de Génie civil à l'Université Mouloud Mammeri des laboratoires des sociétés CABEL (Oued Smar) et CATEL (Smar) à Alger.

I. Matériaux utilisés

Dans ce qui suit, la matrice et ses additifs, mis à part le grignon, sont fournis par la société CABEL.

I.1. La résine du PVC

Une matrice de type SE-1200, issue d'une polymérisation en suspension, de masse volumique 0,509 -0,520 g/cm³, de valeur K-wert 71, une densité de 0.481-0.561 g/cm et une viscosité de 0.99-1.030.

I.2. Le plastifiant

Le plastifiant utilisé dans la préparation des composites avec une teneur de 30 parties pour cent de résine (pcr), est le dioctyle phtalate (DOP), de masse molaire 390,6 g/mol, dont la formule chimique du plastifiant utilisé est la suivante :

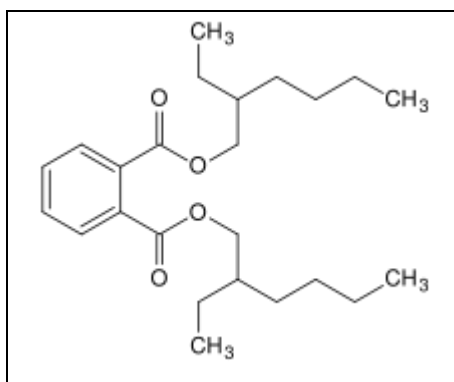


Figure N°9 : Formule chimique du plastifiant [43].

I.3. Autres additifs

Parce que le PVC est un matériau sensible à la chaleur et la fraction, les stabilisants thermiques et les lubrifiants sont nécessaires pour sa transformation. Nous avons utilisé dans la préparation des différentes formulations un stabilisant thermique à base de Ca/Zn avec une teneur de 4 pcr et un l'acide stéarique comme lubrifiant avec une teneur de 0,5 pcr.

II. La mise en œuvre des matériaux

II.1. Préparation de la farine du grignon d'olives

II.1.1. La récolte du grignon d'olives

La fibre utilisée est issue des déchets lors de l'extraction de l'huile d'olives, récoltée en kabylie dans deux régions : Ain El Hammam (20 % massique), et Iloulla–oumalou (80 % massique).



Figure N°10 : Grignon d'olives.

Afin d'obtenir une farine à base de grignon, différentes étapes sont suivies, à savoir : le lavage, séchage, broyage et tamisage.

II.1.2. Lavage

Le grignon a été mis dans des cuvettes puis lavé avec de l'eau tiède pour le séparer de la margine.



Figure N°11 : Lavage du GO.

II.1.3. Séchage

Après l'étape du lavage ce grignon, nous avons fait subir aux grignons un séchage naturel à l'air libre pendant trois jours.



Figure N°12 : Séchage du GO.

II.1.4. Broyage

Le grignon propre a été coupé en petits morceaux, et a subi un broyage en utilisant un broyeur de boulangerie pour obtenir vers la fin une poudre à dimension différentes.



Figure N°13 : Farine du GO.

II.1.5. Tamisage

Le résultat obtenu par le broyage a été tamisé dans un tamis afin d'obtenir une farine ayant un diamètre inférieure à 125 μm .



Figure N°14 : Tamisage de la farine du GO.

III. Elaboration des composites PVC/fibre du grignon d'olives

La matrice PVC, le lubrifiant et le stabilisant sont introduits dans une cuvette pour être bien mélanger. Après ce mélangeage de 4 à 5 minutes, nous avons ajouté le plastifiant et continué à mélanger pendant 7 minutes de telle manière à ne pas dépasser une température de 90°C (figure 15). Le compound obtenu appelé mélange à sec, est utilisé pour la préparation des différentes formulations. Ces dernières sont le résultat d'un malaxage dans un mélangeur à cylindres de marque Le SCUYER de type A 80 (figure N°16).



Figure N°15 : Mélange manuelle des composants.

Pour chaque formulation, 300 grammes prélevés du mélange à sec sont ramollis à une vitesse de rotation des cylindres de 29 tour/minutes et à une température de 136 °C, après quoi nous avons introduit la fibre du grignon d'olives à différente teneur selon la formulation à préparer: 10%, 20%, 30%. Le malaxage est maintenu pendant 5 minutes.



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

Chaque formulation est ensuite soumise à un moulage par pressage à chaud sous une pression de 300 KN et à une température de 170°C à l'aide d'une presse de marque

FONTJINE de model TP400. Les plaques ainsi obtenues avec une épaisseur de 2 mm sont refroidies à température ambiante (figure N°17) [16].

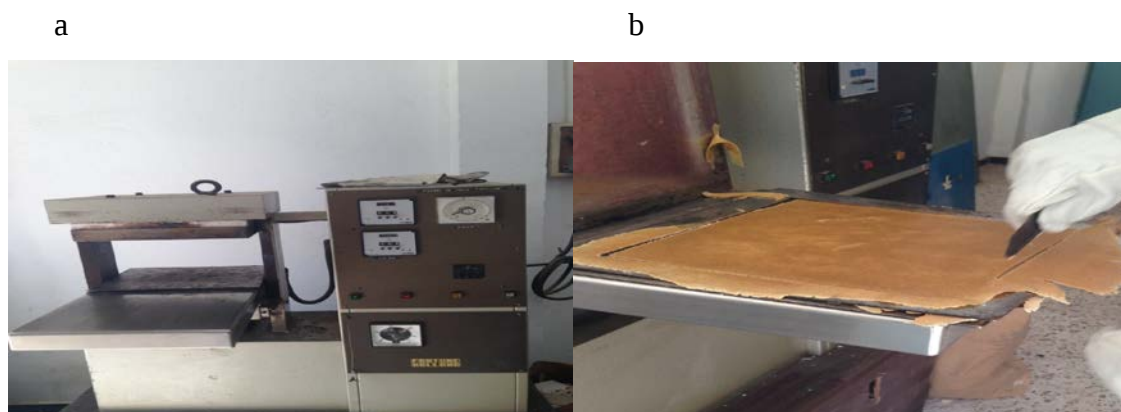


Figure N°17 : a-Presse de marque FONTJINE de model TP400, b-Model de plaques obtenues.

➤ Préparation des éprouvettes de types H :

Nous avons découpé au niveau de CABEL, les plaques préparées en éprouvettes de type H en forme d'haltère à l'aide d'un appareil mécanique qui est représenté dans la figure, pour chaque échantillon cinq éprouvettes ont été découpées, dont les caractéristiques suivantes [41]:

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



Figure N°18: Appareil mécanique des éprouvettes de type H.

IV. La caractérisation

IV.1. La fibre

IV.1.1. Détermination de taux de polyphénols par Spectroscopie à UV

IV.1.1.1. Matériels et réactifs utilisés au laboratoire

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

- Fiole jaugée de 250ml, bécher, erlenmeyer;
- Pipettes, pro pipettes;
- Spectrophotomètre, Cuve (cellule) en plastique;
- Bain-marie, balance;
- Agitateurs, broyeur;
- Cristalliseur, creuset;
- Etuve, tubes à essai;
- Réactif de Folin Ciocalteu dilué 10 fois (2.5ml de F.C+ 25ml d'eau distillé);
- Méthanol à 80% ;
- Solution de NaCO_3 (carbonate de sodium) à concentration 74g/l;
- Solution d'acide gallique (5g dissout dans 1000ml d'eau distillée) [42].

IV.1.1.2. Mode opératoire

L'objectif de cette extraction est de libérer les polyphénols présents dans des structures vacuolaires par rupture du tissu végétal et par diffusion. Ces derniers sont extraits par extraction liquide-solide en utilisant le méthanol comme solvant, pour ce faire on a suivit le chemin suivant :

1. Quatre pesées de 0.05g pour chaque échantillon (grignon d'olives) sont préparées à l'aide d'une balance à 0,0001de précision;



(a): Flacon de poudre



(b) : Balance « Précisa »

Figure N°19 : Préparation de la pesée.

Chapitre V : Matériels et méthodes

2. Par la suite, nous avons ajouté 20ml de méthanol pour chaque pesée à 80% (80% de méthanol+20% d'eau distillée). Ces dernières sont mises sous agitation pendant 2 h, puis filtrées et récupérées dans un erlenmeyer fermé;



(a) : Agitateurs « HEIDOLPH MOTOR »



(b) : Filtrats dans un erlenmeyer.

Figure N°20 : Préparation des filtrats.

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 de chimie de département de biologie 'SNV' de la faculté des sciences biologiques et agronomiques à TAMDA, U.M.M.TO.

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

Les polyphénols sont dosés par la méthode colorimétrique en utilisant le réactif Folin-Ciocalteu, en se basant sur une gamme étalon et en suivant ce cheminement :

1. Nous avons mélangé 0.5ml de la solution à doser ou du filtrat avec 2.5ml de réactif F.C;
2. Nous avons préparé des solutions filles de Folin-Ciocalteu à 1/10 et 1/20;
3. Après 1 mn de contact du Folin avec le filtrat, nous avons ajouté 2ml de carbonate de sodium (NaCO_3) à concentration 74g/L, puis nous avons mis chaque mélange dans un tube à essai;
4. Nous avons mis les tubes à essai dans le bain marie à température $T = 50^\circ\text{C}$ pendant 5mn;
5. Pour la courbe d'étalonnage, nous avons pesé 0.5g de l'acide gallique, on le dissout dans un litre d'eau distillée;
6. En suite, il s'agit de préparer quatre solutions filles de concentration de 0.06, 0.12, 0.20 et 0.28 g/l à partir de la solution mère (acide gallique à 0.5g/L);

Chapitre V : Matériels et méthodes

7. Nous avons mesuré ensuite l'absorbance de chaque échantillon à 760nm.



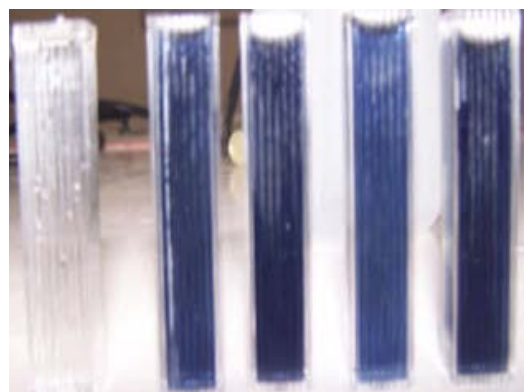
(a) : Ajout de F.C + NaCO_3



(b) : Bain marie «MEMMERT »



(c) : Tubes à essai A la sortie de bain



(d) : Cellule en plastique remplie de la solution



(e) : Spectrophotomètre « **HELIOSEPSILON** »

Figure N°21: Schéma de dosage des polyphénols.

Chapitre V : Matériels et méthodes

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 à l'état frais (0.05g) [42].

IV.1.2. Détermination du taux de cendre

C'est le pourcentage de résidus restant après combustion sèche du grignon d'olives à une température allant de 580 à 600°C.

Pour ce faire on a suivi le chemin suivant :

1. Nous avons pris un creuset sec et peser son poids vide ;
2. Nous avons pris 5 g de la farine du grignon, nous l'avons introduit dans le creuset ;
3. Le creuset est mis dans un four à moufle à une température de 550°C pendant 3 heures et 30 min (les 30 minutes c'est la durée que prend le matériel pour atteindre la température voulue) ;
4. Après avoir sorti l'échantillon du four à moufle, nous l'avons mis dans un cristalliseur contenant du gel de silice pour lui éviter l'absorption de l'humidité de l'air ;
5. Une fois refroidis, le creuset a été repesé pour obtenir le taux de cendre (matière minérale), en pourcentage.



Figure N°22 : Balance de la précision.



Figure N°23 : Four à moufle



Figure N°24 : Cristallisoir

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 5g [21].

IV.1.3. Détermination du taux d'absorption de la farine de GO

C'est la quantité d'eau maximale que peut absorber un échantillon de 05 gramme préalablement étuvé pendant 24H à 105C° pour qu'il puisse perdre son eau libre (figure N°22).

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

1. Pour refroidir nous avons mis les échantillons dans le dessiccateur déjà mentionné pour une durée de 3H ;
2. Après refroidissement on a pesé trois échantillons ;
3. Après une immersion complète dans de l'eau distillée pour une durée de 24H à température ambiante, nous avons pesé les encore pour avoir la masse après immersion et filtration (figure N°26).



Figure N°25 : Farine de GO dans l'étuve.



Figure N°26 : Filtrage de la farine de GO.

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

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

Avec :

- % : Pourcentage d'absorption ;
- M_f : la masse après immersion ;
- M_0 : la masse avant immersion [19].

IV.1.4. Analyse thermogravimétrique

L'analyse ATG a été aussi employée pour évaluer les propriétés thermiques de la farine utilisée, en utilisant un appareil de type Setaram TG-DTA 92 B, piloté par ordinateur, avec un programme de température allant de 10 à 600 °C à une vitesse de chauffage de 10 °C/min sous atmosphère inerte.

IV.1.5. Analyse morphologique par MEB

La microscopie électronique à balayage MEB est une technique de microscopie électronique capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon, elle consiste en un faisceau d'électrons balayant la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet certaines particules. Ces particules sont analysées par différents détecteurs qui permettent de reconstruire une image en trois dimensions de la surface.

Nos photomicrographies ont été obtenues à partir des échantillons de la farine du grignon d'olive par un MEB classique de l'université de Tizi-Ouzou de type ESEM XL 30 Philips à filament de tungstène couplé à un système complet de microanalyse EDS au niveau du laboratoire d'électrochimie et corrosion situé à Hasnaoua.



Figure N°27: MEB « PHILIPS XL 30 ».

IV.2. Cratérisation des formulations du composite PVC/grignon d'olives

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

IV.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 préalablement étuvé pour qu'il puisse perdre son eau libre, après une immersion complète dans de l'eau distillée.

Pour connaître 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 ;

Chapitre V : Matériels et méthodes

3. Nous avons immergés chacun totalement dans de l'eau distillée à pH égal à 6, à température ambiante pendant 24h (figure N°24) ;
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 N°25);

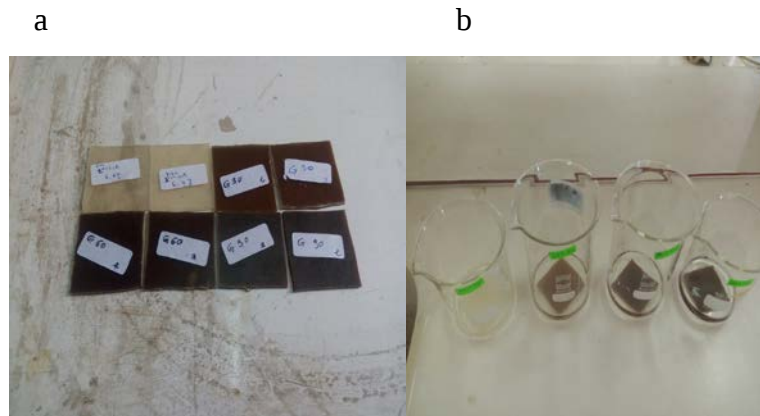


Figure N°28 : a-Echantillons des plaques réalisées b- Echantillon immergé dans l'eau distillée.



Figure N°29: Séchage des échantillons avec le papier absorbant.

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

$$\% = \frac{Mf - M0}{M0} \times 100$$

Avec :

- M_0 : étant la masse avant immersion ;
- M_f : masse après immersion [43].

IV.2.2. Essais mécaniques

Test de Traction

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

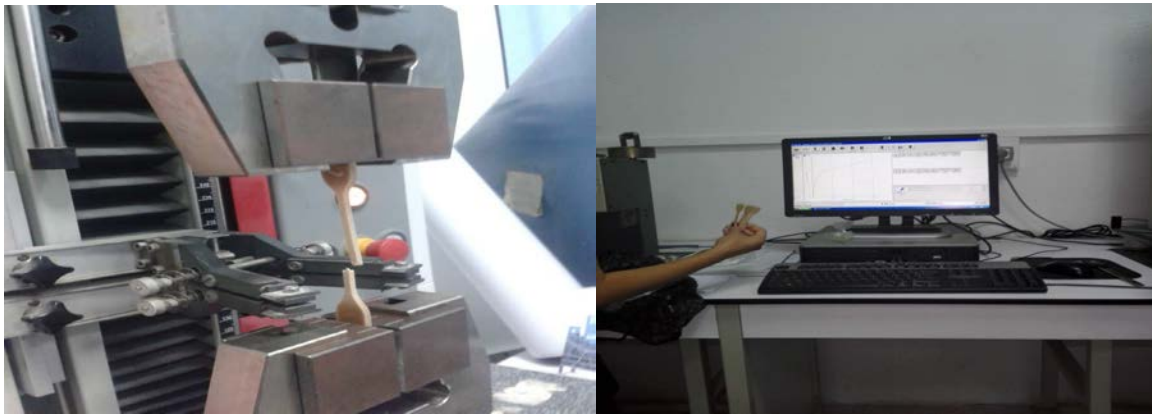


Figure N°30 : Machine d'essai de traction de marque ZWICK de type BTC-FR 2.5TN.D09.

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 [16] :

- **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.

IV.2.3. Analyse morphologique par MEB

Nos photomicrographies ont été obtenues à partir des faciès des éprouvettes après avoir été immergé dans l'azote liquide chez un vétérinaire. Par le test du MEB au niveau du même laboratoire d'électrochimie et corrosion situé à Hasnaoua que pour la fibre, et en utilisant le même appareil décrit auparavant.

CHAPITRE VI

Résultats et discussions

I. La caractérisation de la fibre

I.1. Détermination de la teneur en composés phénoliques par spectroscopie à UV

Une des originalités majeures des végétaux réside dans leur capacité à produire des substances naturelles très diversifiées [44]. Les métabolites secondaires qui appartiennent à ces groupes chimiques, sont les alcaloïdes, les terpènes, les composés phénoliques, etc [45].

Les résultats de l'absorbance sont montrés dans le tableau suivant :

Tableau N°7 : 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

À partir de ces résultats on a fait la courbe d'étalonnage qui est montrée dans la figure 31 suivante :

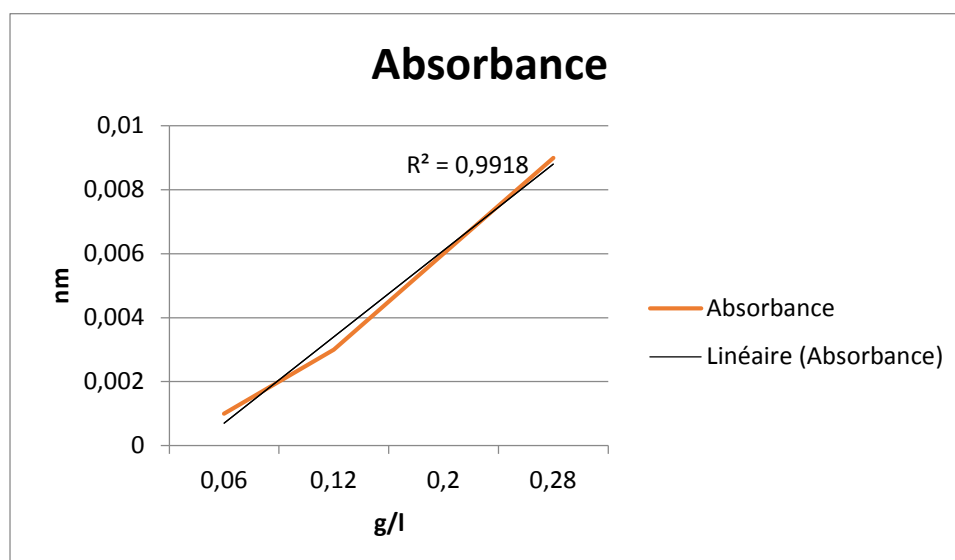


Figure N°31 : Courbe d'étalonnage.

Le résultat du calcul de taux des phénols est résumé dans le tableau suivant :

Tableau N°8 : Résultat de taux des phénols.

	1/10	1/20
C (g/l)	0.97925	0.72925
V (ml)	0.5	0.5
M (g)	0.05	0.05

Le taux des phénols totaux donné par la formule :

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

Avec :

C : Concentration en équivalent acide gallique ;

V : Volume de la solution;

M : Poids de l'échantillon à l'état frais.

Les résultats de taux des phénols sont présentés sur la courbe suivante :

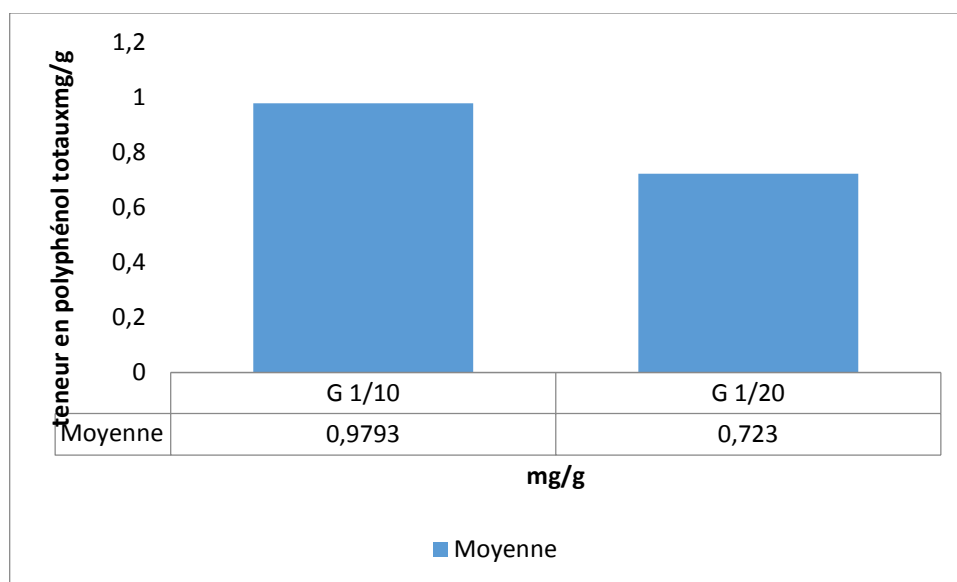


Figure N°32 : Histogramme de taux des polyphénols totaux.

D'après les résultats obtenus on remarque que l'absorption est en augmentation en fonction de la concentration en acide gallique et cela est montré à partir de la figure N°31.

Concernant le taux des phénols qui est présenté sur la figure N°32, on remarque que le taux est supérieure en solution 1/10, c'est due par rapport à la concentration.

Il est possible d'identifier le matériel végétal en effectuant une séparation chromatographique de ses extractibles et d'établir leur motif caractéristique pour une famille, un genre, une espèce... [46].

Macheix et al [44] ont rapporté que le patrimoine génétique joue un rôle important dans la variation de la teneur en composés phénoliques, cependant, la concentration des

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

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

D'autres facteurs peuvent influencer la teneur en polyphénols et expliquer les variations observés au sein de l'espèce végétale étudiée : la nature chimique des produits à extraire, la méthode d'extraction employée, sa température et les solvants utilisés, la durée et les conditions de stockage ainsi que la présence des substances interférentes, etc [49,50] ;

I.2. Détermination du taux de cendre

Les résultats sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau N°9 : Les résultats des pesées de l'échantillon de la farine de grignon d'olive avant et après incinération.

Creuset vide	Creuset +M ₀	Creuset +Cendre
35.005 g	40.005g	35.106g

Le taux de cendre est donné par la formule suivante :

$$w (\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100 = 2,02 \%$$

Après l'incinération de la farine du GO, on constate que la matière organique a totalement disparue et il n'est resté d'après la littérature que la matière minérale (cendre) qui est constituée principalement du soufre, du phosphore, du chlore, du silicium, du potassium, du calcium, du magnésium, du fer, du sodium et exceptionnellement elle peut contenir de l'aluminium, du zinc, et du bore, etc [21].

Les résultats du calcul révèlent une teneur en cendres de 2,02 %. Cette valeur est relativement faible comparée à celle trouvée par d'autres auteurs [47] pour la fibre d'alfa (plante annuelle) qui est de 8,15%, et celle d'autres grignons qui est à 3.28%.

Cette teneur en matières minérales aussi inférieure à celle de la fibre folioles de palmier nain qui est de 4,75% et elle est supérieure à celle de bois de chêne zene qui est de 0.2%. La différence observée est attribuée à plusieurs facteurs tels que la nature des végétaux, la saison d'abattage et de récolte, la nature du sol [43].

I.3. Détermination du taux d'absorption de la poudre de GO

Les résultats des calculs sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau N°10 : Les résultats des pesées des échantillons de la farine de grignon d'olive avant et après immersion.

	Creuset vide	Creuset avec poudre	Résultat après étuve avec creuset	Résultat après immersion avec creuset
Ech 1	27,8210	32,8210	32,2920	35,2048
Ech 2	28,8074	33,8077	33,2770	39,2922
Ech 3	28,2368	33,2366	32,7030	36,3378
Moyenne	28,2884	33,2884	32,7573	36,9449

$$Ta \% = \frac{M_f - M_0}{M_0} \times 100 = 12,78\%$$

D'après le tableau, on remarque que la farine de GO a une absorption d'eau qui va jusqu'à 12% et Cette dernier est due au caractère hydrophile de la fibre et à la présence de porosité.

D'après Ahmed Mozaffari et al [51] la fibre du grignon d'olive a une quantité importante du lignocellulose qui contribue à cette absorption.

I.4. Analyse thermogravimétrique

Les résultats de l'ATG sont présentés dans le graphe suivant :

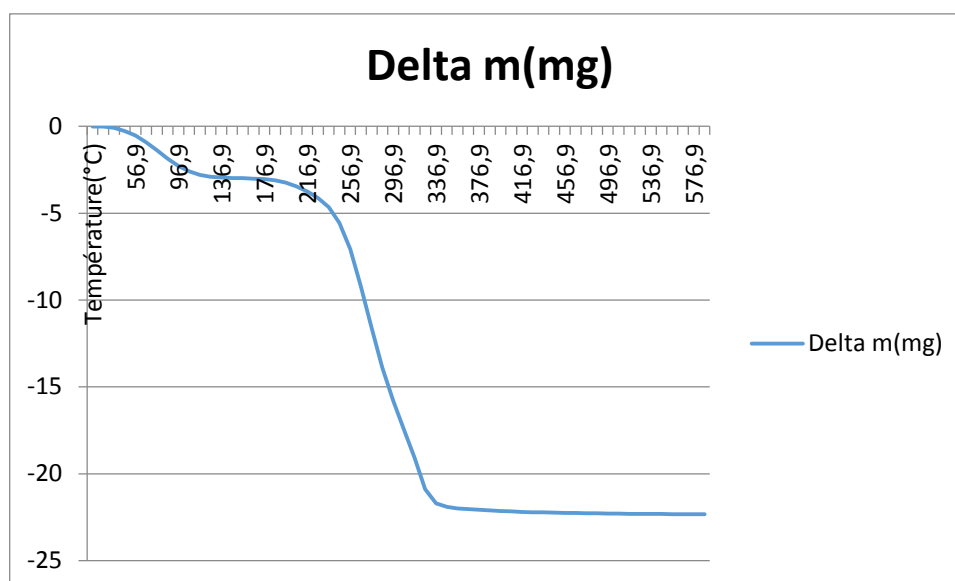


Figure N°33 : Analyse thermogravimétriques de la farine du grignon d'olives.

Une première perte de masse pour la farine, située au alentour de 60 °C, est attribuée à la perte d'eau [34], s'ensuit le début de décomposition de la lignine, pectines et hémicelluloses [39] avec une prépondérance de la dégradation des hémicelluloses entre 60°C et 216,9°C [52], ensuite s'ensuit la rupture de lien glucidique de la cellulose et par conséquent la dégradation de la cellulose entre environ 216,9°C à 336,9°C [53]. Cependant la lignine, qui commence à se dégrader en premier, est stable thermiquement relativement aux autres constituants cités [54] car elle continue sa décomposition jusqu'à 576,9 °C [38].

I.5. Analyse morphologique par MEB

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 MEB. La farine de grignon présente une distribution de taille variable et une surface non lisse.

La Figure 34 représente l'image MEB de la farine utilisée dans cette étude. Nous observons la présence dans les fibres vierges de plusieurs pores, trachéides et aussi des vides, clairement apparus sur l'image avec un agrandissement de 1000. Cette dernière observation faite est signalée par d'autres auteurs [2].

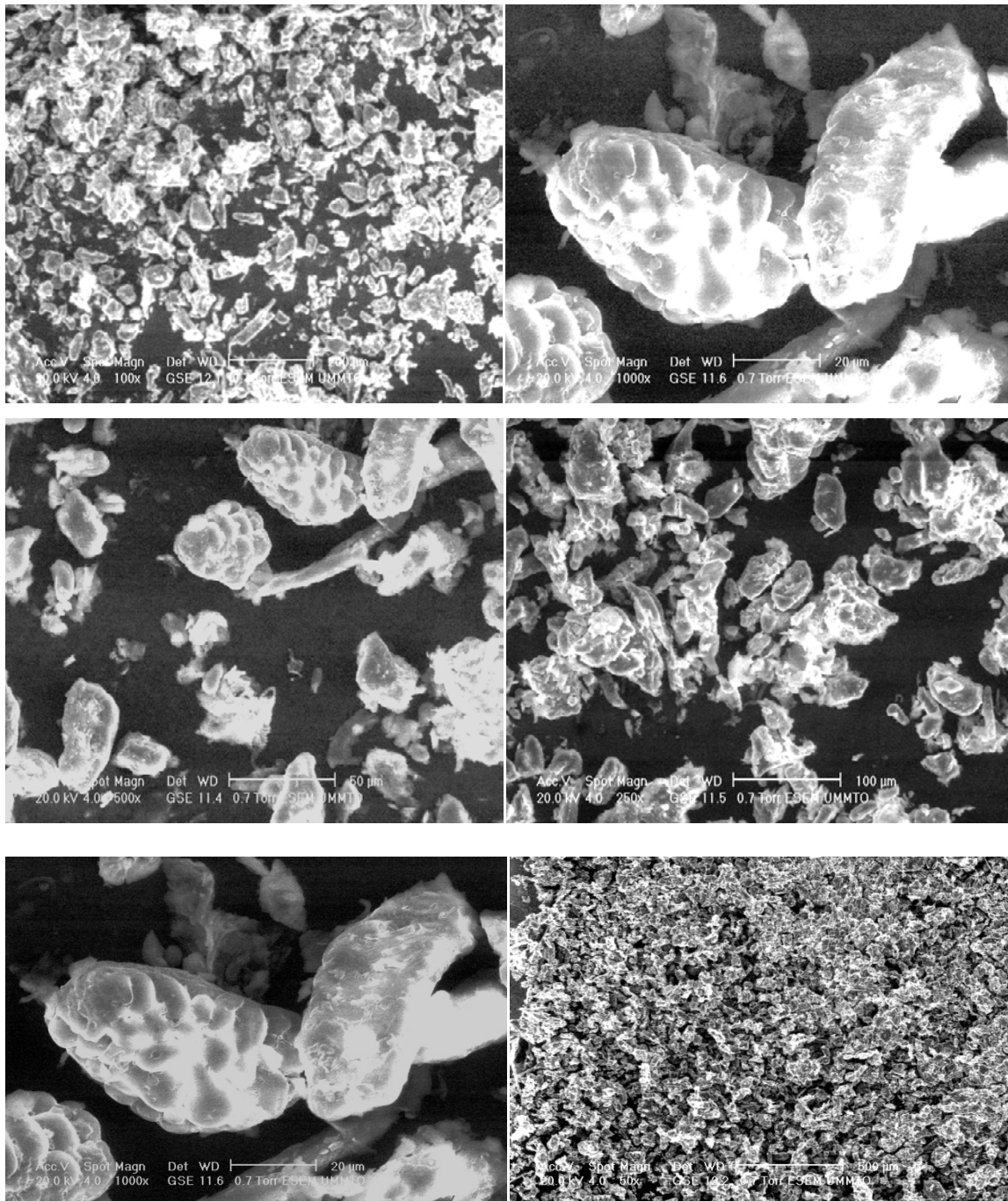


Figure N°34 : Images MEB de la farine du GO.

II. La caractérisation du composite

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

Les résultats du taux d'absorption des différentes plaques sont résumés dans la figure N°35 :

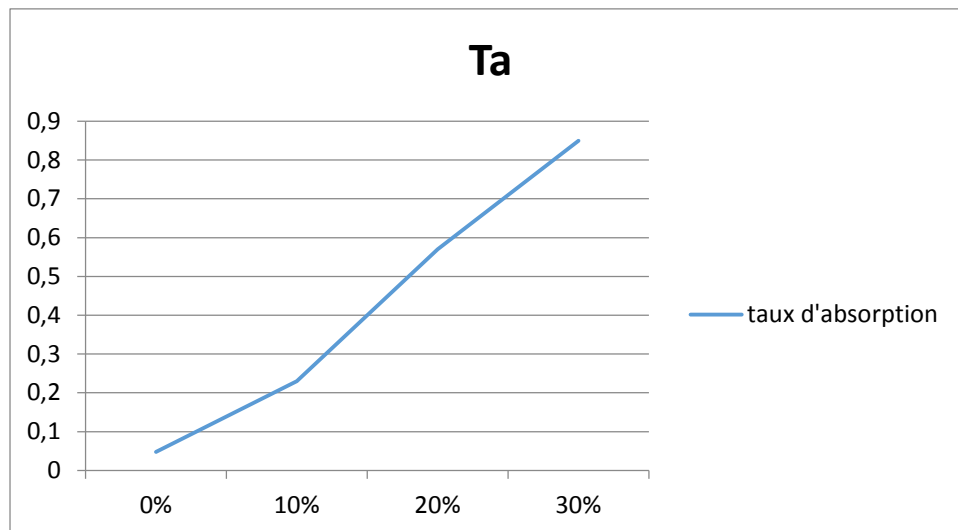


Figure N°35 : Graphe du taux d'absorption en fonction de taux de la charge végétale.

Nous observons du graphe qui précède que le taux d'absorption augmente en fonction de la teneur en grignon. Ceci est dû au caractère hydrophile de la fibre et à la présence de porosité, deux propriétés qui sont à l'origine de liaisons hydrogènes pour l'une avec l'eau et du phénomène d'absorption par capillarité pour l'autre.

En effet, selon certains auteurs [51] les composites qui contiennent : 0, 10 % de la fibre absorbent moins d'eau que les échantillons avec 20, 30 % parce que ces derniers contiennent une quantité importante du lignocellulose qui contribue à cette absorption. Donc la quantité d'eau absorbée est en corrélation avec le pourcentage de la farine végétale ajoutée.

Aussi, ce résultat est en accord avec celui de H.Wang et al [55] qui ont analysé l'influence de la teneur en humidité et la taille des particules de bamboo sur la stabilité dimensionnelle et les propriétés mécaniques du composite bamboo/PVC, ils ont montré que l'absorption d'eau augmente en fonction de la teneur en fibre, du fait de la présence de porosité, lumens et liaisons hydrogènes liées aux groupements hydroxyles présents dans les régions amorphes de la cellulose et hémicelluloses de la fibre accessibles à l'eau.

II.2. Propriétés de traction

II.2.1. L'allongement et la contrainte aux ruptures

Les histogrammes des figures : 36, 37 illustrent l'allongement et la contrainte à la rupture en fonction de la teneur en grignon d'olives.

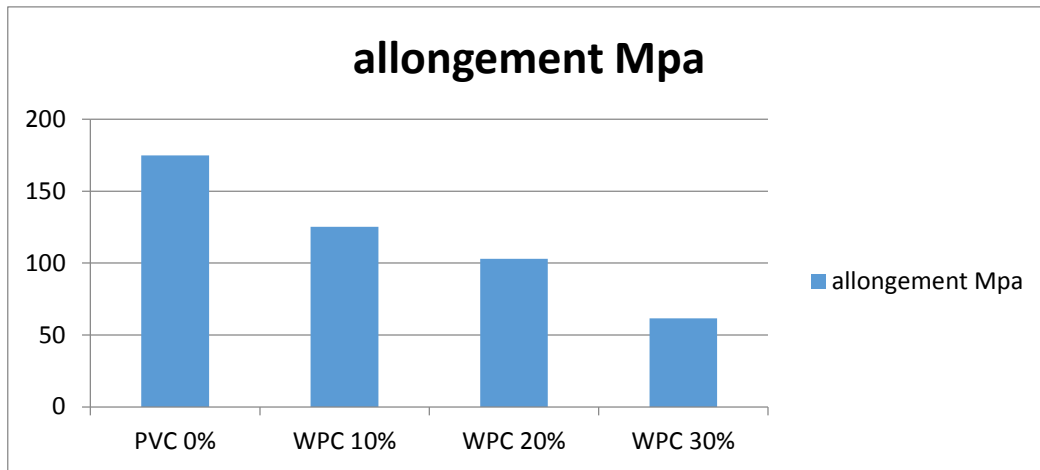


Figure N°36 : Allongements à la rupture des différents composites.

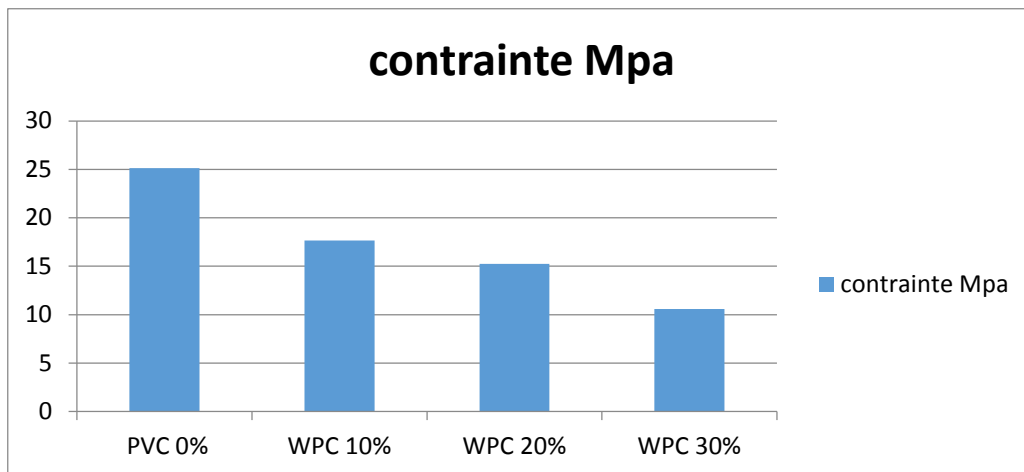


Figure N°37: contraintes à la rupture des différents composites.

Nous remarquons que toutes les autres formulations ont des allongements inférieurs au PVC seul qui est de 174,84%, et la diminution est fonction continue en fonction du taux de charge, et que la même chose est observé pour la contrainte à la rupture (PVC seul a une contrainte de 25, 13 MPa).

Cette diminution peut être expliquée par le fait que les fibres sont hydrophiles et le PVC est hydrophobe qui conduit à une absorption d'eau, la mauvaise dispersion de la charge dans le PVC, et aussi à la mauvaise adhésion inter-faciale entre la matrice et la charge, ce qui conduit à une diminution des propriétés mécaniques [29, 56].

Cette conclusion est en accord avec les résultats d'autres auteurs [29, 57], qui ont montré que l'allongement et la contrainte aux ruptures ont diminué en fonction de la teneur de la charge végétale.

II.2.2. Le module de traction (module de Young)

L'histogramme de la figure 38 illustre le module élastique en fonction de la teneur en GO.

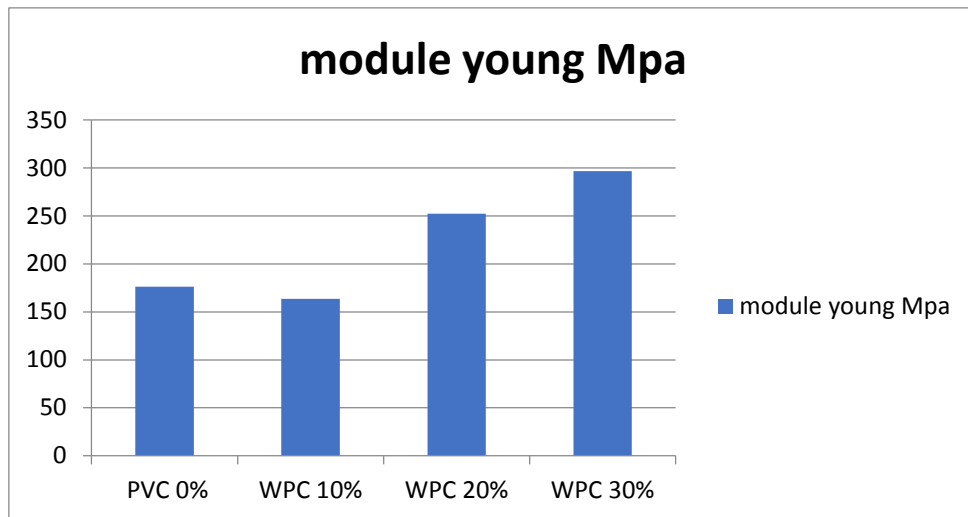


Figure N°38 : Module de Young des différents composites.

Les résultats obtenus montrent que d'un côté le module de traction a une tendance à augmenter en fonction du taux de la fibre, ce fait est dû à la bonne orientation la rigidité apportée par cette dernière à la matrice PVC [58,59].

D'autres auteurs ont noté la même observation et ont interprété [58,59]. Ils ont montré que la rigidité de la charge végétale conduit à une augmentation en fonction de sa teneur dans la charge polymère.

II.3. MEB des composites PVC/Grignon d'olives

Les figures 39, 40, 41, 42 représentent les images MEB du PVC, et des différentes formulations du composites PVC/farine du grignon respectivement.

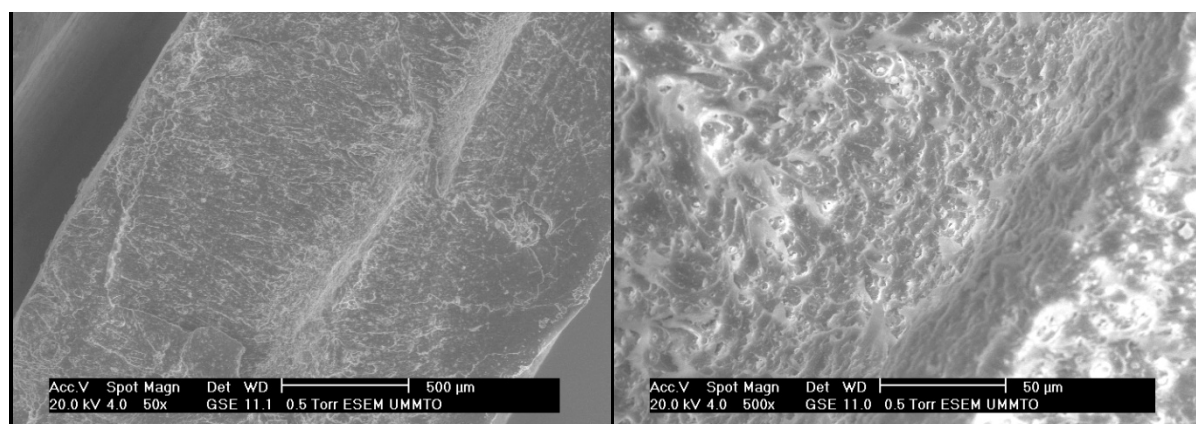


Figure N°39 : Micrographies du faciès du PVC vierge.

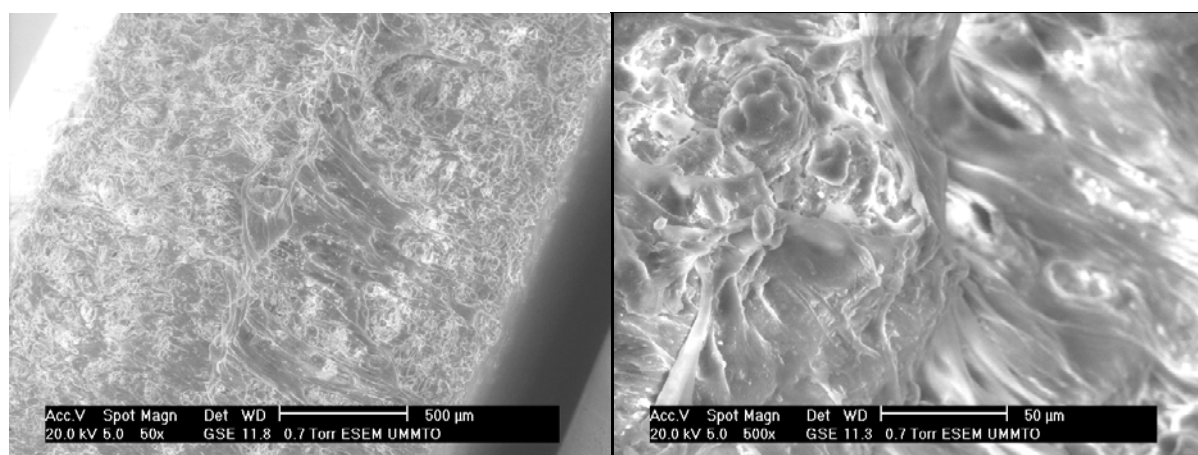


Figure N°40 : Micrographies du faciès du composite à 10% de charge.

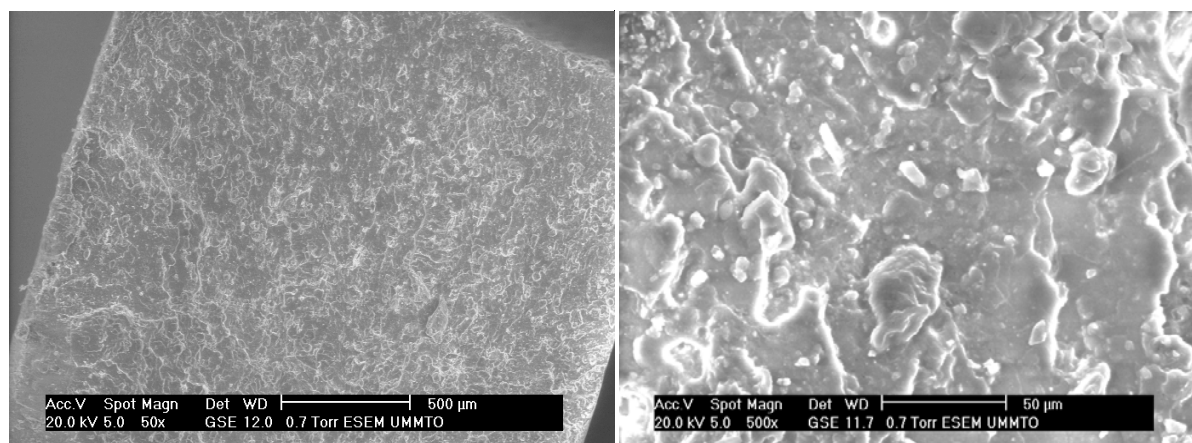


Figure N°41 : Micrographies du faciès du composite a 20% de charge.

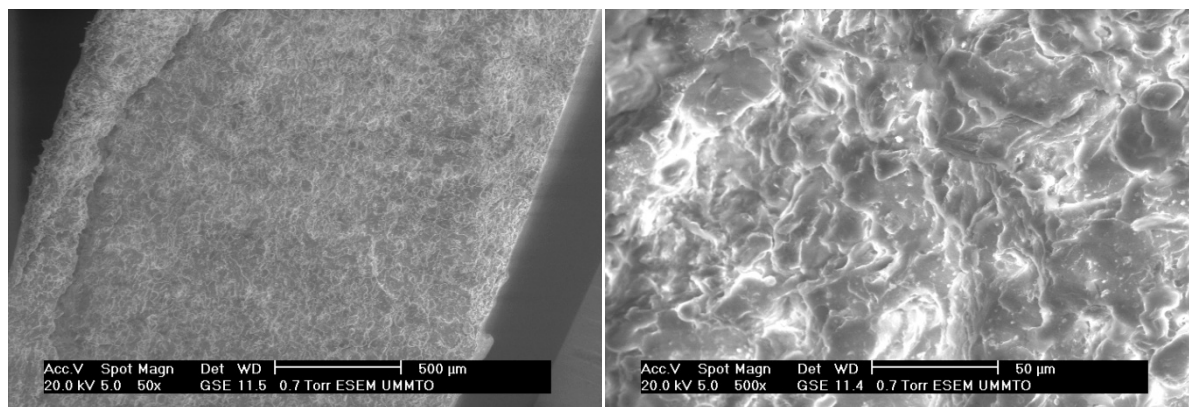


Figure N°42 : Micrographies du faciès du composite a 30% de charge.

On remarque de la figure N°39 que la surface du PVC est lisse et compacte sans défauts, alors que l'introduction de charge (figure N°40, 41, 42) introduit certains défauts. En effet, mis à part la formulation chargée avec 10 % massique de charge, où nous remarquons que les fibres du GO sont enchevêtrées et sont intercalées par le PVC et la surface ne présente pas de vides, il s'agit d'une relative bonne dispersion des fibres, les autres présentent des charges sortantes du polymère (PVC chargé avec 20 % massique) et de formation nette d'agglomérat (PVC chargé avec 30 % massique).

Ces défauts que le MEB a mis en évidence, ajouté à la mauvaise adhésion sont à l'origine de la baisse des propriétés mécanique, sont en accords avec les observations de certains auteurs [60].

Nous pouvons attribuer nos observations à la nature antagoniste de la charge végétale et du PVC, qui conduit à partir d'une teneur de 20 % massique au renforcement des interactions de type charge-charge et conduit à la formation d'agglomérat. De plus la mauvaise compatibilité fait sortir la charge du polymère.

CONCLUSION

Conclusion

Les propriétés physiques, mécaniques, morphologiques, thermiques et rhéologiques des composites bois- polymères dépendent de la structure des fibres ou charges végétales constituant le matériau ainsi que de leurs propriétés physico-mécaniques, de l'interface fibre ou charge/matrice. Les propriétés d'interface constituant un élément nodal pour une bonne compatibilité entre la matrice polymère et la charge ou renfort lignocellulosique, c'est pourquoi l'amélioration de la compatibilité est d'une importance capitale pour l'élaboration d'un composite avec de bonnes propriétés physico-mécaniques.

Dans notre travail nous avons pu répondre à la problématique posée qui était de préparer des composites bois-plastique afin d'exploiter un déchet local qui est le grignon d'olive qui se trouve en quantités importantes dans nos régions tout en profitant des caractéristiques et propriétés qui revêtent cette fibre naturelle mais aussi qui caractérisent le thermoplastique employé. La fibre utilisée n'a pas subi de traitement préalable, elle a été ajoutée à différentes teneurs (0, 10, 20 et 30%) et seul diamètre (0.125 mm).

Pour ces différents tests on a été réaliser pour la poudre obtenue à partir de la fibre utiliser ainsi que pour le matériau élaborer

pour déduire enfin que le composite élaboré avec un taux de 10 % de la fibre végétale et d'un diamètre de 0.125mm a donné de meilleures propriétés mécaniques donc une voie prometteuse, ainsi le composé obtenu permet de profiter des propriétés très intéressantes que confèrent ces fibres, tout en obéissant aux exigences économiques et environnementales et en préservant le développement durable.

Perspectives et recommandations

Cette présente étude peut servir comme un fondement pour des études futures, à savoir : l'effet d'une modification chimique de la fibre avec NaOH, Silane, l'acide acétique ou bien chlorure d'acétyle pour améliorer la compatibilité entre la charge du grignon et le PVC, afin d'obtenir un composite de meilleures propriétés, et l'étude du vieillissement accéléré et naturelles sur nos composites ainsi que ceux à élaborer.

Nous recommandons de créer un centre de collecte des grignons d'olives dans les régions pour une étude plus poussée de ces matériaux et leurs utilisations en tant que charge

Conclusion

dans les matrices PVC, ce qui va créer de l'emploi et contribue à la préservation de l'environnement.

Références bibliographiques

The text 'Références bibliographiques' is written in a bold, italicized, yellow font. Below the text is a shadow effect created by multiple overlapping, slightly offset copies of the same text in a darker yellow color, giving it a 3D appearance.

Références bibliographiques

- [1] ABIR, M. Etude de la production et de la caractérisation de composites bois-plastiques. Mémoire de maîtrise en Génie chimique. Québec, 2013. p : 10-83.
- [2] AUGIER, L. Etude de l'élaboration de matériaux composites PVC/bois à partir de déchets de menuiserie : formulation, caractérisation, durabilité et recyclabilité. Thèse doctorat de l'institut National Polytechnique de Toulouse. Toulouse, 2007. p17.
- [3] EL HADJI, B. Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2008.
- [4] TALEL, B. 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] SEDAN, D. Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite. Thèse de doctorat de l'université de limoges, 2007.
- [6] MICHEL, D. « Aide mémoire de science des matériaux », Dunod, 2005.
- [7] SERGE, E., et al., « Les matériaux de A à Z. 400 entrées et des exemples pour comprendre », Dunod , 2008.
- [8] CHERIZOL R., SAIN M., TJONG J., OPEN J. Polym chem, 2015.
- [9] ASHORI A. Biotechnol. 2008.
- [10] THIBAUD S. Valorisation chimique de compose à l'université de Toulouse, 1995.
- [11] DAMMER L., CARUS M., RASCHKA A., SCHOLZ L., nova-Institute for Ecology and Innovation, Allmagne, 2013.
- [12] MAYA J. J., et al. Rubber Nanocomposites: Preparation, Properties and Applications; Chapitre 8, Sabu Thomas and Ranimol Stephen (Ed), John Wiley & Sons Pte Ltd. 2010.
- [13] JODIN P. Le bois, matériau d'ingénierie. Association pour la recherche sur le bois en Lorraine, Nancy, France, 1994.

Références bibliographiques

- [14] BELOUADAH Z. Contribution à l'étude d'endommagement et du comportement mécanique des matériaux composites renforcés par des fibres végétales existantes dans la région du Hodna. Thèse doctorat, spécialité génie mécanique, U .M.M.T.O.2017.
- [15] SLAMA, I. Caractéristiques physico-mécaniques des composites bois plastiques provenant de la valorisation des résidus des panneaux mdf- etude des possibilités de recyclage. Thèse de la maîtrise en ingénierie.Québec : Université du Québec à Chicoutimi, 2008.
- [16] BOUMERDASSI, K. Elaboration Et Caractérisation D'un Composite Biodégradable A matrice Thermoplastique Et Renfort Polysaccharide. Mémoire de magistère. Université M'hemed BOUGGARA DE BOUMERDES, 2008.
- [17] BADEA¹, A. GHEORGHE², C.,MĂRCULESCU³,C.,APOSTOL⁴,T.L'influence des Propriétés Physiques Du Bois Et Des Paramètres Du Processus Sur Les Produits De Pyrolyse. ISSN.2008, 1454-234x.
- [18] MEZIANE, S. 2013, Modélisation de la cinétique du séchage du grignon d'olive. Revue des Energies Renouvelables, 2013.
- [19] BABAKHOUYA, N. Mémoire de magister. Récupération des métaux lourds par l'utilisation des absorbants naturels, 2010.
- [20] LAKHTAR, H. Thèse de doctorat, culture du *Lentinula edodes*(Berk) pegler ssur résidus oléicoles en fermentation en milieu solide ; transformation des polyphénols des margines. Saint Jérôme, 2009.
- [21] MOUSSAOUI R. Valorisation des sous-produits de l'huilerie d'olive : grignon et margine. Thèse de doctorat spécialité chimie, option : chimie appliquée. U.M.M.T.O. 2007.
- [22] NEFFZAOUI A. contribution à la rentabilité de l'oléiculture par une valorisation optimale des sous-produits ; Option méditerranéennes série séminaire N 16, PP 101-108. Ecole supérieure d'horticulture. Sousse Tunisie, 1991.
- [23] NEFZAOUI A., et ZIDAN A., 1987 : Les sous- produits de l'olivier. Publication spéciale de l'institut de l'olivier, 3092 Sfax, Tunisie, 1987.

Références bibliographiques

- [24] AMRANI F. Etude de l'effet des radiations micro-ondes sur l'extraction par solvant de l'huile à partir de grignon d'olive. Thèse de magister. U.M.M.T.O.2010.
- [25] NEFZAOUI A. Ensilades de deorrjo de aceitum a tratados unalcali composicion quenina, digestibilidad in saccay degradabilida. Archivos de Zootechnicam, 1985.
- [26] VENE J. Les plastiques. Ed. Q.S.J., Paris, 1976.
- [27] SCOTT G. Devloppement in polymer stabilization, Elsevier applied science publishers LTD, New York, 1983.
- [28] METALI-TANI F. Etude de praticabilité d'utilisation d'engrenages plastiques dans une pompe hydraulique, mémoire de doctorat en sciences appliqués. Thèse doctorat, univers. De Montréal, Canada, 1986.
- [29] BOUKERROU, A., BEZTOUT, M., DJIDJELLI, H., KRIM, S., HAMMICHE, D. The effect of chemical treatment of cellulose with epoxidized soybean oil (ESO) on the properties pvc/cellulose composites. Taylor & Francis, 2013.
- [30] ROSENBERG, N. Affections respiratoires allergiques dans le secteur des plastiques - Fiche d'allergo-pneumologie professionnelle , INRS, 2009.
- [31] OUDET, C. Polymères – structures et propriétés- Introduction, Masson, 1993.
- [32] REYNE M. Transformation, assemblage et traitement des plastiques. Ed. Lavoisier, 2006.
- [33] ALLINGER, CAVA, JOHNSON, DE JONGH, LE BEL et STEVENS. Chimie organique (application). Ed. Mc GRAW-HILLV3, 1984.
- [34] JANSON, L. Plastics pipes- how long can they last; KP Council Nov,1996.
- [35] DELORENZI H.G., TAYLOR A.C., NIED H, F. An experimental/Numerical investigation of the extraction blow molding process. The polymer Processing Society, seventh annual metting, Hamilton, Canada, 1991.

Références bibliographiques

- [36] MEHAMI A. Absorption de l'acide acétique et du méthanol sur charbon actif issu du roseau commun et du grignon d'olives. Mémoire de fin d'études, spécialité : Traitement et valorisation des ressources hydriques, U.M.M.T.O. 2015.
- [37] XIE H., JARVI P., KARESOJA M., King A., KILPELAINEN I., ARGYROPOULOSr D.S. J. Appl. Polym. Sci. 2009.
- [38] JAKAB E., VARHEGYI G., Faix O. Analyt. Appl. Pyrol. 2000.
- [39] ARAUJO J.R., Waldman W.R., De Paoli M.A. Polym. Degrad. Stab.2008.
- [40] DORLOT J-M. Des matériaux- chap .14 : Les matériaux composites. Edition de l'école polytechnique de Montréal, Montréal, Canada, 1986.
- [41] DESSARTHE et ALIN. Usinage des matières plastiques des matériaux composites et des états élastomères. Ed. CETM.1996.
- [42]DEBIT Z. Caractérisation chimique du bois de chene zéen et du ruseau commun : dosage des phénols. Mémoire fin d'étude. UMMTO.2015.
- [43] NACHEF S. Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base du PVC et farine de bois Chêne zeen. Mémoire fin d'étude. UMMTO. 2015.
- [44] MACHEIX J.J., FLEURIET A., JAY ALLEMAND. C. Les composes phénoliques des végétaux, Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne, 2005.
- [45] MAAROUF A., Dictionnaire botanique, 2000, Pp 129.
- [46] STEVANOVIC T.J., PERRIN.D. Chimie du bois. 1^{ère} éd., Presses polytechniques et universitaires romandes, ISBN 978-2-88074-799-2.Lausane, Suisse, 2009, 241p.
- [47] HAMZA, S. Les fibres végétales Tunisiennes : Propriétés et applications dans les biocomposites. Mastère en Chimie Industrielle.cartage : Univ de Cartage, 2011.
- [48] HARRIS R., KARMAS E. Nutritional evaluation of food processing , 3rdEd. The Avi Publishing company Inc, New York, 1977, 612p

Références bibliographiques

- [49] NACZK M., SHAHIDI F. Phenolics in cereals, fruits and vegetables: Occurrence, extraction and analysis. J. Pharm. and Biomed. Anal. 2006, 43(2):798.
- [50] LEE K.W., KIM Y.J., LEE H.J., LEE C.Y. Cocoa has more phenolic phytochemicals and a higher antioxidant capacity than teas and red wine. Food chem. 2003,51 : 7292-7295.
- [51] MOZAFFARI, A. Hojatollah,K,. Ashori,A . Water resistance and thermal stability of hybrid lignocellulosic filler–PVC composites. Polym. 2011.
- [52] YANG H., YAN R., CHEN H., LEE D.H., ZHENG C. Fuel. 2007.
- [53] FUNG K.L., XING X.S., LIA R.K.Y., TJONGA S.C., MAI Y.W. Compos. Sci. Technol, 2003.
- [54] TSERKIA V., MATZINOSA P., KOKKOUB S., PANAYIOTOUA C. Compos.2005.
- [55] WANG, H. Sheng K, Adl M, Qian X. Impact Response of Bamboo-Plastic Composites with the properties of Bamboo and Polyvinylchloride (PVC), 2008.
- [56] MALDAS D., KOKTA V., DANEALT C.J. Vinyl. Technol,1989.
- [57]SOMBATSOMPOP, N., CHAOCHANCAIKUL, PHROMCHIRASUK, C., THONGSNG, S. Effet of wood sawdust content on rheological and structural changes, and thermo- mechanical properties of pvc/ sawdust composites, 2003.
- [58] DJIDJELI, H., BOUKERROU, A., FOUNAS, R., RABOUHI, A., KACI, M., FARENC, J., Vega, J.J.M., BENACHOUR, D., Preparation and characterization of poly(vinyl chloride)/ virgin and treated sisal fiber composites. J Appl Polym Sci.
- [59] NACHTIGALL S.M.B., Cerveira G.S., ROSA S.M.L., poly. Test, 2007.
- [60] HERRERA-FRANCO, PJ. Valadez-González A. Mechanical properties of continuous natural fibre-reinforced polymer composites. Composites A, 2004.

Annexes

Annexe

Annexe A : Essai de traction

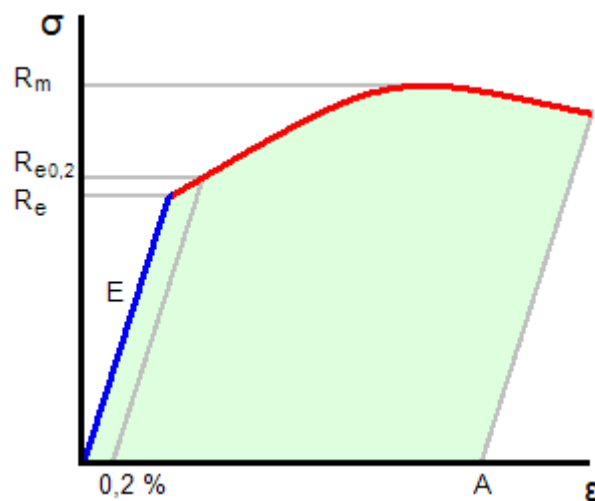
Un essai de traction est une expérience de physique qui permet de mesurer le degré de résistance à la rupture d'un matériau quelconque.

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

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

L'essai de traction donne des valeurs importantes :

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

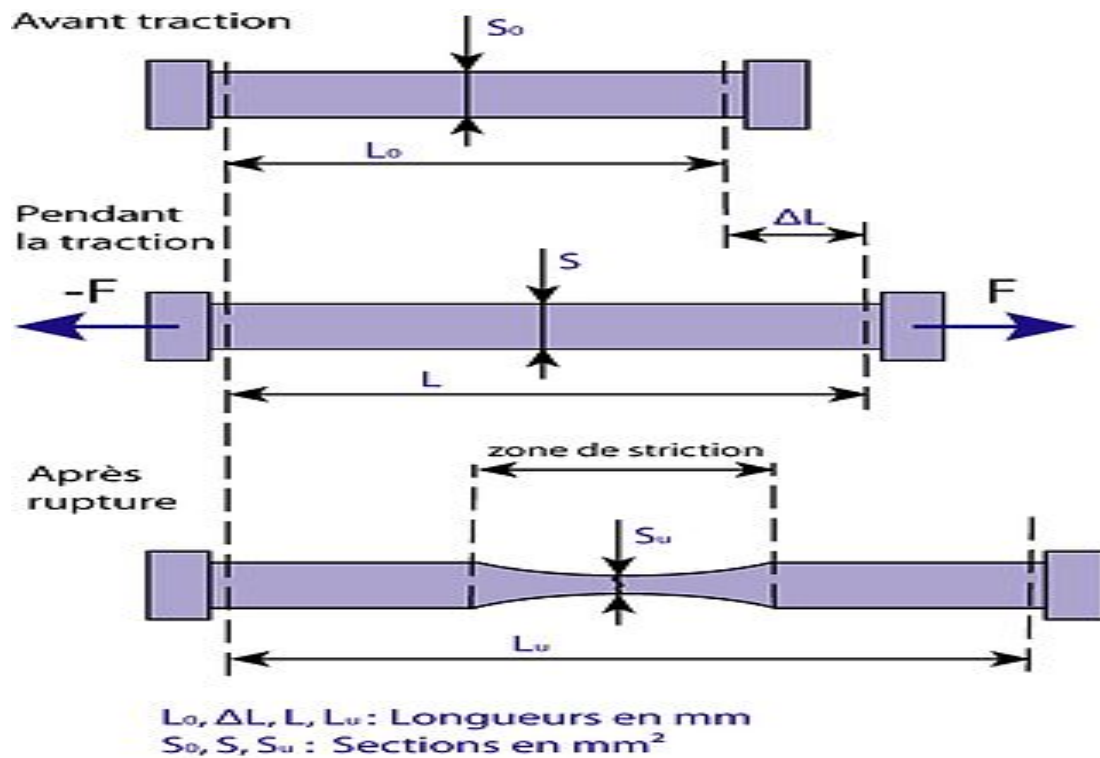


Graph de test de traction

Annexe

Allongement à la rupture

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



Évolution d'une barre soumise à un essai de traction

Avec :

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

L_u : longueur de la barre juste avant la rupture.

Annexe B : Module d'Young

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

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

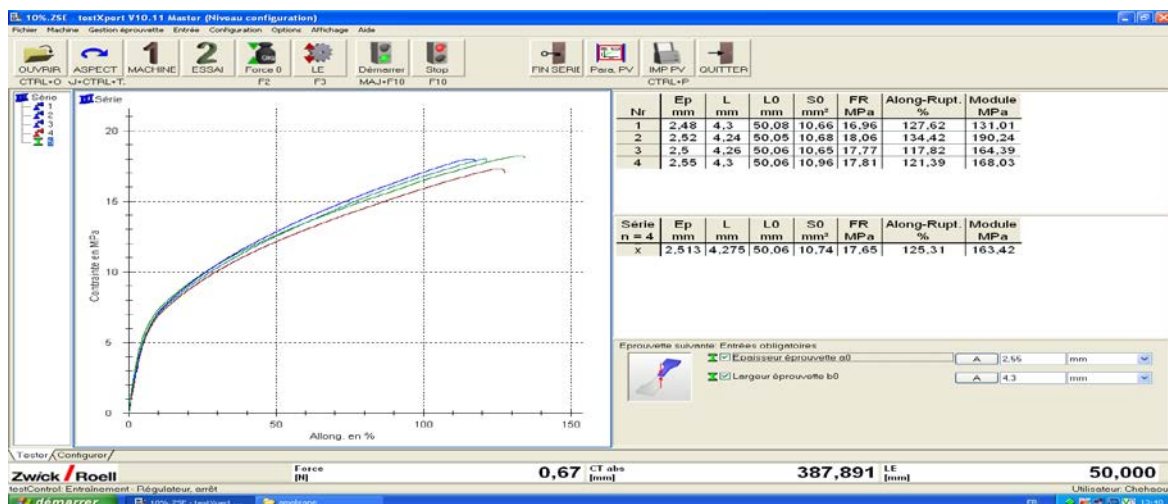
- E : module d'YOUNG ou module d'élasticité longitudinale (GPa).

Annexe

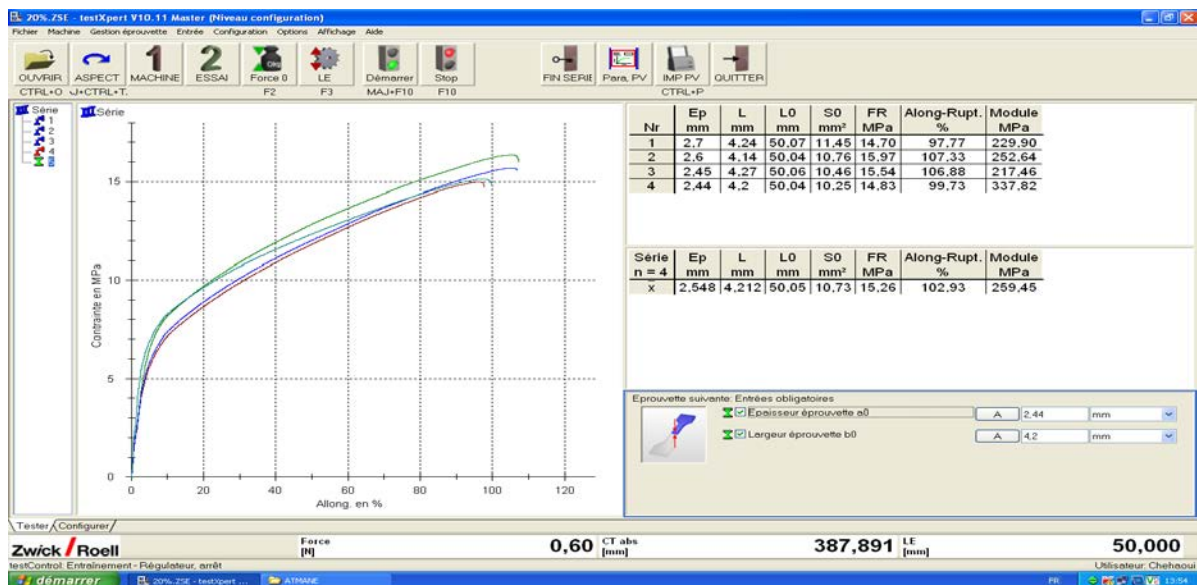
- Le module d'YOUNG caractérise la raideur du matériau :
- E élevé : matériau rigide ;
- E faible : matériau souple.

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

- Eprouvettes à taux de charges de 10%

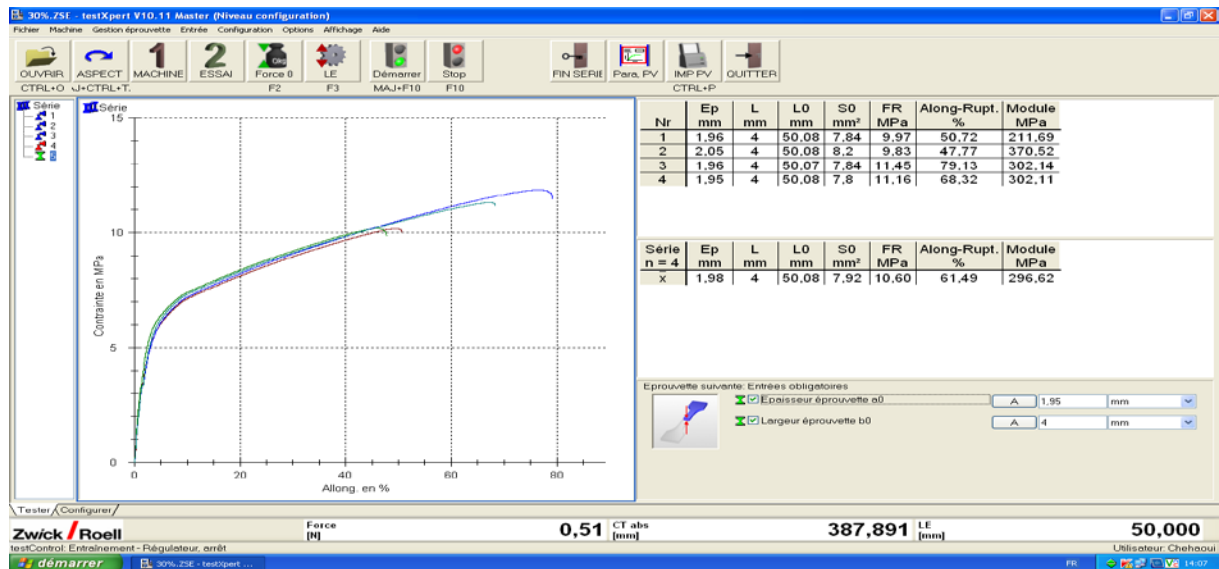


- Eprouvettes à taux de charges de 20%

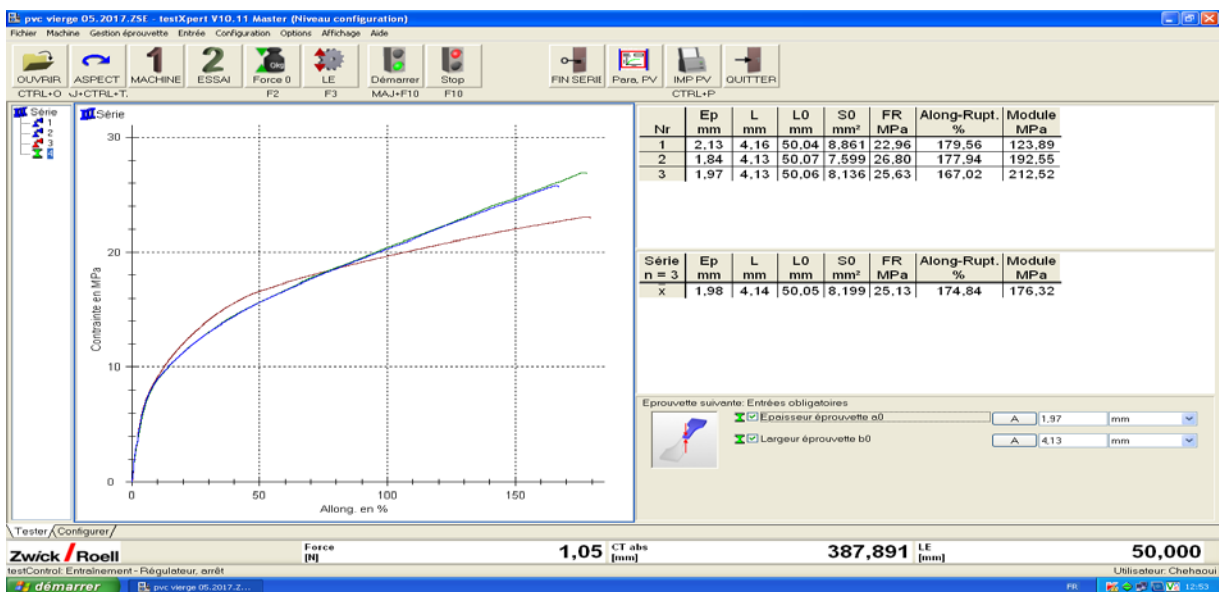


- Eprouvettes à taux de charges de 30%

Annexe



- Eprouvettes de pvc vierge 0% de charge



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

Taux de la fibre	m_o	m_f	Taux d'absorption
0% pvc	6,191	6,194	0,048
10%	7,084	7,101	0,23
20%	7,085	7,126	0,57

Résumé

L'objectif de ce travail est d'élaborer et de caractériser un matériau composite à matrice PVC et à charge d'origine végétale, farine du grignon d'olive. Cette dernière est obtenue par broyage et tamisage à une seule granulométrie (0.125mm). Les échantillons sont préparés avec la technique du mélange à sec, avec un simple mélangeur ; ensuite moulés par compression. Des teneurs en bois allant jusqu'à 30% en poids ont été employées à cette fin. Ce projet met en évidence l'effet de la granulométrie ainsi que la concentration de bois sur la morphologie, l'absorption et sur les propriétés mécaniques (l'allongement à la rupture et la contrainte à la rupture, module élastique). Pour se faire, différentes méthodes d'investigation ont été utilisées ; Le test d'absorption d'eau, le taux de cendres, les tests de traction, l'analyse TG et Le MEB. On démontre que l'adhésion et la dispersion des fibres de bois au sein de la matrice étaient bonnes à faible taux de fibre (10%). On montre aussi que l'ajout de la farine de bois a augmenté le module du Young et a diminué significativement l'allongement et la contrainte.

Enfin, on déduit que l'ajout du bois améliore considérablement les caractéristiques mécaniques de ces composites.

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

Abstract

The objective of this work is to elaborate and characterize a composite material with PVC matrix and a charge of vegetable origin, flour of the olive pomace. The latter is obtained by grinding and sieving at a single grain size (0.125 mm). The samples are prepared with the dry mixing technique, with a simple mixer; then molded by compression. Up to 30% by weight of wood was used for this purpose. This project demonstrates the effect of grain size and wood concentration on morphology, absorption and mechanical properties (Elongation at break and stress at break, elastic modulus). To do this, different methods of investigation were used; the water absorption test, the ash rate, the tensile tests, the TG analysis and the SEM. It is shown that adhesion and dispersion of wood fibers within the matrix were good at low fiber (10%). It is also shown that the addition of wood flour increased the Young's modulus and significantly reduced elongation and strain.

Finally, it is deduced that the addition of wood greatly improves the mechanical properties of these composites.

Keywords: composite, PVC, olive pomace, polymer, dispersion, Young's modulus, elongation and stress at rupture.