

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université A. MIRA – BEJAIA
Faculté de Technologie
Département de Génie des Procédés



Mémoire de Fin de Cycle

En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER

En Génie des Procédés

Spécialité : Génie des Matériaux

Thème :

**Recyclage des matériaux composites PVC /farine de grignon
d'olive**

Présenté par :

OUAIL Koussaila
TADJROUNI Bilal

Encadré par :

Dr HAMMICHE Dalila
Dr AOUAT Hassina

Devant le jury composé de :

Présidente : Dr IHAMOUCHEM Chadia

Examinatrice : Dr HAMOUR Nora

Année universitaire 2020/2021

Remerciements

Nous tenons en premier lieu à remercier le bon dieu tout puissant de nous avoir aidés à surmonter toutes les difficultés lors de nos études et ce ne sont pas ces quelques mots qui exprimeront nos sentiments les plus sincères.

Nous tenons à remercier vivement mes deux promoteurs, Mme HAMMICHE, et Mme AOUMAT, pour nous avoir suivis et soutenus pour réaliser ce travail. Nous leur exprimons notre gratitude pour leurs disponibilités, leurs précieux conseils et pour le soutien qu'ils nous ont apporté tout au long de la préparation de ce mémoire, et sans qui, ce travail n'aurait pu être mené à terme.

Nous adressons notre sincère remerciement aux membres du jury qui ont accepté de juger ce travail.

Nous adressons nos sincères remerciements aux tous les enseignants du département génie des procédés de l'Université de Bejaia. Ainsi que nos amis et collègues de promotion 2021 en génie des matériaux.

Enfin nous voudrions remercier notre famille ; nos parents pour leur soutien sans faille, parfois inquiets mais toujours compréhensifs, tout au long de ces années, ainsi que nos frères et sœurs pour leur soutien affectif et moral. Pour tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce mémoire, de près ou de loin.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

A mes chers parents : Ahmed et Yamina.

A ma chère grand-mère : Dahbiya.

A mes chers frères : Omar, Mourad, Farid , Toufik, Hicham et Lotfi.

A ma chère sœur : Linda.

A mes neveux : Siradj Eldine, ABD Elomnim, Asil , abd Elbast et Isehak.

A toute ma famille.

A mon binôme : Koussaila et toute sa famille.

A mes amis(es).

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

A toute la promotion GPM.

BILAL

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

*A mes très chers parents pour tous les sacrifices consentis, pour leur soutien
durant toutes mes années d'études.*

A Toute ma famille, en particulier ma sœur mes frères

A mes amis et mes camarades, en particulier mon binôme Bilal

*Sans oublier tous les professeurs que ce soit du primaire, du moyen, du
secondaire jusqu'à l'université.*

Koussaïla

Sommaire

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

Chapitre I. Généralité sur les matériaux composites

I. Généralité sur les matériaux composites.....	3
I.1 Définition	3
I.2 Classification des composites	3
I.2.1 Classement suivant la nature des constituants	3
I.2.2 Classement suivant morphologie	4
I.3 Domaine d'application des composites	4
I.4 Constituant des composites.....	5
I.4.1 Matrice	5
I.4.1.1 Thermodurcissable	6
I.4.1.2 Elastomère.....	6
I.4.1.3 Thermoplastique	6
I.4.1.3.1 Définition du polychlorure de vinyle (PVC).....	6
I.4.1.3.2 Polymérisation du PVC.....	7
I.4.1.3.3 Mécanisme de polymérisation du PVC.....	8
I.4.1.3.4 Adjuvants du PVC	9
I.4.1.3.5 Propriétés du PVC.....	10
a- Propriétés thermiques	10
b- Propriétés électrique.....	11
c- Propriétés mécanique	11
d- Propriétés physique du PVC	11
I.4.1.3.6 Domaines d'applications du PVC	11
I.4.2 Renfort	12
I.4.2.1 Fibres naturelles	12
I.4.2.1.1 Composition chimique des fibres naturelles	13

a- Cellulose.....	13
b- Hémicellulose	14
c- Lignine	14
I.4.2.1.2 Grignon d'olive.....	15
I.4.2.1.2.1 Définition et généralité	15
I.4.2.1.2.2 Caractéristique physico-chimique de grignon d'olive	15
I.4.2.1.2.3 Valorisation de grignon d'olive	17
I.5 Interface entre la fibre et la matrice	18
I.5.1 Traitements physiques	18
a. Traitement plasma	18
b. Traitement corona	18
c. Traitement thermique de séchage	19
I.5.2. Traitements chimiques	20
I.5.2.1 Traitement chimique en utilisant les agents compatibilisants.....	20
I-6 Techniques de mise en œuvre des matériaux composites	21
I.6.1 Calandrage	21
I.6.2 Extrusion	21
I.6.3 Injection	22
I.6.4 Thermo-compression	22
I.7 Avantage et inconvénient des composites	22
I.8 Recyclage des composites.....	23
I.8.1 Valorisation des composites	23
I.8.2 Procédés de recyclage	23
I.8.2.1 Recyclage thermique.....	23
a- Incinération	23
b - Pyrolyse/thermolyse.....	24
I.8.2.2 Recyclage chimique	24
I.8.2.3 Recyclage mécanique.....	25

Chapitre II. Matériaux et techniques de caractérisation

II. Matériaux et techniques de caractérisation.....	26
II .1 Matériaux.....	26
II.1.1 Polychlorure de vinyle (PVC)	26
II.1.2 Farine de grignon d'olive (FGO).....	26
II.2 Préparation des composites	26
II.3 Techniques de caractérisation.....	27
II .3.1 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	27
II.3.2 Test de traction	27
II.3.3 Analyse thermogravimétrique (ATG/DTG)	28

ChapitreIII: Résultats et discussions

III Résultats et discussions	29
III. 1 Analyse Thermogravimétrique (ATG, DTG).....	29
III .2 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	32
III.3 Test de traction	34
Conclusion.....	37

Liste des figures

Figure I.1: Matériau composite.....	3
Figure I.2: Stratifié à mat de verre	4
Figure I.3: Domaine d'application des composites.	5
Figure I.4: Schéma de polymérisation du chlorure de vinyle.	8
Figure I.5: Domaines d'application du PVC.	12
Figure I.6: Structure de la molécule de cellulose.....	13
Figure I.7: Structure chimique partielle de deux hémicelluloses.....	14
Figure I.8: Structure des trois alcools précurseurs de la lignine	15
Figure III.1: Thermogramme ATG du PVC et des composites PVC/FGO et PVC/FGO/PVC-g-MA.....	30
Figure III.2: Thermogramme DTG du PVC et des composites PVC/FGO et PVC/FGO/PVC-g-MA.....	30
Figure III.3: Thermogramme ATG du PVC et des composites PVC/FGO et PVC/FGO/PVC-g-MA au 4 cycle.....	31
Figure III.4: Thermogramme DTG du PVC et des composites PVC/FGO et PVC/FGO/PVC-g-MA au 4 cycle.....	32
Figure III.5: Spectres IRTF : (a) PVC, (b) PVC/FGO et (c) PVC/PVCgMA/FGO aux 1er et 4ème cycles de transformation.....	33
Figure III.6: Evolution de la contrainte à la rupture des formulations PVC, PVC/FGO et PVC/FGO/PVC-g-MA en fonction des cycles de transformation.	35

Figure III.7: Evolution de module de Young des formulations PVC, PVC/FGO et PVC/FGO/PVC-g-MA en fonction des cycles de transformation. 35

Figure III.8: Evolution de allongement à la rupture des formulations PVC, PVC/FGO et PVC/FGO/PVC-g-MA en fonction des cycles de transformation36

Liste des tableaux

Tableau I. 1 : Propriétés thermiques du PVC	10
Tableau I. 2 : Propriétés mécaniques de PVC	11
Tableau I.3 : Composition chimique de différents types de grignons d'olive (%/ Kg de MS).	16
Tableau I.4 : Les différents composants du grignon d'olive	16
Tableau I.5 : Caractéristique physico chimique des grignons obtenus par les différents systèmes d'extraction d'huile.....	17
Tableau II.1 : Caractéristiques du PVC.....	26
Tableau II.2 : Composition massique des différentes formulations.	27

Abréviations

- ATG:** Analyse thermogravimétrique
- C.M.P :** Composites à matrice polymère
- C.M.M :** Composites à matrice métallique
- C.M.C :** Composites à matrice céramique
- D :** Diamètre
- FGO :** Farine de grignon d'olive
- FGONT :** Farine de grignon d'olive non traitée
- FGOT :** Farine de grignon d'olive traitée
- FCR :** Farine de cosse de riz
- HCl :** Acide chlorhydrique
- IRTF :** Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier
- LCF :** Fibres lignocellulosique
- L :** Longueur
- PVC :** Polychlorure de vinyle
- PVC-g-MA :** Anhydride maléique greffé sur polychlorure de vinyle
- PP-g-MA :** Anhydride maléique greffé sur le PP.
- PP:** Polypropylène.
- PE :** Polyéthylène.
- PE-g-MA:** Anhydride maléique greffé sur le PE.
- PEHD :** Polyéthylène haute densité
- Tg :** Température de transition vitreuse

Introduction Générale

Introduction générale

De nos jours, la nécessité de préserver l'environnement et d'économiser l'énergie est devenue plus que nécessaire pour l'avenir de la planète. Face à cela, la dégradation de l'environnement et les changements climatiques affecteront l'humanité. La mise en valeur des ressources végétales produites par le sol Algérien apporte une alternative forte intéressante aux problèmes environnementaux et à l'épuisement probable, des ressources fossiles. Le grignon d'olive l'une de ces ressources naturelles, est un sous-produit des rejets des différentes huileries. Chaque année, des milliers de tonnes de ce produit sont incinérés ou carrément rejetés dans la nature en provoquant des désagréments majeurs pour l'environnement [1]. C'est l'abondance de ce déchet qui a motivé le choix de la farine de grignon d'olive comme charge dans la fabrication des matériaux composites.

Les matériaux composites à fibre naturelle occupent une place importante dans l'histoire de la technologie. L'utilisation croissante de fibres végétales comme renforts dans les composites à matrices thermodurcissables ou thermoplastiques fournit des avantages environnementaux très intéressants. Cependant, le caractère fortement hydrophile de la fibre affaiblit la liaison interfaciale avec les matrices hydrophobes mais cette problématique de l'incompatibilité a été résolue par le développement des techniques originales d'amélioration de l'adhésion, les diverses techniques essayées peuvent être divisées en deux catégories : les méthodes de modification physiques et les méthodes chimiques.

Les composites sont de plus en plus utilisés dans de nombreux domaines industriels tels que l'aéronautique, l'automobile, la construction navale, les infrastructures...etc. En effet, ils présentent de nombreux avantages par rapport aux matériaux classiques résident dans leurs performances, légèreté et notamment de bonnes propriétés mécaniques alliées à une faible densité, une facilité de manipulation lors de la mise en œuvre et un faible coût de production. Les préoccupations environnementales, à la fois en termes de limitation de l'utilisation de ressources fossiles et de nécessité de gestion des déchets produits, ont conduit à accroître la pression pour recycler les matériaux [2]. Les options disponibles pour l'élimination et la gestion des déchets sont le recyclage et/ou la réutilisation dans différents produits utiles.

C'est pour cette raison que cette étude a été entreprise dans l'objectif de l'élaboration et la caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de PVC comme matrice

polymérique renforcé par la farine de grignon d'olive, et étudier le nombre de cycles de recyclage acceptable et avec peu de dommages sur le matériau.

Le présent travail sera partagé en trois chapitres :

Le premier chapitre dédié à l'étude bibliographique sur les matériaux composites en général et les matériaux composites à base de la farine de grignon d'olive et polychlorure de vinyle en particulier, ainsi que l'effet du recyclage sur les propriétés des composites.

Le deuxième chapitre est consacré aux matériaux utilisés, le protocole expérimental suivi ainsi que les techniques d'analyses utilisées.

Le troisième est focalisé sur la présentation des résultats et leurs discussions. Enfin, une conclusion et des perspectives terminent ce travail.

Chapitre I

Généralité sur les matériaux

composites

I. Généralité sur les matériaux composites

I.1 Définition

Un matériau composite est un assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles et de nature différente, mais ayant une forte capacité d'adhésion, se complétant et permettant d'aboutir à un matériau dont l'association confère à l'ensemble des propriétés qu'aucun des composants pris séparément ne possèdent. 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 des charges entre les renforts. A ces deux composants principaux peuvent s'ajouter des additifs qui permettent de modifier l'aspect, ou les caractéristiques du matériau [3].

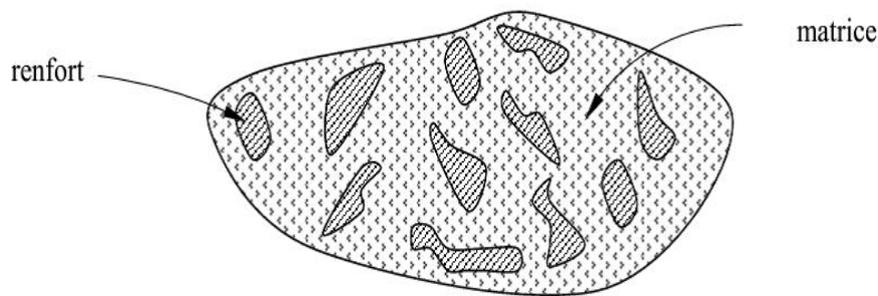


Figure I. 1: Matériau composite [1].

I.2 Classification des composites

La classification des composites peut être effectuée selon la forme des composants ou suivant leurs natures [4].

I.2.1 Classement suivant la nature des constituants

La nature du matériau constituant la matrice permet de répertorier trois grandes classes de composites, considérées ici par ordre croissant de tenue en température: les composites à matrice polymère (C.M.P), les composites à matrice métallique (C.M.M) et les composites à matrice céramique (C.M.C). Il est alors possible d'associer à ces trois types de matrice des renforts discontinus, dont toutes les dimensions sont très inférieures aux dimensions de la pièce, soit des renforts continus, dont au moins une dimension est du même ordre grandeur qu'une dimension de la pièce.

I.2.2 Classement suivant morphologie

Selon la morphologie des renforts constituant les matériaux composites on peut les diviser en quatre catégories.

a- Composites à renforts de particules : Le renfort est considéré comme une particule si toutes ses dimensions sont approximativement égales et petites devant les autres dimensions du matériau. Les particules dures sont dispersées aléatoirement dans la matrice moins rigide.

b- Composites à renforts de paillettes : Les paillettes ont une dimension très faible par rapport aux autres dimensions. La dispersion de ces « particules minces » est généralement aléatoire. Cependant, les paillettes peuvent être rangées parallèlement l'un à l'autre afin d'avoir des propriétés plus uniformes dans le plan.

c- Composites à renforts de fibres : Une fibre a une longueur bien supérieure aux dimensions de la section transversale. Ce type de composites peut être divisé selon les renforts en fibres discontinues (courtes), ou en fibres continues (longues).

d- Composites stratifiés : Pour la réalisation de stratifié on utilise couramment des produits de renforcement en feuilles. Les couches (feuilles) sont orientées suivant un référentiel commun et désigné comme le référentiel du stratifié.



Figure I. 2: Stratifié à mat de verre [4].

I.3 Domaine d'application des composites

Les matériaux composites sont utilisés dans différents domaines (cosmétique, automobile, horticulture, électroménager, mobilier urbain, outillage...).

- En automobile: Les principales applications sont les suivantes: garnissage des coffres, revêtement pour passage de roue, habillage de sièges, panneaux de portes, composants de coffres arrières, des vide-poches, des couvercles de pneus de rechange, etc.
- Matériels de consommation et industriels: armoires, planches, palettes, revêtement de sols, etc.
- coques de bateaux, planches de ski et de snowboard, cadres de bicyclette, raquette de tennis, coques de piscines, toboggans, carrosserie voitures de sport, club de golf, canne à pêche, perche de saut.
- Autres applications: bancs, table de pique-nique, modules de jeux, ordures de jardin, ponts et pièces de bateaux. La figure I.3 montre l'utilisation potentielle des matériaux composites.

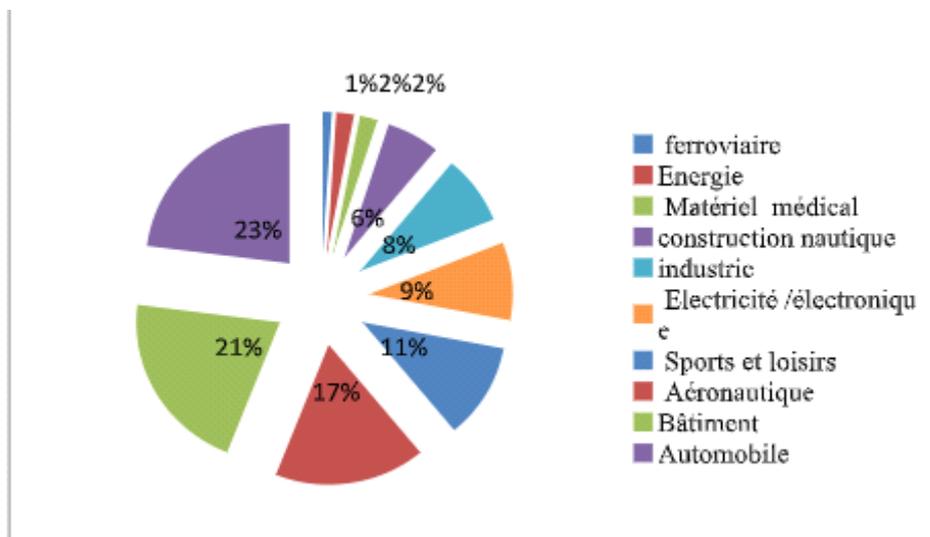


Figure I.3: Domaine d'application des composites.

I.4 Constituant des composites

I.4.1 Matrice

Les matrices ont essentiellement pour rôle de lier les fibres, de transférer les contraintes imposées sur le matériau aux fibres, de les protéger contre les agressions extérieures et de donner la forme finale du matériau. Elles doivent être en outre assez déformable et présenter une certaine compatibilité avec le renfort. Dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère [1]. On peut décomposer les matières plastiques en trois grandes classes: les thermoplastiques, les

élastomères et les thermodurcissables. Cette distinction se base sur leurs structures moléculaires et leur comportement sous l'effet d'une forte température [1].

I.4.1.1 Thermodurcissable

Les matrices thermodurcissables sont utilisées pour la fabrication des matériaux composites. Elles prennent leur forme définitive au premier refroidissement, ordinairement sous l'action de la chaleur ou de la pression, la réversibilité de leur transformation physico-chimique est impossible. C'est grâce à leur structure fortement réticulée et l'immobilisation de leurs molécules que les thermodurcissables ne peuvent s'écouler, ils possèdent une dureté élevée et s'offrent une bonne résistance au fluage thermique contrairement aux thermoplastiques.

I.4.1.2 Elastomère

Un élastomère est un polymère constitué de chaînes longues et flexibles (amorphe) qui possède le pouvoir de supporter de très grandes déformations et présente une Température de transition vitreuse (t_g) faible (souvent inférieur à -40°C). Ils sont plus connus sous le nom de "caoutchouc". Les élastomères sont fortement réticulés et la plupart des objets en caoutchouc ne contiennent qu'une seule macromolécule, ce qui les rend difficilement recyclables [5].

I.4.1.3 Thermoplastique

Les thermoplastiques sont dérivés de polymères légèrement ramifiés (linéaires). Ils se distinguent par leur structure, soit amorphe où les chaînes n'ont pas d'ordre moléculaire apparent, soit semi cristalline dont la structure est constituée de sphérolites ordonnées reliées dans une matrice amorphe [6]. Lorsqu'on chauffe un thermoplastique, il se ramollit, et inversement, il se fixe dans sa forme, si on le refroidit. Ces matériaux conservent leurs propriétés et ils sont facilement recyclables [7]. Parmi les thermoplastiques on trouve polychlorure de vinyle (PVC).

I.4.1.3.1 Définition du polychlorure de vinyle (PVC)

Le poly (chlorure de vinyle), connu sous le sigle PVC, est un polymère thermoplastique de grande consommation amorphe ou faiblement cristallin. Il est composé de carbone, d'hydrogène et de chlore, le carbone et l'hydrogène proviennent du pétrole (43 %) tandis que le chlore est originaire du sel (57 %). Le PVC a pour formule chimique $(\text{CH}_2\text{-CH-}$

CL) n il est obtenu par polymérisation radicalaire du monomère chlorure de vinyle. La découverte de cette réaction de polymérisation fut réalisée par le chimiste français Regnault en 1835. PVC c'est un plastique très présent dans notre vie quotidienne car l'ensemble de ses propriétés mécaniques et physiques et son aptitude à être modifié selon les besoins en font un matériau adapté à de multiples usages [8].

I.4.1.3.2 Polymérisation du PVC

C'est la réaction par laquelle les molécules s'additionnent successivement les unes aux autres pour former une chaîne macromoléculaire de grande longueur. Quand les macromolécules sont constituées à partir d'un seul type de monomère elles sont appelées homopolymères. Lorsque la polymérisation s'effectue en présence de mélanges de monomères différents, on réalise une copolymérisation qui conduit à des copolymères [8]. Il existe plusieurs procédés industriels de polymérisation du PVC et on peut citer :

a- Polymérisation en suspension

La réaction aura lieu dans des gouttelettes en suspension dans un milieu dispersant, ce type de polymérisation permet d'obtenir des résines de granulométrie de l'ordre de 130 μm , qui sont ensuite transformées sur des machines fournissant à la fois du cisaillement et de la chaleur.

b- Polymérisation en masse

Ce procédé consiste à polymériser le monomère en absence totale d'eau et d'agent dispersant, l'initiateur organosoluble est ajouté au chlorure de vinyle. Le PVC, précipite dans le milieu réactionnel au fur et à mesure de sa formation, sa granulométrie est d'ordre de 130 μm . Les performances des résines obtenues par le procédé en masse sont en général très voisines de celles des résines fabriquées par le procédé en suspension.

c- Polymérisation en émulsion

Le chlorure de vinyle est maintenu en émulsion stable dans l'eau avec des émulsifiants. La polymérisation est activée par des amorceurs solubles dans l'eau. Après séchage de l'émulsion on obtient des grains de PVC de 15 à 200 μm de diamètre [9]. Les produits obtenus sont non transparents, faciles à mettre en œuvre et ayant tendance à absorber l'eau, 10 % de la production mondiale [10].

d- Polymérisation en micro suspension

Une dispersion de monomère, d'eau d'agent de surface et de catalyseur organosoluble préparée à froid par un moyen mécanique puissant est polymérisée à chaud sous agitation lente. On obtient des particules de taille comprise entre 0,2 et 4 mm qui subissent ensuite un traitement et un séchage semblables à ceux du procédé de polymérisation en émulsion [8].

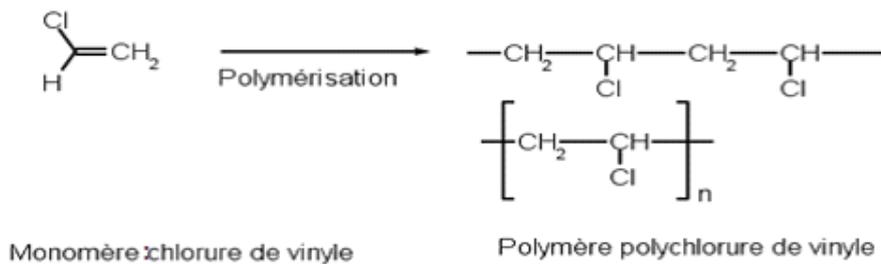
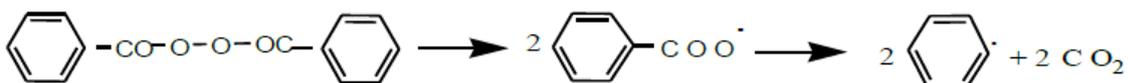


Figure I.4: Schéma de polymérisation du chlorure de vinyle [8].

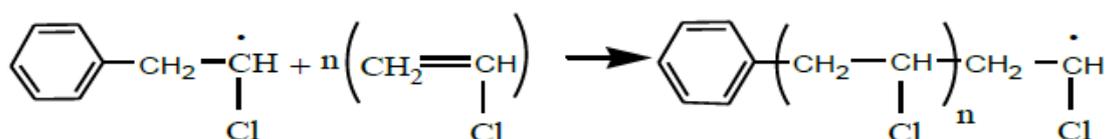
I.4.1.3.3 Mécanisme de polymérisation du PVC

Le mécanisme de polymérisation du PVC est réalisé selon les étapes suivantes :

- **Amorçage** : c'est dans cette étape que les radicaux se forment.



- **Propagation** : dans cette étape il y a formation de macroradicaux.



- **Terminaison** : la propagation des chaînes moléculaires s'arrête par désactivation des radicaux, elle se fait selon trois mécanismes.

I.4.1.3.4 Adjuvants du PVC

L'utilisation variée du PVC repose sur les propriétés intéressantes du polymère qui peut être fabriqué sur mesure grâce à l'ajout d'adjuvant qui sont choisis en fonction des propriétés recherchées pour l'objet fini (cas des plastifiants, des pigments, etc), du procédé de mise en œuvre et des contraintes thermiques qui en résultent (cas des stabilisants, des lubrifiants, etc.) .C'est pourquoi il existe une grande quantité de types de PVC aux propriétés diverses. Les adjuvants se classent dans différentes familles :

a- Stabilisants

Les stabilisants font en sorte que les matières plastiques restent stables mêmes dans les conditions de l'exposées à des températures élevées, à des produits chimiques oxydants ou aux rayons UV, et au tous risques de s'abîmer et de se dégrader. Le choix du stabilisant dépend de l'application ainsi que des exigences techniques auxquelles le produit doit répondre, de la législation et du prix de revient [11].

b- Lubrifiants

Ils sont généralement classés en lubrifiants externes et lubrifiants internes suivant la nature de leur action qui est soit d'éviter l'adhésion de la matière plastique aux parois métalliques des machines de transformation, soit de modifier les propriétés rhéologiques des mélanges fondus [12].

c- Plastifiants

Ces produits se présentent sous forme de liquides plus ou moins visqueux (ce sont généralement des composés organiques de types ester), ils sont ajoutés à la résine à des taux variables pour conférer une souplesse permanente aux produits finis [12]. Le PVC seul est un matériau rigide, l'ajout de plastifiants permet de le rendre flexible.

d- Colorants et pigments

Ajoutés à faibles doses en général, ces adjuvants permettent d'obtenir une gamme de coloris très étendue. Ils se classent en plusieurs catégories :

- pigments minéraux (oxydes de titane, de fer, de chrome, de manganèse, de cobalt...);
- composés organométalliques (phtalocyanine de cuivre...);
- noirs de carbone;
- pigments métallisés.

Contrairement aux colorants, les pigments sont insolubles dans le polymère et se retrouvent sous forme de suspension de particules dans le produit fini [8].

I.4.1.3.5 Propriétés du PVC

a- Propriétés thermiques

Le tableau suivant montre quelques propriétés thermiques du PVC.

Tableau I. 1 : Propriétés thermiques du PVC [13].

Propriétés thermiques	Caractéristiques
Conductivité thermique	Elle est d'environ $0,2 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.
Capacité thermique massique	Elle est d'environ $1\,046 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.
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 $5 \cdot 10^{-5}$ à $8 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ 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 $85 \text{ }^\circ\text{C}$. Pour des mélanges de PVC et de PVC chloré, elle peut atteindre des valeurs supérieures à $100 \text{ }^\circ\text{C}$.
Température de fléchissement sous charge	Elle ne s'applique qu'aux PVC non plastifiés. Elle varie de 55 à $70 \text{ }^\circ\text{C}$ selon les formulations et peut atteindre $90 \text{ }^\circ\text{C}$ 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.

b- Propriétés électrique

Le PVC a des bonnes propriétés isolantes mais les pertes électriques dans les matériaux sont suffisamment importantes pour permettre le soudage par haute fréquence [13].

-Le facteur de perte diélectrique à 50 Hz et 20 °C est de l'ordre de 15×10^{-3} .

-La constante diélectrique à 50Hz et 20°C et de l'ordre de 3.4.

-La résistivité transversale est de l'ordre de $10^{16} \Omega \cdot \text{cm}$.

c- Propriétés mécanique

Le PVC résiste à l'abrasion et aux chocs encore plus à basse température < à 10 °C, et de bonne résistance à la rigidité jusqu'au voisinage de sa température de transition vitreuse, l'addition des plastifiants permet de diminuer la Tg. et selon la proportion de plastifiant, on distingue le PVC souple et le PVC rigide [14].

Tableau I. 2 : Propriétés mécaniques de PVC [15].

Type du PVC Propriétés	PVC rigide	PVC souple
Contrainte à la rupture (MPa)	50	10-20
Allongement à la rupture (%)	10-50	200 à 500
Résistance à la flexion (MPa)	70-80	-
Module de traction (MPa)	2400	-
Module de flexion (MPa)	2000	-
Dureté shore D	70-80	20-40

d- Propriétés physique du PVC

Parmi les propriétés physiques, le PVC de couleur naturelle transparente (cristal), il est amorphe dans la majorité des cas, on note la présence de la phase cristalline qui varie de 5 à 15% en masse, à température ambiante 23 à 25 °C, la phase amorphe est rigide, avec la température de transition vitreuse (Tg) qui se situe vers les 75 °C et 80°C, c'est -à dire qu'il

est rigide à température ambiante, et qu'au-dessus de 90°C, il est caoutchouteux (faible résistance, grande déformation) [16].

I.4.1.3.6 Domaines d'applications du PVC

Grace à ses propriétés mécaniques et chimiques de très bonne qualité, le PVC trouve aujourd'hui de nombreuses utilisations dans l'industrie, on distingue principalement trois types de matériaux :

-Le PVC rigide, lisse et dur, utilisé dans les réseaux d'assainissement (les tuyaux de canalisation), les garnitures, habillage des fenêtres, etc.

-Le PVC souple, qui sert à recouvrir les manches de pinces et les câbles ou à fabriquer des vestes imperméables, parapluies, bottes, gants, etc.

Les films de PVC plastifié utilisés pour le marquage publicitaire ou comme emballage ; sous forme de film étirable. Cette matière plastique figure aussi en bonne place parmi les nouveaux revêtements de sol et sert à fabriquer les bouteilles et les pellicules photo.



Figure I.5 : Domaines d'application du PVC.

I.4.2 Renfort

Les renforts assurent les propriétés mécaniques du matériau composite : la rigidité, la résistance à la rupture, la dureté. Les caractéristiques recherchées pour les renforts sont de propriétés mécaniques élevées, une masse volumique faible, une bonne compatibilité avec les résines, une facilité de mise en œuvre, un faible cout. Ils se présentent sous forme filamentaire (organique ou inorganique comme les fibres de verre, carbone, aramide et les fibres naturelles).

I.4.2.1 Fibres naturelles

Les fibres naturelles sont classées généralement en fonction de leurs origines ; animale, végétale et minérale. Toutes les fibres végétales sont composées de cellulose, elles

comprennent les fibres, feuilles ou fibres dures, graines, fruits, bois, paille de céréales ..., etc. Plus de ces dernières années, un certain nombre de recherches ont été impliqués dans le but de l'exploitation des fibres naturelles en tant que constituants porteurs de charge dans les matériaux composites, l'utilisation de ces matériaux dans les composites a augmenté en raison de leur bon marché relatif, leur capacité à recycler et pour le fait qu'ils peuvent bien rivaliser en termes de force par poids de matériau [17].

I.4.2.1.1 Composition chimique des fibres naturelles

a- Cellulose

La cellulose représente la molécule biologique la plus abondante sur terre, avec une production mondiale annuelle estimée à environ $1,3 \cdot 10^{10}$ tonne. Elle 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 [18]. Contrairement aux autres composants des fibres, qui ont une structure amorphe, la cellulose possède une structure en grande partie cristalline. Elle possède l'un des modules d'élasticité les plus élevés, environ 136GPa, qui est presque le double de la valeur du module de la fibre de verre qui est de 75GPa [19].

La contrainte à la rupture de la fibre peut atteindre 700MPa à sec et elle peut perdre jusqu'à 30% de ses propriétés en atmosphère humide. La cellulose est insoluble dans la plupart des solvants, à cause de son organisation, qui elle, est majoritairement cristalline [18].

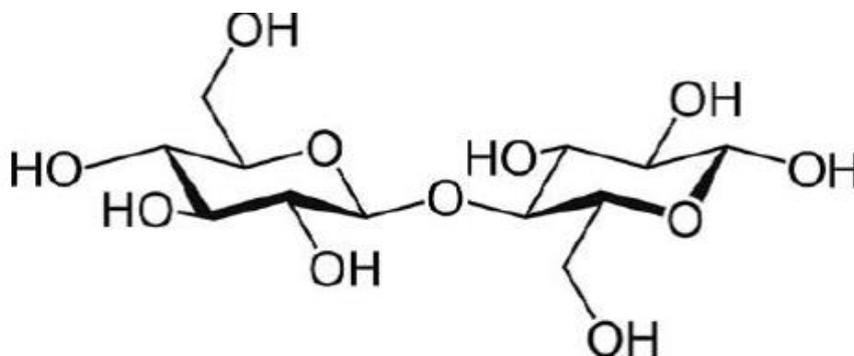


Figure I.6: Structure de la molécule de cellulose [20].

b- Hémicellulose

Les hémicelluloses représentent le polysaccharide le plus abondant dans la nature. Contrairement à 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 [18].

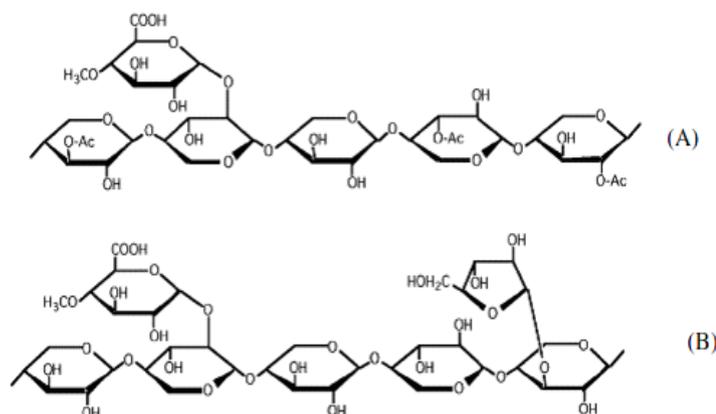


Figure I.7 : Structure chimique partielle de deux hémicelluloses [21].

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

B)- Arabino-4-O-méthylglucuronoxylane de résineux [21].

c- Lignine

La lignine est une macromolécule hétérogène composée de polymères aromatiques. Elle participe à la rigidité structurale des parois cellulaires et protège les polysaccharides contre la dégradation biologique et atmosphérique et contre les moisissures du fait qu'elle est hydrophobe [22]. La lignine est une molécule à trois dimensions composée d'unités de phényle propane. Les unités primaires (monolignols) constituant la lignine sont l'alcool coniférylique, l'alcool sinapylique et l'alcool p-coumarylique. Une fois synthétisée, la lignine s'associe avec les différents polysaccharides pour former une matrice constitutive de la paroi

végétale [19]. La lignine est totalement amorphe et hydrophobe. Elle n'est pas hydrolysée par les acides, mais soluble à chaud dans la soude, facilement oxydée et facilement condensable avec du phénol.

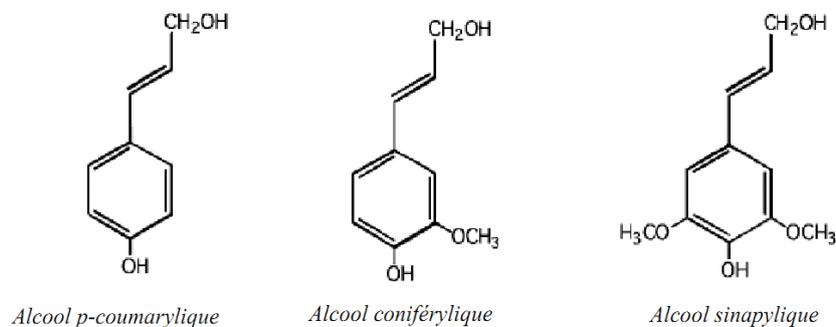


Figure I.8: Structure des trois alcools précurseurs de la lignine [23].

I.4.2.1.2 Grignon d'olive

I.4.2.1.2.1 Définition et généralité

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 [24]. Il contient encore une certaine quantité de matières grasses (3 à 7%) et une importante quantité d'eau (la marge), variable selon la variété des olives et surtout du procédé d'extraction. Selon le traitement technologique utilisé, on distingue trois types de grignons d'olive [25]:

- Le grignon brut ;
- Le grignon épuisé ;
- Le grignon partiellement d'énoyauté.

I.4.2.1.2.2 Caractéristique physico-chimique de 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 [26].

a- Caractéristique chimiques des grignons d'olive

Plusieurs auteurs ont rapporté que la composition chimique des grignons d'olives varie selon le type de grignon et les variétés d'olives triturées ; l'épuisement par les solvants diminue la teneur en matières grasses et augment relativement les autres teneurs. Le dénoyautage partiel réduit considérablement les teneurs en cellulose brute, mais même la pulpe pure contient autour de 20% de cellulose brute [1].

Tableau I.3 : Composition chimique de différents types de grignons d'olive (%/ Kg de MS).

Type de grignons	Matière sèche	Matière minérale	Matière azotée totale	Cellulose brut	Matière grasse
Grignons bruts	75-80	3-5	5-10	35-50	8-15
Grignons Epuisés	85-90	7-10	8-10	35-40	4-6
Grignons partiellement dénoyautés	85-90	6-8	9-14	15-35	4-6

b- Caractéristiques physiques du grignon d'olive

La composition physique des grignons dépend étroitement de la variété des olives, de leur degré de maturation et du système employé lors de l'extraction de l'huile.

Tableau I.4 : Les différents composants du grignon d'olive [27].

Composants	Olive (%)	Grignon brut (%)	Grignon épuisé (%)
Eau	49	27	17
Huile	27	9	2
Coque	14	43	55
Pulpe	9	21	26

Tableau I.5 : Caractéristique physico chimique des grignons obtenus par les différents systèmes d'extraction d'huile [26].

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

I.4.2.1.2.3 Valorisation de 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.

- **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 [28].

- **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.

- **Utilisation du grignon d'olives comme fertilisant :** L'épandage directe 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 [28].

- **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 [29].

I.5 Interface entre la fibre et la matrice

Le problème majeur généré par la production des matériaux composites est la qualité médiocre de l'adhésion entre la matrice et la charge, conduisant souvent à une réduction de leurs propriétés d'usage par rapport à la matrice seule [2]. En raison de la faible compatibilité entre les fibres lignocellulosiques et les matrices thermoplastiques, il est essentiel de traiter la fibre et/ou la matrice. Les différents traitements pouvant être appliqués sont généralement classés en deux catégories : physiques et chimiques.

I.5.1 Traitements physiques

Les traitements physiques de surface ne modifient pas la composition chimique de la fibre et ne sont pas les plus utilisées pour le traitement de surface. Les différents traitements physiques utilisés pour la modification des fibres sont :

a. Traitement plasma

Un des traitements physiques utilisés pour l'amélioration des propriétés inter faciales fibre naturelle/matrice polymère est le traitement plasma. Dans le quel, le substrat est bombardé par des particules de haute énergie se déplacement dans le flux de plasma. En conséquence, les propriétés de surface telles que la rugosité, la mouillabilité et la chimie de surface du substrat peut être modifiée sans avoir recours à des produits chimiques ou des solvants [30]. Généralement, les traitements plasma modifient la surface des fibres naturelles par altération ou élimination des couches de surface faiblement attachée et la formation de nouveaux groupes fonctionnels (fonctionnalisation et réticulation) [31]. Selon le type et la nature des gaz utilisés, différentes modifications de surface pourront être introduites [32]. Des réticulations de surface peuvent être introduites, la tension de surface peut être augmentée ou diminuée, des radicaux libres réactifs pourront être produits. Seki et al [33] ont étudié l'influence d'un traitement au plasma d'oxygène sur des fibres de jute pour l'élaboration de matériaux composites à matrice polyéthylène Le traitement au plasma a entraîné une amélioration de l'adhésion fibre/matrice. Les meilleurs résultats sont obtenus après 15 min d'exposition à un plasma de 60 W, la résistance à la flexion est augmentée de 47% et la résistance aux cisaillements interlaminaires de 45% [34].

b. Traitement corona

Le traitement corona permet une modification de l'énergie de surface des matériaux traités. Il consiste en une décharge électrique (effet couronne ou corona) à l'aide d'une

électrode portée à haute tension, d'une contre-électrode au potentiel zéro et d'un diélectrique faisant office de barrière. Ce procédé, très répandu dans le milieu des traitements de surface, a pour but d'augmenter la tension ou l'énergie de surface des matériaux traités, afin d'obtenir une meilleure adhésion de surface. Sous l'effet de la décharge électrique, la surface du matériau traité s'oxyde conduisant à une augmentation de l'énergie de surface. La première utilisation de la décharge corona dans l'industrie textile est en 1974. W. J. Thorsen a rapporté que le traitement corona a amélioré la résistance des matériaux fabriqués (fil, tissu). Gassan et al ont observé une nette augmentation de la polarité des fibres de jute après traitement au corona, passant de 10 mJ/m^2 à 46 mJ/m^2 [34]. Ragoubi et al ont confirmé l'influence du traitement corona sur les propriétés des composites à base de fibres de chanvre et de polypropylène. Ils ont observé une augmentation de 30% de la résistance à la traction pour le composite à base de fibres traitées comparé à celui utilisant les fibres non traitées. Le module de Young a pour sa part été augmenté d'environ 20% après traitement [34].

c. Traitement thermique de séchage

Le séchage des fibres naturelles avant leur mise en œuvre est un facteur important. Les quantités d'eau contenues dans les fibres sont parfois élevées et agissent comme agent de séparation entre la fibre et la matrice au niveau de l'interface [35]. De plus, lors de la mise en œuvre, l'évaporation de l'eau crée des vides dans les composites et conduit ainsi à la formation d'un réseau de défauts aléatoirement réparti et à de faibles propriétés mécaniques. Dans les cas des thermodurcissables, les températures de réaction dépassent généralement la température d'évaporation de l'eau. Aussi, les thermoplastiques sont mis en œuvre à des températures largement au-dessus de 100°C . Dans ces deux cas, la présence de l'eau ou bien de sa vapeur favorise la formation de vides et de mauvaise propriété sinter faciales et macroscopiques. Dans une étude menée par Tjeerdsma et Militzi, ils ont constaté qu'à des hautes températures le nombre de groupements hydroxyles accessibles dans le bois est réduit considérablement. Cela s'explique par des réactions de réticulation ou recristallisation de la cellulose. D'autre part, l'augmentation de la quantité des groupes carbonyle es indiqué que des réactions d'estérification ont eu lieu [36]. Selon Hakkou et al l'augmentation de la durabilité du bois traité thermiquement est due, principalement, à la dégradation significative des hémicelluloses, qui constituent un des principaux éléments nutritifs des moisissures et aussi à l'augmentation du caractère hydrophobe, réduisant ainsi l'absorption d'eau par le bois et les milieux propices aux moisissures. La raison la plus probable, toujours selon Hakkou et al, est

la plastification de la lignine qui conduit à une réorganisation des composants polymères lignocellulosiques de bois [37].

I .5.2. Traitements chimiques

L'utilisation de produits chimiques pour traiter les fibres naturelles et/ou la matrice permet d'améliorer les propriétés d'interface fibre/matrice. Le couplage réalisé permet l'association des fibres cellulosique fortement hydrophiles avec des polymères hydrophobe Les modifications chimiques comprennent des traitements avec de la soude, du silane, de l'acide acétique,etc.

I.5.2.1 Traitement chimique en utilisant les agents compatibilisants

Traitement chimique en utilisant les agents compatibilisants est l'une des méthodes de modification chimique des fibres la plus importante. Son principe repose sur l'utilisation d'agents de couplage qui permettent de former une liaison chimique entre la fibre et la matrice. Ceux-ci sont couramment utilisés dans les composites fibres naturelles/polymère synthétique. Les agents compatibilisant sont des substances qui sont employées en petite quantité pour traiter une surface de sorte que la liaison se produit entre elle et d'autres surfaces, par exemple, bois et thermoplastique. Les agents comptabilisant se divisent en trois grandes catégories : les organiques, les inorganiques et les organiques-inorganiques [2]. Hammiche et al ont étudié les effets de PVC-g-MA comme compatibilisant sur la morphologie, propriétés mécaniques et thermiques du PVC/alfa Les résultats ont permis de confirmer l'effectivité de greffage de l'anhydride maléique sur les chaînes macromoléculaires de polychlorure de vinyle. L'agent de couplage a permis d'augmenter la contrainte à la rupture et une légère amélioration de l'allongement à la rupture et un effet significatif sur la stabilité thermique des composites élaborés. L'ensemble des résultats obtenus permet de conclure que l'introduction d'un agent compatibilisant semble cruciale. Vilaseca et al [38] sont intéressés à l'étude des propriétés mécaniques des composites PP/fibres de bananier (20, 30,40%) en utilisant un agent de couplage PP-g-MA (2, 4, 8%). Ils ont constaté que les propriétés mécaniques des composites à fibres traitées sont meilleures que celles des composites à fibres non traitées. La présence de l'agent compatibilisant a amélioré l'adhésion interfaciale entre la matrice thermoplastique et la charge végétale. De ce fait, la dispersion de la charge est bonne induisant de meilleures performances des composites élaborés. Rosa et al [39] ont mené une étude sur les composites PP/ farine de cosse de riz (FCR) en utilisant PP

greffé par l'anhydride maléique comme agent de couplage. Les composites sont préparés par l'extrusion à chaud. Les résultats ont montré que la résistance à la traction est améliorée en présence de l'agent de couplage PP-g-MA. La rigidité des composites a augmenté avec l'augmentation de taux de la charge et ils ont vérifié que le rapport PP-g-MA/FCR = 0,03 produit les meilleurs résultats. La détermination de la densité a montré que les composites PP/FCR sont des matériaux légers. L'ajout du PP-g-MA a également réduit le degré d'absorption de l'eau (>20%). Ces matériaux sont plus adaptés pour l'utilisation dans l'environnement humide. L'analyse au microscope électronique à balayage, a montré que les composites PP/FCR couplés de l'agent de couplage PP-g-MA, présentent une morphologie plus homogène grâce à une meilleure compatibilité entre la charge et la matrice. De même Kabayashi et al [16] ont étudié l'effet des agents compatibilisants PE-g-MA et PP-g-MA sur les composites de polyéthylène haute densité (PEHD) et polypropylène (PP) renforcé par des fibres lignocellulosique (LCF). D'après leurs résultats, ils ont constaté que les propriétés mécanique des composites LCF/polyoléfine ont été considérablement augmentées après l'addition d'un agent compatibilisant en particulier, les résistances à la traction des composites des composites LCF/PEHD à 20% en masse et LCF/PP à 30% en masse ont été améliorés de 30% et 57% respectivement.

I-6 Techniques de mise en œuvre des matériaux composites

I.6.1 Calandrage

Ce procédé de transformation concerne à la fois les PVC plastifiés et non plastifiés. Il est destiné à la fabrication de films et de feuilles. Le PVC est chauffé et laminé entre deux ou plusieurs cylindres jusqu'à former une feuille continue. Ce procédé est surtout utilisé pour la fabrication de feuilles et de tissus enduits [40].

I.6.2 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].

I.6.3 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 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.

I.6.4 Thermo-compression

Le composite est introduit entre deux plaques chauffantes et soumis à des 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].

I.7 Avantage et inconvénient des composites

a- Avantage des matériaux composites

Les composites sont préférés à d'autres matériaux parce qu'ils offrent des atouts liés à:

- Leur légèreté.
- Leur résistance à la corrosion et aussi à la fatigue.
- Leur insensibilité aux produits comme les graisses, les liquides hydrauliques, les peintures et les solvants.
- Leur possibilité de prendre plusieurs formes, d'intégrer des accessoires et permettre la réduction de bruit [41].

b- Inconvénients des matériaux composites

Cependant certains inconvénients freinent leur diffusion :

- les coûts des matières premières et des procédés de fabrication.
- la gestion des déchets engendrés et la réglementation de plus en plus stricte.

I.8 Recyclage des composites

I.8.1 Valorisation des composites

La valorisation consiste dans « le réemploi, le recyclage ou toute autre action visant à obtenir, à partir des déchets, des matériaux réutilisables ou de l'énergie [42]

-Valorisation matière : réemploi, réutilisation, recyclage, régénération,

-Valorisation énergétique : incinération avec récupération d'énergie.

Les matériaux composites possèdent de nombreux avantages mais leur capacité de recyclage doit encore être améliorée.

I.8.2 Procédés de recyclage

Le recyclage de matériaux composites thermoplastiques renforcés avec des fibres naturelles peuvent être classé en fonction de la durée de vie utile du produit (dans le cadre du comportement au vieillissement). Les propriétés de la matrice, des fibres et de l'interface fibre-matrice changent à chaque recyclage [43]. Ceci est particulièrement vrai pour le rapport d'aspect (L / D) des fibres, qui représente le rapport entre la longueur (L) et le diamètre (D) des fibres de renforcement. Le rapport hauteur / largeur est le facteur clé du renforcement des mécanismes d'un composite car il définit la liaison interfaciale ainsi que le transfert de charge entre les fibres et la matrice [44]. Il existe trois principaux types de recyclage des déchets des composites.

I.8.2.1 Recyclage thermique

Les matériaux composites, en raison de leur teneur en polymère, ont un pouvoir calorifique permettant leur valorisation par production d'énergie [42]. Ils sont constitués d'éléments combustibles et non combustibles, et leur pouvoir calorifique inférieur est en fonction de leur composition

a- Incinération

L'incinération est un traitement thermique basé sur la combustion avec excès d'air. Elle génère des résidus solides appelés mâchefers, déchets non dangereux valorisables en remblai ou sous-couche routière dans des conditions strictes définies par réglementation. Tous les déchets plastiques ne peuvent être recyclés. Une partie devra être incinérée afin d'en réduire sensiblement le volume. Dans l'incinérateur, le PVC est converti en CO_2 , en eau, en acide chlorhydrique (HCl) et en quelques chlorures métalliques. La moitié du chlore formé

dans les incinérateurs provient du PVC, l'autre moitié est générée par le bois, le papier, les déchets végétaux et les denrées alimentaires contenant du sel.

b - Pyrolyse/thermolyse

La thermolyse est un procédé thermique de traitement des déchets organiques à température moyennement élevée et en l'absence d'oxygène. Les déchets sont introduits dans un four hermétique chauffé entre 450°C et 750°C. En l'absence d'air et sous l'effet de la chaleur les déchets se décomposent en deux parties : un résidu solide et un gaz. Selon les déchets traités, le résidu solide peut contenir des cendres, des matières minérales, ainsi que du chlore. Ce dernier élément est séparé par simple lavage du solide carboné lorsque celui-ci est plongé dans l'eau à la sortie du four. La pyrolyse est la technique la plus utilisée à l'échelle industrielle, il s'agit d'un procédé de recyclage thermique des matériaux composites sous conditions de température et de pression contrôlées. Ce procédé permet la dégradation de la résine, accompagnée par un dégagement de fumées qui seront obligatoirement traitées, et la récupération des fibres sous forme de peluche. Les déchets sont traités dans un four à très haute température (1200–1500°C) contenant un magma vitreux. Les matériaux introduits sont complètement minéralisés.

I.8.2.2 Recyclage chimique

Le recyclage chimique est un ensemble de techniques chimiques permettant deux procédés différents [42] :

- D'une part, la chaîne polymérisée est cassée pour revenir aux matériaux de base, c'est-à-dire aux monomères qui ont servi à les fabriquer.
- D'autre part, le matériau est dissout grâce à un solvant sélectif, libérant par précipitation les additifs et matériaux secondaires. De nombreuses études ont été réalisées sur la dépolymérisation chimique des polymères. Elles concernent principalement les polymères thermoplastiques. Dans le cas du PVC, outre la fragmentation de la chaîne des molécules de polymère, le chlore fixé aux chaînes est libéré sous forme d'acide chlorhydrique (HCl). En fonction de la technologie utilisée, le HCl peut être réutilisé après purification ou doit être neutralisé pour former différents produits qui peuvent être utilisés ou doivent être éliminés[45].

I.8.2.3 Recyclage mécanique

Le recyclage mécanique est un cycle d'opérations mécaniques mis en œuvre dans le but de transformer les composites usagés en nouveaux produits, soit pour de nouvelles applications, soit pour la même utilisation que précédente, ce procédé consiste à broyer intégralement le composite dans un broyeur à haute vitesse. Le matériau se transforme donc en éléments plus fins allant typiquement de 4 mm de longueur à des particules micronisées de moins de 50 μ m [46]. Plusieurs auteurs ont étudié le recyclage des composites. Bourmaud et al [47] ont mené une étude sur le recyclage des composites PP /chanvre et PP/sisal avec les mêmes proportions massiques 70% résine et 30%fibres. D'après les résultats obtenus, ils ont remarqué une diminution importante de la longueur des fibres au cours des cycles d'injection qu'ils ont attribuée à la rupture des fibres au cours de chaque cycle d'injection. De même pour le facteur de forme (L_F/L_D) qui marque à son tour une baisse qui est liée à une diminution de la longueur et de diamètre de la fibre par cisaillement en cours de cycles. Les cycles d'injection ont également une influence sur les propriétés mécanique en traction des composites, après 7 cycles d'injection. Ils ont noté une légère diminution de 10% du module initiale. Pickering et al [48] ont montré qu'après 8 cycles d'injection, les propriétés mécaniques des composites PP/fibre de bois tels que la résistance à l'impact, la résistance en flexion, le module de flexion diminuent avec le nombre de cycles d'injection. Cette diminution est essentiellement liée à l'endommagement et à la diminution de la longueur des fibres. Tjvidi et al [49] ont étudié l'effet du recyclage sur le comportement hygroscopique des composites polyéthylènes haute densité renforcé avec la fibre naturelle. Les résultats de leur étude ont confirmé que le processus de recyclage a amélioré la résistance à l'eau et cela est dû à une meilleure distribution des fibres dans la matrice.

Chapitre II

Matériaux et techniques de caractérisation

II. Matériaux et techniques de caractérisation**II.1 Matériaux****II.1.1 Polychlorure de vinyle (PVC)**

Dans le présent travail, le PVC de type SE-1200 est utilisé comme matrice pour l'élaboration des composites, le tableau II.1 résume les principales caractérisations du PVC.

Tableau II.1 : Caractéristiques du PVC.

Propriétés	Valeurs	Normes
Viscosity(Pa.s)	0,99-1.030	ASTMD 1243
Density(Kg/m ³)	0,481-0,561	ASTMD 1885
K-Wert	70,2-72	DIN 53726

La résine utilisée pour l'élaboration des composites est préparée à partir du PVC plastifié par l'addition de 30% de di-2-éthylhexylphtalate (DOP (dioctylphtalate)), stabilisé par 4% de Ca/Zn et lubrifié par 0,5% d'acide stéarique.

Le PVC-g-MA utilisé est synthétisé au Laboratoire des Matériaux Polymères Avancés de l'Université A Mira de Bejaia [50].

II.1.2 Farine de grignon d'olive (FGO)

Le grignon d'olive brut a été récupéré au niveau d'une huilerie dans la région de sidi aich

(Bejaia), ce grignon a subi plusieurs prés traitements :

- Lavage avec de l'eau froide afin d'éliminer les impuretés solubles dans l'eau froide.
- Lavage avec de l'eau chaude pour éliminer les impuretés insolubles dans l'eau froide.
- Séchage à l'air libre pendant 48 heures.
- Broyage à l'aide d'un broyeur.
- Le tamisage avec une tamiseuse automatique.

II.2 Préparation des composites

Pour étudier l'effet de recyclage sur les matériaux composites, on a préparé des composites en deux étapes. La première étape consiste à mélanger les différents constituants dans un mélangeur interne. La deuxième est de les broyer puis les mouler par compression à 180°C avec une pression de 30 bars pour obtenir des films d'épaisseur moyenne de 150 µm.

Les mêmes échantillons élaborés, sont recyclés quatre fois dans le mélangeur interne. Ces derniers sont caractérisés après chaque cycle de transformation.

Les mélanges sont réalisés à l'aide d'un mélangeur de type Brabender, Plasticorder W 50 EHT. L'agent compatibilisant PVC-g-MA et la Farine d'olive sont préalablement étuvés à 60°C pendant 24h. Les différents constituants sont mélangés manuellement puis introduits dans le Brabender pendant 5 min, à la température de 180°C et une vitesse de rotation de 50 tr/min.

Composition massique des différentes formulations sont données dans le Tableau II.2.

Tableau II.2 : Composition massique des différentes formulations.

	PVC compound (%)	FGONT (%)	PVC-g-MA (%)
PVC	100	0	0
PVC/FGONT	80	20	0
PVC/FGOT	80	0	0
PVC/PVC-g-MA/FGO	75	20	5

II.3 Techniques de caractérisation

II.3.1 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

Les spectres IR du PVC vierge et des composites ont été enregistrés sur un spectrophotomètre de modèle SHIMADZU FTIR-8400S, piloté par un ordinateur muni d'un logiciel de traitement avec une résolution de 4 cm⁻¹, dans la région 4000 cm⁻¹ à 400 cm⁻¹.

II.3.2 Test de traction

Le test de traction nous permet de déterminer le comportement d'un matériau sous l'effet d'une contrainte ainsi que sa nature (rigide ou souple). Les essais de traction des composites PVC/FGO ont été réalisés sur une machine de traction de type MTS synergie RT1000 à température ambiante (23°C) et une vitesse de déplacement de 2mm/min. dans cette étude, les résultats présentés sont la moyenne de cinq essais pour chaque échantillon.

II.3.3 Analyse thermogravimétrique (ATG/DTG)

Les thermogrammes des différents échantillons ont été enregistré à l'aide d'un appareil thermogravimétrique de type mettler, constitué d'un ATG/DTG/ATD couplé et ploté par un micro-ordinateur, il est composé d'une nacelle à échantillon de 10 à 30 mg, la nacelle est introduite dans un four dans un milieu inerte d'azote avec une vitesse de chauffe de 10°C/mn dans un intervalle allant de 20°C à 700°C.

Chapitre III

Résultats et discussions

III Résultats et discussions

L'objectif de ce chapitre est de présenter les résultats obtenus dans notre travail et de les interpréter.

III. 1 Analyse Thermogravimétrique (ATG, DTG)

L'analyse thermogravimétrique permet de suivre la variation de la masse d'un échantillon en fonction de la température.

Les figures III.1, III.2 représentent les thermogrammes ATG/DTG obtenus des différentes formulations PVC vierge, PVC/grignon d'olive et PVC/ grignon d'olive /PVC-g-MA au zéro cycle de transformation. On remarque que la décomposition de PVC se produit en deux étapes la première étape commence à 270°C et termine autour 365°C avec une température maximal de dégradation au voisinage de 300°C correspondant à une vitesse de l'ordre 30% / min et de perte de masse de 70% qui est attribuée à la dehydrochloration du PVC et des produits volatils qui se composent principalement de HCl, de petites quantités de benzène, de toluène et d'autres hydrocarbures. Après cette étape, le chlore a été presque complètement éliminé. Cela signifie qu'à basse température, la majeure partie du chlore peut être éliminée du PVC, ce qui constitue la base d'autres processus de traitement du PVC. L'élimination des molécules HCl mènent à la formation des doubles liaisons le long des chaines macromoléculaire du PVC d'où l'obtention d'un nouveau polymère polyacétyle [51]. Entre 365°C et 415 °C, l'échantillon devient thermiquement stable, c'est-à-dire qu'il ne perd pas de poids à cet intervalle de température. La deuxième étape est liée à la dégradation de polyacétyle entre 415-520°C pour former un résidu constitué du noir carbone [52]. Cependant, on remarque que l'ajout de la fibre de grignon d'olive provoque une légère diminution de la température de début de dégradation, elles sont de l'ordre à 254 °C, 245°C pour les composites sans et avec PVC-g-MA respectivement, la diminution de la température de début de décomposition pour les composites traité par PVC-g-MA est due à amélioration des interaction interfaciale entre la fibre et la matrice en générant des liaisons esters fortes entre elles [50].

La décomposition des composites se fait en trois étapes, un pic exothermique situé entre 250 et 320°C, qui correspond à la dépolymérisation thermique des hémicelluloses et des pectines, une décomposition secondaire majeure vers 390-420°C attribuée à la décomposition de la cellulose, un dernier pic représentant la décomposition des résidus [53].

Le thermogramme DTG montre clairement que la température de dégradation maximale des composites est supérieure à celle du PVC vierge, elle est de l'ordre 300°C pour le PVC vierge et 321°C et 316°C pour les composites sans et avec PVC-g-MA respectivement.

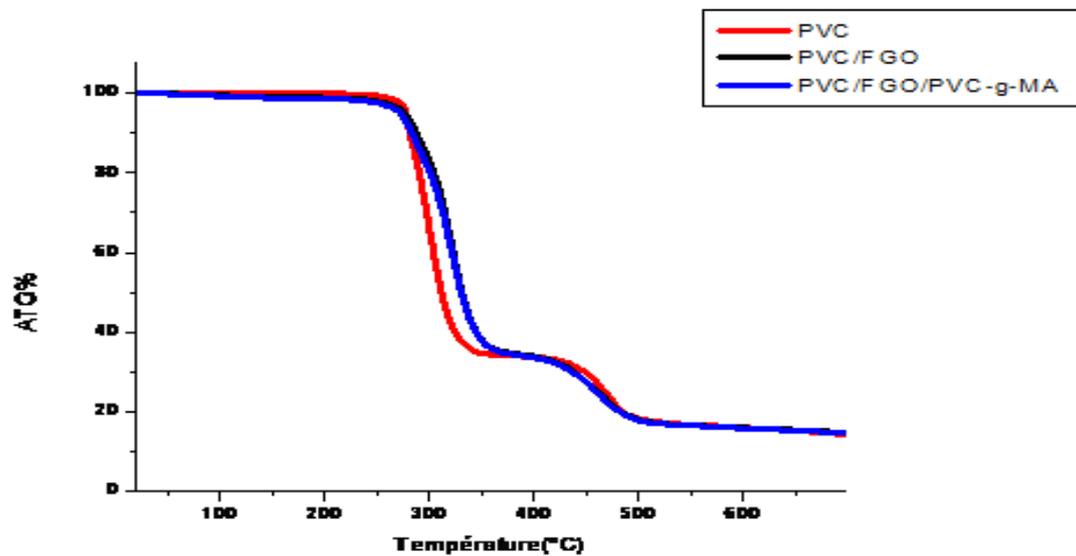


Figure III.1 : Thermogramme ATG du PVC et des composites PVC/FGO et PVC/FGO/PVC-g-MA.

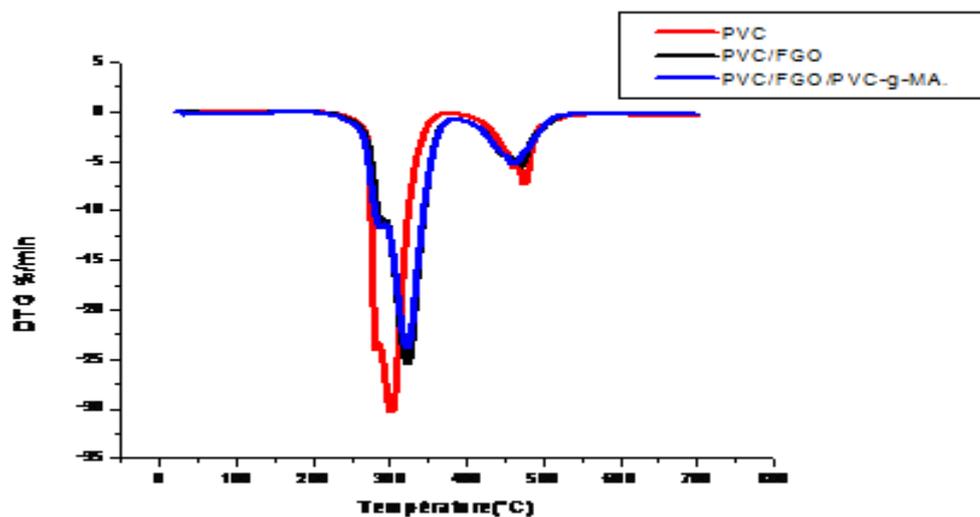


Figure III.2 : Thermogramme DTG du PVC et des composites PVC/FGO et PVC/FGO/PVC-g-MA.

Les figures (III.3, III.4) Représentent les thermogrammes ATG, DTG de PVC vierge et des composites PVC/FGO, PVC/FGO/PVC-g-MA au quatrième cycle de recyclage. On remarque une diminution de la température de début de dégradation par rapport au composites à zéro cycle de recyclage, en effet elle est de 220°C pour le PVC vierge et 205 °C pour les composites avec et sans PVC-g-MA. Cette diminution est suivie d'une décomposition très rapide du PVC en comparaison aux composites avec et sans PVC-g-MA. De même on remarque la diminution de la température à T_{50%} de PVC et des composites au quatrième cycle et cela est due à l'augmentation de poids moléculaire de PVC et des composites. Contrairement au résultats de Beg et al [54], les positions de perte de poids sur les thermogrammes ATG pour PP et les composites se sont déplacées vers des températures plus élevées avec l'augmentation de nombre de cycle de transformation, suggérant une augmentation de la stabilité thermique qui est probablement due à l'augmentation de la cristallinité du PP résultant de la réduction du poids moléculaires.

Les thermogrammes DTG montrent également que la vitesse maximale de dégradation du PVC vierge est supérieure à celle des composites, cependant ce paramètre diminution en fonction du nombre de cycle de transformation.

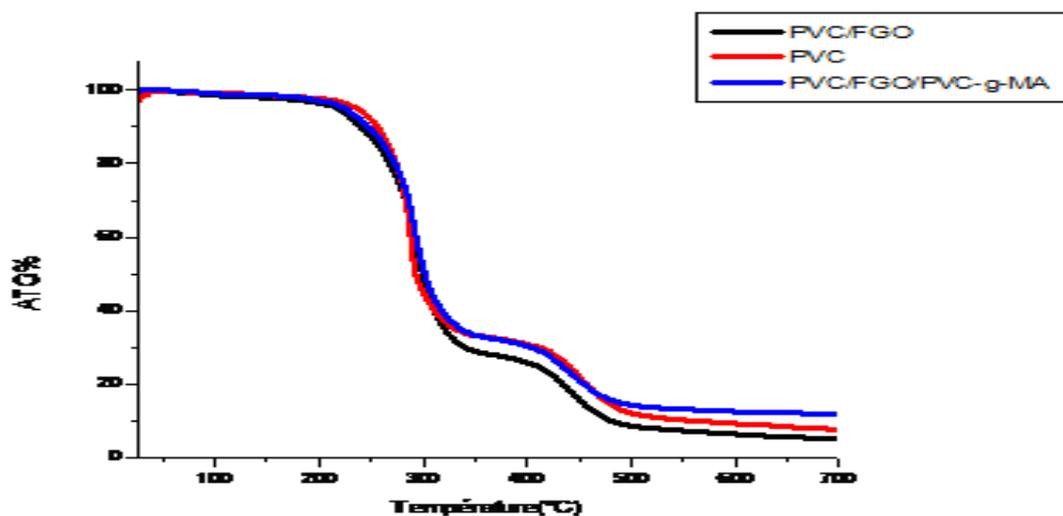


Figure III.3: Thermogramme ATG du PVC et des composites PVC/FGO et PVC/FGO/PVC-g-MA au 4 cycle.

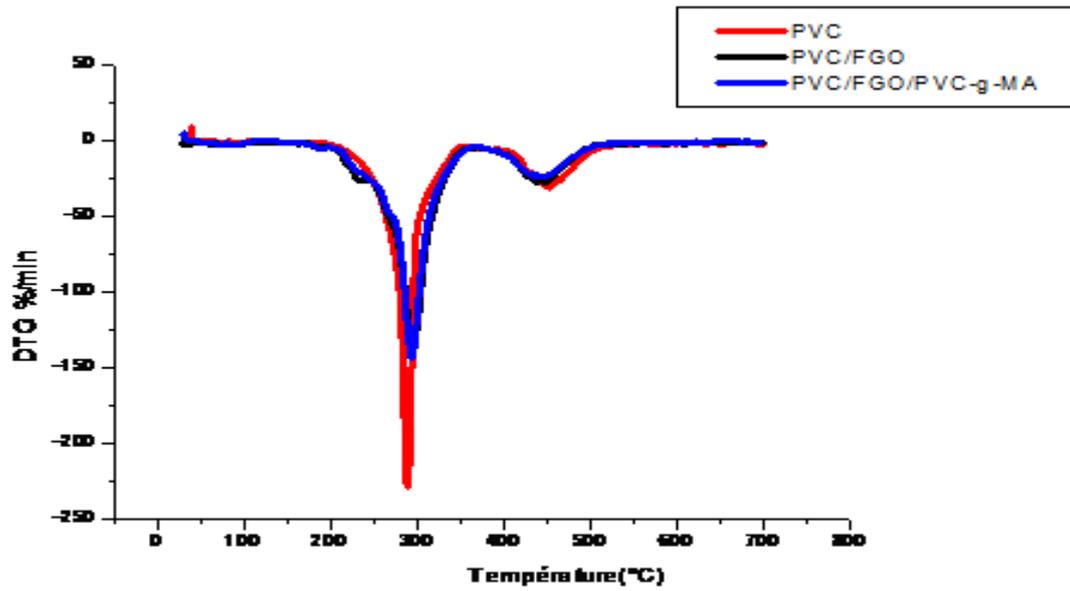


Figure III.4 : Thermogramme DTG du PVC et des composites PVC/FGO et PVC/FGO/PVC-g-MA au 4 cycle.

III .2 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

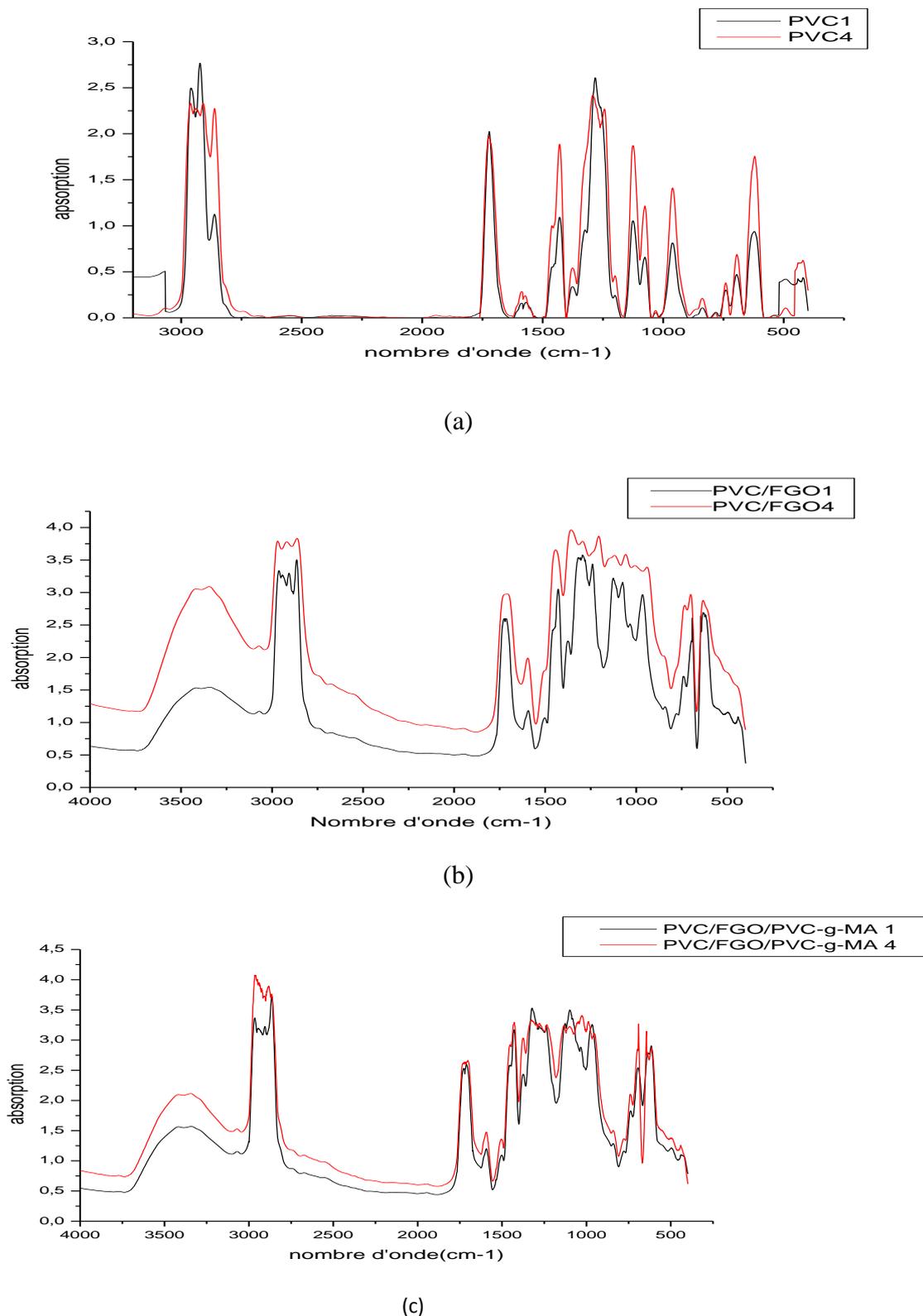


Figure III.5 : Spectres IRTF : (a) PVC, (b) PVC/FGO et (c) PVC/PVC-g-MA/FGO aux 1er et 4ème cycles de transformation.

Les spectres IRTF des formulations PVC, PVC/FGO et PVC/PVC-g-MA/FGO aux 1er et 4^{ème} cycles de transformation sont illustrés dans la figure III.5. Les spectres IRTF de PVC vierge et des composite avec et sans agent compatibilisant révèlent une présence d'un bande d'absorption localisée à 1735cm^{-1} qui peut être associé à l'étirement carbonyle des groupes acétyle, aldéhyde, groupes carboxyle et esters contenus dans les hémicelluloses, lignine et extraits [55]. De plus, une large bande d'absorption est observée à 3350cm^{-1} dans des échantillons composites PVC/FGO, ce qui est attribué aux groupes hydroxyle contenus dans le cellulosique de la farine de grignon d'olive. La bande d'absorption localisée à environ $1600\text{--}1630\text{cm}^{-1}$ est probablement associé à absorbé l'eau dans la cellulose cristalline [56]. Après quatre cycles d'extrusion aucun changement significatif n'a été observé dans les spectres infrarouges du PVC dans la région des carbonyles entre $1700\text{--}1850\text{cm}^{-1}$ qui sont générés par la dégradation oxydative des polyoléfinés au cours du recyclage [57]. Nous avons observé une légère augmentation de la concentration de carbonyle pour les composites avec et sans PVC-g-MA. Des résultats similaires trouvés par Augier et al [58]

III.3 Test de traction

Les figures III.6 et III.7 illustrent l'évolution du module d'Young et de la contrainte à la rupture en fonction du nombre de cycle de transformation de la matrice polychlorure de vinyle et des composites PVC/FGO et PVC/FGO/PVC-g-MA.

Au premier cycle de transformation, on enregistre une importante augmentation du module d'Young avec l'ajout de la charge. Cependant, cette augmentation est plus remarquable en présence de PVC-g-MA. Par contre nous avons constaté une diminution de la contrainte à la rupture des composites par rapport au PVC vierge. L'augmentation de la contrainte du PVC est moins marquée avec le recyclage, il y a une légère diminution de la contrainte au premier cycle puis une augmentation de cette propriété au quatrième cycle cela est due probablement à la réticulation de PVC induite par la mise en œuvre. Cependant, on enregistre l'augmentation de la contraire à la rupture des composites PVC/FGONT, PVC/FGOT, PVC/FGO/PVC-g-MA passant de 5,4MPa, 9,1 MPa, 9,4MPa respectivement au premier cycle jusqu'aux 9MPa, 13,6MPa et 12,1MPa et cela est dû à une meilleur dispersion de la fibre dans la matrice due à la réduction de la viscosité à l'état fondu [59].

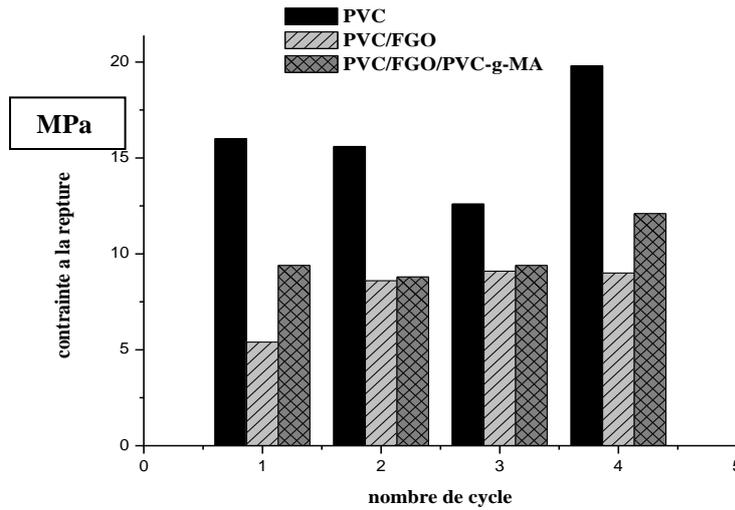


Figure III.6 : Evolution de la contrainte à la rupture des formulations PVC, PVC/FGO et PVC/FGO/PVC-g-MA en fonction des cycles de transformation.

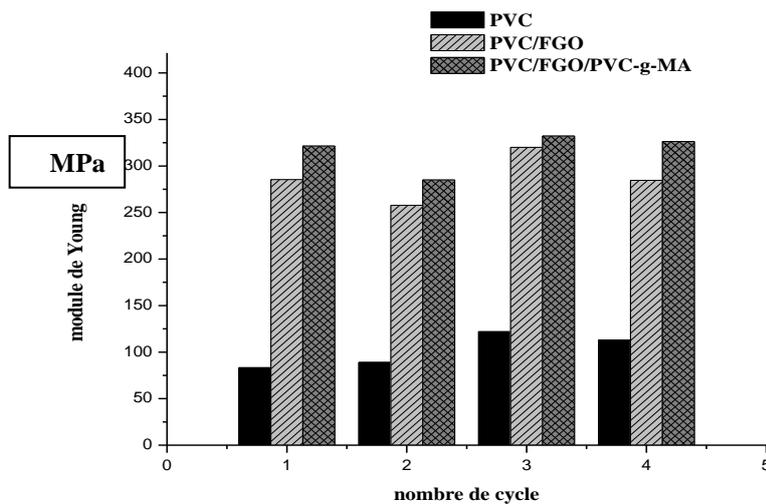


Figure III.7 : Evolution de module de Young des formulations PVC, PVC/FGO et PVC/FGO/PVC-g-MA en fonction des cycles de transformation.

Le module de Young des composites présentent une forte augmentation induite non seulement par la diminution de la dimension des fibres causée par le broyage mais également par leurs bonne dispersion et donc une amélioration de l'adhésion interfaciale entre la matrice et le renfort surtout en présence de PVC-g-MA et au troisième cycle de transformation.

L'évolution de l'allongement à la rupture en fonction du nombre de cycle de transformation de la matrice PVC et des composites PVC/FGO et PVC/FGO/PVC-g-MA est

présentée en Figure III.8. On observe que l'allongement à la rupture de la matrice PVC est moins affecté par le recyclage, il est aux environs de 208% au premier cycle de transformation et de 198% au quatrième cycle de transformation. L'ajout de la fibre de grignon d'olive à la matrice PVC réduit significativement l'allongement à la rupture et cela est dû à la rigidité induite par la fibre végétale. Généralement, l'ajout de la charge lignocellulosique provoque une diminution importante de la ductilité du composite [60].

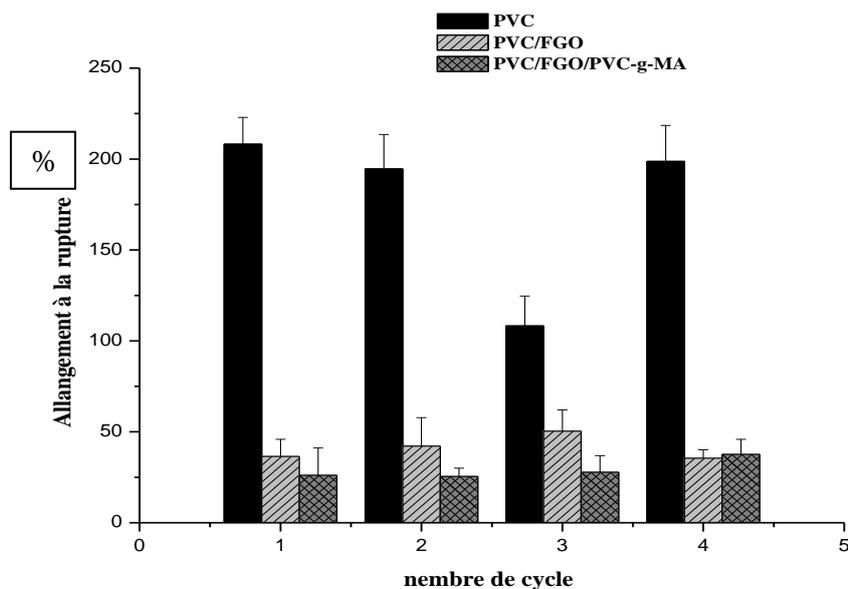


Figure III.8 : Evolution de l'allongement à la rupture des formulations PVC, PVC/FGO et PVC/FGO/PVC-g-MA en fonction des cycles de transformation.

Conclusion Générale

Conclusion

En conclusion, le but de ce travail est d'étudier les propriétés mécanique et thermique des composites PVC/grignon d'olive avec et sans PVC-g-MA en fonction du nombre de recyclage qu'ils ont subis.

Les résultats ont montré que les propriétés mécaniques des composites croissent avec le nombre de cycle d'extrusion, la résistance à la traction et le module d'Young dans les formulations étudiées ont considérablement augmenté. Par contre les spectres infrarouge, aucun changement significatif après quatre cycle d'extrusion.

Il est aussi important de tenir compte de l'évolution des propriétés thermiques des composites après les cycles de transformation. Nous avons remarqués que l'ajout de la fibre de grignon d'olive provoque une légère diminution de la température de début de dégradation. Alors, elle joue un rôle protecteur important; en ralentissant son taux et sa vitesse de dégradation.

D'une façon générale cette étude indique que les composites PVC/farine grignon d'olive représentent une bonne qualité pour l'utilisation après un recyclage multiple spécialement en présence de l'agent comptabilisant.

Références Bibliographiques

Références Bibliographiques

- [1] H. Boussehel « Etude de moyens stabilisation des composites à base de polystyrène » Thèse doctorat, Université de Biskra, 2018.
- [2] D. Hammiche « Effet d'un Nouvel Agent Compatibilisant PVC-g-MA sur les Performances des Composites Polychlorure de Vinyle/Alfa » Thèse de doctorat, Université A/Mira Béjaia, 2013.
- [3] D. Michel « Aide-mémoire de science des matériaux » Dunod, 2005.
- [4] P. Prombut « Caractérisation de la propagation de délaminage des stratifiés composites multidirectionnels » Thèse doctorat, Toulouse, 2007.
- [5] M. Chatain « Matériaux composites : Présentation générale (AM 5000) » Techniques de l'ingénieur, 2005.
- [6] F. Ballufier, A. Lemascon « Analyse de défaillance pièces plastiques, élastomères ou composites » Guide pratique, Centre Technique Des industries Mécanique (CETIM) ,1999.
- [7] A. Boukerrou, M. Beztout, H. Djidjelli, S. Krim, D. Hammiche « The effect of chemical treatment of cellulose with epoxidized soybean oil (ESO) on the properties pvc/cellulose composites » Molecular Crystals and Liquid Crystals, 556,223–232, 2012 .
- [8] Z. Hruska, Patrice Guesnet, Christian Salin, J-J Couchoud « Poly (chlorure de vinyle) » Technique de l'ingénieur (AM 3325),France,2007
- [9] M. Boutamine, Abir. Rahal « Etude Mécanique thermique et Economique de quelque Mélange à base de PVC Proposé par l'ENICAB de BISKRA » Mémoire Master, Université de Biskra, 2013.
- [10] J-P. Trognon, J.Verdu, M. Piperaud « structures-propriétés mise en œuvre et normalisation, précis de matières plastiques » Paris-La Défense : AFNOR ; Paris : Nathan , 1991.
- [11] J.N. Hahladakis , C. A. Velis , R.Weber , E. Iacovidou, P. Purnell « An overview of chemical additives present in plastics: Migration, release, fate and environmental impact during their use, disposal and recycling » Journal of Hazardous Materials, 344, 179–199,2018.

- [12] D. Ausseur, « Poly (chlorure de vinyle) » Techniques d'ingénieur. A 3325a, 1977.
- [13] A. Mehmi « Absorption de l'acide acétique et du méthanol sur charbon actif issu du roseau commun et du grignon d'olives » Mémoire master, Université de Tizi ousou, 2015.
- [14] N.E. Labidi, « Elaboration et caractérisation des composites de polychlorure de vinyle PVC/ fibre de palmier », Mémoire master, Université Mohamed Khider -Biskra, 2017.
- [15] M. Carrega, C. Dunod « Matériaux polymère » 2ème édition. DUNOD, Paris 2007.
- [16] P.Quennehen « Etude de la dégradation de la fonction isolation de câbles HT isolés au PVC » Thèse de Doctorat, université de Grenoble, France, 2006.
- [17] J. Maya Jacob, T.Sabu « biofibres and biocomposites » Carbohydrate Polymers, 71, 343–364, 2008.
- [18] Z. Belouadah « Contribution à l'étude d'endommagement et du comportement mécanique des matériaux composites renforcés par des fibres végétales existantes dans la région du Hodna ». Thèse de doctorat, Université Tizi ousou, 2017.
- [19] D.T. Vivi « Matériaux composites à fibres naturelles/polymère biodégradable ou non » Thèse doctorat, Université de Grenoble, 2011.
- [20] L. Augier « 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.
- [21] B. Talel « Utilisation d'une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique de composites bois/plastique 'WPC'» Thèse doctorat de l'Université de Pau et des Pays de l'Adour, 2011.
- [22] A. Fadel « Influence des diverses modifications du Genêt d'Espagne sur les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermiques de composites à matrice thermoplastique » Mémoire de Magister, Université de Sétif, 2014.

- [23] P.T Martone, J.M. Estevez, F. Lu, K. Ruel, M.W Denny, C. Somerville, J. Ralph « Discovery of Lignin in Seaweed Reveals Convergent Evolution of Cell-Wall Architecture » *Current Biology*, 19, 169–175, 2009.
- [24] S. Meziane « Modélisation de la cinétique du séchage du grignon d'olive » *Revue des Energies Renouvelables*, 16, N°2, 379 – 387, 2013.
- [25] N. Babakhouya « Récupération des métaux lourds par l'utilisation des absorbants naturels » *Mémoire de magister, Université M'hamed Bougara- Boumerdès*, 2010.
- [26] H. Lakhtar « culture du *Lentinula edodes* (Berk) peglersur résidus oléicoles en fermentation en milieu solide ; transformation des polyphénols des margines » *Thèse de doctorat, Saint Jérôme*, 2009.
- [27] A. Serir « Caractéristiques nutritives des rebuts de datte et des grignons d'olive en vue d'une alimentation animale » *Mémoire de master, Université Djilali Bounoama, Khemis Miliana*, 2017.
- [28] F. Amrani « 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, Université Tizi ouzou*, 2010.
- [29] A. Chouchene « Etude expérimentale et théorique de procédés de valorisation de sous-produits oléicoles par voies thermique et physico-chimique » *Thèse de doctorat, Université de Haute Alsace - Mulhouse*, 2010.
- [30] S. Bouzouita « Optimisation des interfaces fibre/matrice de composites à renfort naturel » *Thèse de doctorat, École Centrale de Lyon*, 2011.
- [31] N. Djilali « Etude et Valorisation du Grignon d'Olive dans le Domaine des Composites. » *Mémoire de Magister, Université Bejaia*, 2008.
- [32] A. Stocchi, B. Lauke, A. Vázquez C. Bernal « A Novel Fiber Treatment Applied to Woven Jute Fabric/Vinylester Laminates » *Composites Part A: Applied Science Manufacturing*, 38, 1337-1343. 2007.
- [33] F. Balnois, C. Busnel, Baley, Y. Grohens « An AFM study of the effect of chemical treatments on the surface microstructure and adhesion properties of flax fibers » *Composite Interfaces*, Vol.14, 715-731, 2007.

- [34] A. Lepetit « Élaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène » Thèse doctorat, l'université de Limoges, 2017.
- [35] A. K. Bledzki, J. Gassan. « Composite reinforced with cellulose based fibers » Progress in Polymer Science, Vol 24, 221-274, 1999.
- [36] B. F. jeerdsma., H. Militz, « Chemical changes in hydrothermal treated wood: FTIR analysis of combined hydrothermal and dry heat-treated wood » Holz als Roh-und Werkstoff, 63, 102-111, 2005.
- [37] M. Hakkou, M. Pétrissans, , P. Gérardin, A. Zoulalian, « Investigations of the reasons for fungal durability of heat-treated beech wood » Polymer degradation and stability, 91(2), 393-397, 2006.
- [38] F. Vilaseca, A. Valadez-Gonzalez, P.J. Herrera-Framco, M. A. Pilach, J.P. Lopez, P. Mutjé « Biocomposites from abaca strands and polypropylene part I, Evaluation of the tensile proprieties » bioresource Technology, 101,387-395,2010.
- [39] M.D.H. Beg, K.L. Pickering « Reprocessing of wood fibre reinforced polypropylene composites. Part I: Effects on physical and mechanical properties » Composites Part A, Applied Science and Manufacturing, 39, 1091-1100, 2008.
- [40] D. V. Rosato « Calendering » Extruding Plastics, Springer, Boston, 418-440, https://doi.org/10.1007/978-1-4615-5793-7_10, 1998.
- [41] M. Haddadi « étude numérique avec comparaison expérimental des propriétés thermoplastique des matériaux composites à matrice polymère » Mémoire de master, université Al Hadj Lakhdar, Batna, 2011.
- [42] Bouazza Hadjer «Recyclage des matériaux composites thermodurcissables à usage naval » Mémoire de Magister, université des sciences et de la technologie d'Oran, 2011.
- [43] G. Zak, M. Haberer, C.B. Park, B. Benhabib « Estimation of average fiber length in short-fiber composites by a two-section method » Composites Science and Technology, 60(9),1763–1772, 2000.

- [44] M. K. Lila, A. Singhal, S. S. Banwait, I. Singh « A recyclability study of bagasse fiber reinforced polypropylene composites » *Polymer Degradation and Stability*, 152, 272-279, 2018.
- [45] C. Manas « Chemical aspects of polymer recycling » *Advanced Industrial and Engineering Polymer Research*, 4 (3), 133-150, 2021.
- [46] S. Jlassi « Composites à fibres de carbone recyclées : variabilité des sources et optimisation des performances mécaniques » Thèse doctorat, université de Toulouse, 2019.
- [47] A. Bourmaud, C. Baley « Investigations on the recycling of hemp and sisal fiber reinforced polypropylene composites » *Polymer Degradation and Stability*, 92, 1034- 1045, 2007.
- [48] M.D.H. Beg, K.L. Pickering « Reprocessing of wood fibre reinforced polypropylene composites. Part I: Effects on physical and mechanical properties » *Composites Part A, Applied Science and Manufacturing*, 39, 1091-1100, 2008.
- [49] M. Tajvidi, A. Takemura « Effects of Reprocessing on the Hygroscopic Behavior of Natural Fiber High-Density Polyethylene Composites » *Journal of Applied Polymer Science*, 122, 1258–1267, 2011.
- [50] D. Hammiche, A. Boukerrou, H. Djidjelli, M. Beztout, S. Krim « Synthesis of a New Compatibilisant Agent PVC-g-MA and Its Use in the PVC/Alfa Composites » *Journal of Applied Polymer Science*, 124, 4352–4361, 2012.
- [51] J. Yu, L. Sun, C. Ma, Y. Qiao, H. Yao « Thermal degradation of PVC: A review. *Waste Management* » 48, 300–314, 2016.
- [52] J. Nisar, M. S. Khan, M. Iqbal, A. Shah, G.M. AliSayed, T. Mahmood « Thermal decomposition study of polyvinyl chloride in the presence of commercially available oxides catalysts » *Advances in Polymer Technology*, 37, 2336–2343, 2018.
- [53] M. Pracella, D. Chionna, I. Anguillesi, Z. Kulinski, E. Piorkowska, « Functionalization, compatibilization and properties of polypropylene composites with hemp fibres » *Composite Science and Technology* 66: 2218-2230. 2006.

- [54] M. D. H. Beg, K. L. Pickering, « Reprocessing of wood fibre reinforced polypropylene composites Part I: Effects on physical and mechanical properties » *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(7), 1091–1100, 2008.
- [55] M. Kaci, H. Djidjelli, A. Boukerrou, L. Zaidi, « Effect of wood filler treatment and EBAGMA compatibilizer on morphology and mechanical properties of low density polyethylene/olive husk flour composites » *Express Polymer Letters*, 1, 467, 2007.
- [56] Y. Cui, S. Lee, B. Noruziaan, M. Cheung, J. Tao « Fabrication and interfacial modification of wood/recycled plastic composite materials » *Composites: Part A*, 39, 655, 2008.
- [57] M. H. Martins, M. A. De Paoli « Polypropylene compounding with post-consumer material: II. Reprocessing » *Polymer Degradation and Stability*, 78, 491, 2002
- [58] L. Augier, G. Sperone, C. Vaca-Garcia, M.E. Borredon « Influence of the wood fibre filler on the internal recycling of poly(vinyl chloride)-based composites » *Polymer Degradation and Stability*, 92 (7). 1169-1176, 2007.
- [59] G. Guerrica-Echevarria, J.I. Eguiazabal, J. Nazabal « Effects of reprocessing conditions on the properties of unfilled and talc-filled polypropylene » *Polymer Degradation and Stability*, 53(1), 1–8, 1996.
- [60] M. N. Islam, M. R. Rahman, M. M. Haque, and M. M. Huque, « Physico-mechanical properties of chemically treated coir reinforced polypropylene composites » *Composites Part A*, 41, 192–198, 2010.

Résumé

Le présent travail vise à étudier le nombre de cycles d'extrusions sur les composites PVC renforcés par la farine de grignon d'olive (FGO) à 20% de taux de charge avec et sans polychlorure de vinyle greffé d'anhydride maléique (PVCg-MA) comme compatibilisant. Les échantillons élaborés ont été caractérisés aux 1er et 4ème cycles de transformation par Spectres IRTF et propriétés thermiques et mécaniques. Les résultats ont montré que la résistance à la traction et le module d'Young dans les formulations étudiées ont considérablement augmenté.

Mots clés : Fibres cellulosiques, Polychlorure de Vinyle, Composites, recyclage, propriétés mécaniques.

Abstract

The present work aims to study the reprocessing olive husk flower reinforced polyvinylchloride composites with and without maleic anhydride-grafted polyvinyl chloride used as compatibilizer. With and without polyvinyl chloride grafted with maleic anhydride (PVCg- MA) as compatibilisan. The material was characterized the 1st and 4th extrusion cycles by IRTF spectra thermal and mechanical properties. The results showed that the recycled composites had considerably higher tensile strength and Young's modulus.

Key words: Lignocellulosic fibers, Polyvinyl chloride, Composites, recycling, mechanical properties.