

**RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

*Université Abderrahmane Mira Béjaïa
Faculté de la Technologie
Département de Génie des Procédés*

MÉMOIRE

Présenté par

Salem KRIM

En vue de l'obtention du diplôme de

MAGISTER

**En Génie des Procédés
Option : Génie des Polymères**

**ÉTUDE ET CARACTÉRISATION DES MATÉRIAUX COMPOSITES À
BASE DE POLYPROPYLENE CHARGÉ AVEC LA FARINE DE
GRIGNON D'OLIVE**

Soutenu le ../06/2009

Devant la Commission d'Examen

Président : M. KACI, Professeur à l'Université A. Mira de Béjaïa.

Examineur :

A. BOUKERROU, Maître de conférences à l'Université A. Mira de Béjaïa.

S. BOUHLAL, Maître de conférences à l'Université Farhat ABBAS de Sétif.

Rapporteur : H. DJIDJELLI, Professeur à l'Université A. Mira de Béjaïa.

REMERCIEMENTS

*Ce travail a été réalisé au sein du laboratoire des Matériaux Organiques « LMO » de l'Université A. MIRA de Béjaïa. Je tiens à en remercier son Directeur, le Professeur **T. SADOUN**, pour m'avoir accueilli dans son laboratoire.*

*Je tiens tout d'abord à exprimer ma gratitude et mes profonds remerciements à mon directeur de mémoire Monsieur **H. DJIDJELLI**. Sa disponibilité et ses encouragements n'ont jamais fait défaut.*

*Je tiens à remercier Monsieur **M. KACI**, Professeur à l'université A. Mira de Béjaïa de m'avoir fait l'honneur de présider le jury. Mes remerciements vont également à Monsieur **A. BOUKERROU**, Maître de conférences à l'université A. Mira de Béjaïa, à Monsieur **S. BOUHLAL**, Maître de conférences à l'Université Farhat ABBAS de Sétif, pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant de juger ce travail.*

*Je tiens également à remercier l'ensemble du personnel des entreprises **CABEL**, **CATEL** et **SOTARAP** à Alger pour leur accueil et leur aide précieuse. Mes remerciements vont également aux personnels du laboratoire de **ALL Plast** d'Akbou et plus particulièrement à **M^{elle} Nadira BELAMRI** pour son accueil pour réaliser les tests de l'indice de fluidité et la densité dans son laboratoire.*

*Je tiens à remercier **Yahia**, pour son accueil pour réaliser l'analyse Infrarouge à Transformée de Fourier au sein de son laboratoire.*

J'exprime bien entendu mes remerciements les plus sincères aux membres du laboratoire des Matériaux Organiques pour leurs contributions à une ambiance plus que favorable.

Enfin, je tiens à associer ma famille et tous les personnes qui me sont proches à ce travail afin de les remercier de m'avoir accompagné toutes ces années.

Louange à Dieu le tout puissant de m'avoir donné santé, patience et courage tout au long de mes études.

Sommaire

<i>Introduction</i>	1
---------------------------	---

Partie théorique

Chapitre I : Étude bibliographique

I-1 Généralités sur les matériaux composites.....	3
I-1-1 Historique.....	3
I-1-2 Définition et intérêt des composites.....	4
I-1-3 Matrice.....	5
a) Les élastomères.....	5
b) Les thermodurcissables.....	5
c) Les thermoplastiques.....	6
d) Le polypropylène.....	6
d-1) Propriétés Générales du polypropylène.....	6
d-2) Les avantages du Polypropylène.....	7
d-3) Domaines d'application du Polypropylène.....	7
I-1-4 Renfort.....	8
I-1-4-1 Fibres végétales.....	8
a) La cellulose.....	8
b) Les hémicelluloses.....	9
c) Les lignines.....	10
I-1-4-2 Quelques exemples de fibres végétales et leurs compositions.....	10
I-1-4-3 Enjeux de l'utilisation des fibres naturelles.....	11
I-1-4-4 Grignon d'olive.....	12
I-1-5 Adhésion des WPC.....	13
I-1-6 Modification de l'interface.....	14
I-1-6-a Méthodes physiques.....	14
I-1-6-b Méthodes chimiques.....	14
I-1-6-b-1 Traitement aux anhydrides.....	15
I-1-6-b-2 Traitement chimique en utilisant les agents compatibilisant.....	16
I-1-6-b-3 Traitement chimique par les silanes.....	18

I-2 Rappels bibliographiques.....	20
-----------------------------------	----

Partie expérimentale

Chapitre II : matériaux utilisés et techniques expérimentales

II-1 Présentation des produits utilisés.....	28
II-2 Synthèse de l'agent compatibilisant (PP-g-MA).....	37
II-3 Modification chimique de la farine de grignon d'olive par le vinyltriacétoxysilane...	38
II-4 Préparation des composites.....	39
II-5 Techniques expérimentales.....	40
II-5-1 Analyse spectrale.....	40
a) Spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier (IRTF).....	40
b) Diffraction des Rayons X (DRX).....	41
II-5-2 Titrage chimique.....	41
II-5-3 Test de dureté.....	41
II-5-4 Test de densité.....	42
II-5-5 Test d'absorption d'eau.....	43
II-5-6 Propriétés morphologiques : Microscopie électronique à balayage (MEB).....	43
II-5-7 Propriété rhéologique : Indice de fluidité.....	43
II-5-8 Propriété thermique : Analyse thermogravimétrique.....	44
II-5-9 Propriétés mécaniques.....	44
II-5-9-1 Test de traction.....	44
II-5-9-2 Résistance au choc.....	46

Chapitre III : Résultats et discussions

III-1 Caractérisation de la farine de grignon d'olive.....	47
III-1-1 Caractérisation spectroscopique de la FGO.....	48
a) Spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier (IRTF).....	48
b) Diffraction des rayons X de la FGO.....	52
III-1-2 Test de mouillabilité.....	53
III-1-3 Caractérisation thermique de la FGO.....	53
III-2 Caractérisation de l'agent compatibilisant (PP-g-MA).....	55
III-2-1 Aspect du PP-g-MA synthétisé.....	55
III-2-2 Titrage chimique.....	56
III-2-3 Caractérisation spectroscopique du PP-g-MA.....	56
a) Spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier (IRTF).....	55

b) Diffraction des rayons X (DRX).....	59
III-2-4 Caractérisation thermique du PP-g-MA.....	60
III-3 Caractérisation des matériaux composites élaborés.....	64
III-3-1 Caractérisation physique.....	64
a) Test de la dureté Shore D.....	64
b) Test de densité.....	65
c) Absorption d'eau.....	65
III-3-2 Diffraction des Rayons X (DRX).....	68
III-3-3 Caractérisation rhéologique.....	72
III-3-4 Caractérisation morphologique.....	73
III-3-5 Caractérisation mécanique.....	73
a) Résistance à la traction.....	73
b) Allongement à la traction.....	74
c) Module d'Young.....	76
d) Résistance au choc.....	76
III-3-6 Caractérisation thermique.....	77
Conclusions	85
Perspectives	87
Références bibliographiques	88
Annexes	

Liste des abréviations

PP : Polypropylène.

PEHD : Polyéthylène haute densité.

PVC : Polychlorure de vinyle.

PS : polystyrène.

FGO : Farine de grignon d'olive.

FGONT: Farine de grignon d'olive non traitée.

FGOT: Farine de grignon d'olive traitée.

DRX: Diffraction des rayons X.

IRTF: Infrarouge à Transformée de Fourier.

MEB: Microscopie électronique à balayage.

WPCs: Wood plastics composites.

DP: Degré de polymérisation.

Wad : Travail d'adhésion.

AM : Anhydride maléique.

PP-g-MA : Anhydride maléique greffé sur le PP.

PE-g-MA : Anhydride maléique greffé sur le PE.

VTAS : Vinyltriacétoxy silane.

FB : Farine de bois.

m-TMI-g-PP : diméthylbenzylrique-isocyanate greffé sur le PP

m-TMI : Diméthylbenzylrique-isocyanate

DCP : Dicumylperoxide

PMPPIC : Poly [méthylène poly (phényl isocyanate

FL : Fibre de luffa.

CIG : Chromatographie en phase gazeuse inverse.

EBAGMA : Ethylène-butyl acrylate-glycidyl méthacrylate

GMA : Glycidyl méthacrylate

ATG : Analyse thermogravimétrique

IF : Indice de fluidité

MS : Matière sèche.

TH : Taux d'humidité.

MM : Matière minérale.

MG : Matière grasse.

MO : Matière organique.

NDF : Neutral detergent fiber.

ADF : Acid detergent fiber.

F0 : Formulation PP vierge.

F10N, F20N et F30N : Formulations des composites à 10, 20 et 30 % du taux de charge de la FGONT.

F10N, F20N et F30N : Formulations des composites à 10, 20 et 30 % du taux de charge de la FGONT.

F10S, F20S et F30S : Formulations des composites à 10, 20 et 30 % du taux de charge de la FGO traitée par le VTAS.

F10P, F20P et F30P : Formulations des composites à 10, 20 et 30 % du taux de charge de la FGONT+ 5% du PP-g-MA.

Liste des tableaux

<i>Tableau. 1 : propriétés du polypropylène.....</i>	<i>7</i>
<i>Tableau. 2 : Exemples de fibres végétales et leurs compositions.....</i>	<i>10</i>
<i>Tableau. 3: Propriétés de polypropylène 100-GA03.....</i>	<i>28</i>
<i>Tableau. 4 : Caractéristiques physico-chimique du vinyltriacétoxysilane.....</i>	<i>29</i>
<i>Tableau. 5 : Caractéristiques de l'anhydride maléique.....</i>	<i>30</i>
<i>Tableau. 6 : Caractéristiques du peroxyde de benzoyle.....</i>	<i>30</i>
<i>Tableau. 7 : Caractéristiques de xylène.....</i>	<i>31</i>
<i>Tableau. 8 : Caractéristiques de l'acétone.....</i>	<i>31</i>
<i>Tableau. 9 : Composition massique des différentes formulations.....</i>	<i>39</i>
<i>Tableau. 10 : Composition chimique de la farine de grignon d'olive.....</i>	<i>48</i>
<i>Tableau. 11 : Bande d'absorption des matériaux lignocellulosiques.....</i>	<i>50</i>
<i>Tableau. 12 : Taux de cristallinité des différents composites élaborés.....</i>	<i>71</i>
<i>Tableau. 13 : Comparaison du comportement thermique des différents composites.....</i>	<i>78</i>

Liste des schémas et figures

➤ Schémas

<i>Schéma.1 : Structure moléculaire du Polypropylène.....</i>	6
<i>Schéma.2 : Structure moléculaire de la cellulose.....</i>	9
<i>Schéma.3 : Structure moléculaire de l'hémicellulose.....</i>	9
<i>Schéma.4 : Structure moléculaire de la lignine.....</i>	10
<i>Schéma.5 : Mode d'action du m-TMI-g-PP sur la farine de bois.....</i>	17
<i>Schéma.6 : Mode d'action des différents agents compatibilisant sur la farine de bois : (a) : action du PP-g-MA, (b) : action du PMPPIC, (c) : action du PPG.....</i>	18
<i>Schéma.7 : Mode d'action des organosilane.....</i>	19
<i>Schéma.8 : Traitement des fibres de chanvre par le GMA.....</i>	25
<i>Schéma.9 : Réaction de greffage du PP sur le GMA.....</i>	26
<i>Schéma.10 : Structure moléculaire du vinyltriacétoxysilane.....</i>	29
<i>Schéma.11 : Structure moléculaire de l'anhydride maléique (AM).....</i>	30
<i>Schéma.12 : Structure moléculaire du peroxyde benzoyle.....</i>	30
<i>Schéma.13: Mode d'action du vinyltriacétoxysilane avec la FGO.....</i>	51
<i>Schéma.14: Mécanisme réactionnel de synthèse du PP-g-MA.....</i>	59
<i>Schéma.15: Mécanisme de dégradation thermique du PP.....</i>	63

➤ Figures

<i>Figure.1 : Domaine d'application des composites à fibres naturelle, Eckert (2000).....</i>	3
<i>Figure.2: Classification schématique des différents types de composite.....</i>	4
<i>Figure.3: Importance du polypropylène en terme de tonnage de Production mondiale..</i>	7
<i>Figure.4 : Origine du grignon d'olive.....</i>	13
<i>Figure.5 : Montage utilisé pour la synthèse de PP-g-MA.....</i>	37
<i>Figure.6 : Montage utilisé pour la modification de la FGO par les silanes.....</i>	38
<i>Figure.7 : Aspect des granulés composites après injection.....</i>	39
<i>Figure.8 : Machine du moulage par compression.....</i>	40
<i>Figure.9 : Forme des haltères élaborées.....</i>	40

Figure.10 : Duromètre Shore D.....	42
Figure.11 : Densimètre.....	42
Figure.12 : Appareillage de mesure de l'indice de fluidité.....	44
Figure.13 : Machine de traction.....	45
Figure.14 : Courbe de traction.....	46
Figure.15 : Caractérisation spectroscopique de la FGO.....	49
Figure.16 : Spectres de diffraction des Rayons X de la FGONT et de la FGOTS.....	52
Figure.17 : Photographie du test de mouillabilité.....	53
Figure.18 : Thermogrammes ATG de la FGONT et la FGOTS.....	54
Figure.19 : Thermogrammes DTG de la FGONT et la FGOTS.....	55
Figure.20 : Aspect du PP-g-MA synthétisé.....	55
Figure.21 : Spectres infrarouge de PP et PP-g-MA.....	56
Figure.22 : Spectres de diffraction des rayons X du PP et du PP-g-MA.....	60
Figure.23 : Thermogrammes TG de PP et PP-g-MA.....	61
Figure.24 : Thermogrammes DTG de PP et PP-g-MA.....	61
Figure.25 : Évolution de la dureté shore D des composites PP/FGO en fonction du taux de la FGO traitée et non traitée.....	64
Figure.26 : Évolution de la densité en fonction du taux de FGO traitée et non traitée.....	65
Figure.27 : Évolution du taux d'absorption d'eau en fonction du taux de la FGONT.....	66
Figure.28 : Effet du traitement chimique sur le taux d'absorption d'eau (Formulation F10).....	67
Figure.29 : Effet du traitement chimique sur le taux d'absorption d'eau (Formulation F20).....	67
Figure.30 : Effet du traitement chimique sur le taux d'absorption d'eau (Formulation F30).....	68
Figure.31 : Spectres de diffraction des rayons X du PP et des composites non traités.....	69
Figure.32 : Spectres de diffraction des rayons X du PP et des composites PP/FGONT et PP/FGOT obtenus avec 10 % de charge.....	69
Figure.33 : Spectres de diffraction des rayons X du PP et des composites PP/FGONT et PP/FGOT obtenus avec 20 % de charge.....	70
Figure.34 : Spectres de diffraction des rayons X du PP et des composites PP/FGONT et PP/FGOT obtenus avec 30 % de charge.....	70
Figure.35 : Effet du traitement chimique sur le taux de cristallinité des composites.....	71

Figure.36 : Évolution de l'indice de fluidité en fonction du taux de la FGO traitée et non traitée.....	72
Figure.37 : Microscopie en MEB des composites (F10N, F10S et F10P).....	73
Figure.38 : Évolution de résistance à la traction en fonction du taux de la farine de grignon d'olive traitée et non traitée.....	74
Figure.39 : Évolution de l'allongement à la rupture en fonction du taux de la farine de grignon d'olive traitée et non traitée.....	75
Figure.40 : Évolution du module d'Young en fonction du taux de la farine de grignon d'olive traitée et non traitée.....	76
Figure.41 : Évolution de la résistance aux chocs en fonction du taux de la FGO traitée et non traitée.....	77
Figure.42 : Thermogrammes ATG des composites non traités.....	80
Figure.43 : Thermogrammes DTG des composites non traités.....	80
Figure.44 : Thermogrammes ATG des composites PP/FGONT et PP/FGOT obtenus avec 10 % de charge.....	81
Figure.45 : Thermogrammes DTG des composites PP/FGONT et PP/FGOT obtenus avec 10 % de charge.....	82
Figure.46 : Thermogrammes ATG des composites PP/FGONT et PP/FGOT obtenus avec 20 % de charge.....	82
Figure.47 : Thermogrammes DTG des composites PP/FGONT et PP/FGOT obtenus avec 20 % de charge.....	83
Figure.48 : Thermogrammes ATG des composites PP/FGONT et PP/FGOT obtenus avec 30 % de charge.....	84
Figure.49 : Thermogrammes DTG des composites PP/FGONT et PP/FGOT obtenus avec 30 % de charge.....	84

INTRODUCTION GÉNÉRALE

INTRODUCTION

L'idée d'associer des matériaux aux caractéristiques complémentaires au sein d'un même solide, appelé composite, en vue de lui conférer un ensemble de propriétés originales n'est pas nouvelle, c'est ainsi que les végétaux et en particulier le bois, sont caractérisés par une structure composite. Ce n'est toutefois que depuis quelques décennies que les composites synthétiques sont utilisés de manière systématique là où les matériaux conventionnels ne répondent plus aux exigences de la technologie moderne [01].

La recherche de nouveaux matériaux occupe une place importante dans l'histoire de la technologie. Les industriels utilisent de plus en plus de matériaux composites à fibres renforçantes. En particulier, ils cherchent à concevoir, développer et caractériser de nouveaux matériaux destinés à être utilisés aussi bien dans des secteurs de haute technologie tels que l'aéronautique et le militaire que dans des domaines plus quotidiens comme l'automobile les loisirs et l'habitat. Les objectifs de recherche en matière de nouveaux matériaux sont : gain de performances, baisse du coût de fabrication des produits et sauvegarde ou même amélioration de la fiabilité des produits finis [02]. De plus, dans un souci de protection de l'environnement et de santé publique, les composites tendent à intégrer un caractère écologique (ex : matières recyclables ou biodégradables).

De ce fait, une attention considérable dans la communauté de chercheurs est portée sur l'utilisation des fibres naturelles comme renfort dans la conception des matériaux composites permettant d'associer un matériau résistant, léger, non abrasif, structuré et à faible coût [3,4]. Cependant, malgré tous ces avantages les fibres naturelles soulèvent un désagrément majeur lorsqu'on les associe avec les matières plastiques en particulier les polyoléfinés (telle que : polypropylène, polyéthylène, polystyrène...). En effet, la matière ligneuse possède une forte affinité avec l'eau (caractère hydrophile fort) ce qui crée une incompatibilité d'interface entre les matériaux lignocellulosiques et les thermoplastiques à caractère fortement hydrophobe. Cette incompatibilité interfaciale affecte la synergie entre les différents constituants du composite tout en sachant que l'interface est le lieu privilégié du transfert des contraintes entre le renfort et la matrice. A la base de cet inconvénient que beaucoup de travaux de recherche ont été menés pour tenter d'abaisser la tension superficielle entre les fibres végétales et les thermoplastiques [3,5].

Ce présent travail s'inscrit dans ce cadre. Il vise à valoriser un déchet agricole qui est le grignon d'olive, un sous produit des huileries. A cet effet, l'Algérie est l'un des pays producteur de l'huile d'olive, des quantités importantes de grignons d'olive servent à alimenter les chaudières, à chauffer les maisons ou carrément incinérés dans la nature en provoquant des désagréments majeurs pour l'environnement. C'est pour cette raison que le deuxième aspect a été entrepris dans l'objectif de mettre à profit ce déchet en élaborant un matériau composite à base de polypropylène chargé avec la farine de grignon d'olive.

Le problème majeur dans ce type de mélange est l'incompatibilité interfaciale entre le PP et la FGO. Pour pallier ce problème deux modes de traitement ont été entrepris : Le premier, est une modification de surface de la FGO par un organosilane (vinyltriacétoxysilane) et le deuxième traitement consiste d'abord à synthétiser le PP-g-MA puis l'utiliser comme agent compatibilisant dans les composites PP/FGO. Les échantillons obtenus par ces modes de traitement seront examinés par la diffraction aux rayons X (DRX) et l'analyse infrarouge à transformée de fourrier (IRTF).

Les matériaux composites ainsi élaborés seront de même caractérisés par diverses méthodes d'analyse à savoir, les tests mécaniques, thermiques, rhéologiques, morphologiques et physico-chimiques.

Pour mener à bien cette étude, ce mémoire sera subdivisé en trois chapitres :

Le premier chapitre fera l'objet d'une synthèse bibliographique sur les matériaux composites à fibres végétales.

Dans le deuxième chapitre, seront présentés les matériaux utilisés, les protocoles expérimentaux concernant la modification chimique, les différentes étapes conduisant à l'élaboration des matériaux composites qui ont servi pour cette étude et les principales techniques de caractérisation seront également décrites.

Enfin, le troisième chapitre sera consacré à la caractérisation thermomécanique des composites élaborés. Nous présenterons les résultats expérimentaux obtenus et discuterons les phénomènes observés.

Partie théorique

Chapitre I
Étude bibliographique

Chapitre I

Étude bibliographique

I-1 Généralités sur les matériaux composites

I-1-1 Historique

Le bois fut le premier matériau composite naturel utilisé, ensuite le “torchis“ a été utilisé en construction pour ses propriétés d'isolation et de coût. Parmi les premiers composites fabriqués par l'homme on trouve également les arcs Mongols (2000 ans avant J.C.). Leur âme en bois était contrecollée de tendon au dos et de corne sur sa face interne. Les sabres japonais traditionnels sont aussi un exemple de matériaux composites très ancien. Au début de 19^{ième} siècle, presque toutes les ressources de production étaient des matériaux à base de dérivées textiles naturels.

D'ailleurs, en 1823, **Charles Macintosh** créa l'imperméable avec du caoutchouc sur des tissus comme le coton, **François Hennebique** dépose le brevet du béton armé, en 1892 [06]. Les matériaux composites modernes ont pointé ‘le bout de leur nez’ dans les années 60, et ont maintenant envahi notre quotidien. En effet, les composites bois-plastique (WPCs) ont apparus en Italie en 1970, puis popularisés en Amérique du Nord au début des années 1990. Au début du 21^{ième} siècle, les WPCs s'étendent à l'Inde, Singapour, Malaisie, le Japon [07,08]. Le taux de croissance annuel de production des matériaux composites était d'environ 18 % en Amérique du Nord et 14 % en Europe. Les matériaux composites à base des fibres végétales sont largement utilisés dans divers domaines d'application (voir *figure. 1*) : Aéronautique, automobile, construction et ameublement [09, 10, 11].

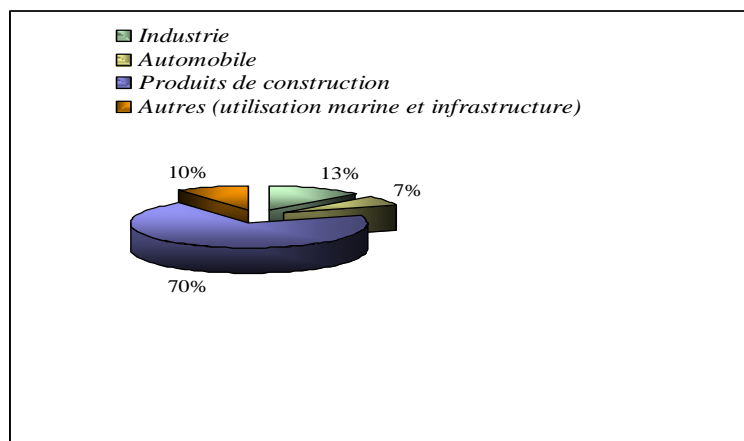


Figure. 1 : Domaines d'application des composites à fibres naturelles, Eckert (2000)

I-1-2 Définition et intérêt des composites

Les matériaux composites sont constitués d'un assemblage d'au moins deux phases non miscibles. La synergie entre ces phases distinctes peut donner des propriétés qu'individuellement chaque élément ne possède pas. Ces matériaux sont formés d'une matrice et d'un renfort. La matrice peut être constituée d'une matière métallique, céramique ou polymère (thermoplastique ou thermodurcissable). Le renfort assure la tenue mécanique de la matrice et peut se présenter sous forme de particules ou de fibres. Les matériaux composites peuvent apporter de nombreux avantages fonctionnels : légèreté, résistance mécanique et chimique, liberté de formes, meilleure résistance thermique et isolation électrique [12].

Il est possible de définir des classes de matériaux composites en se référant à leurs domaines d'application et par rapport à leurs performances mécaniques ou thermiques. Sont ainsi introduites les notions de matériaux composites de grande diffusion (GD) et de matériaux composites hautes performances (HP) [13].

Par ailleurs, en se référant à la nature du renforcement, les matériaux composites peuvent être divisés en trois types. La *figure. 2*, présente une classification schématique des matériaux composites. Nous y distinguons trois catégories principales : les composites renforcés par des particules, les composites renforcés par des fibres et les composites structuraux. Chacune de ces catégories se divise en au moins deux sous catégories [14]. Le type de composites que nous étudierons au cours de ce travail suit le chemin en lignes rouges sur la *figure. 2*

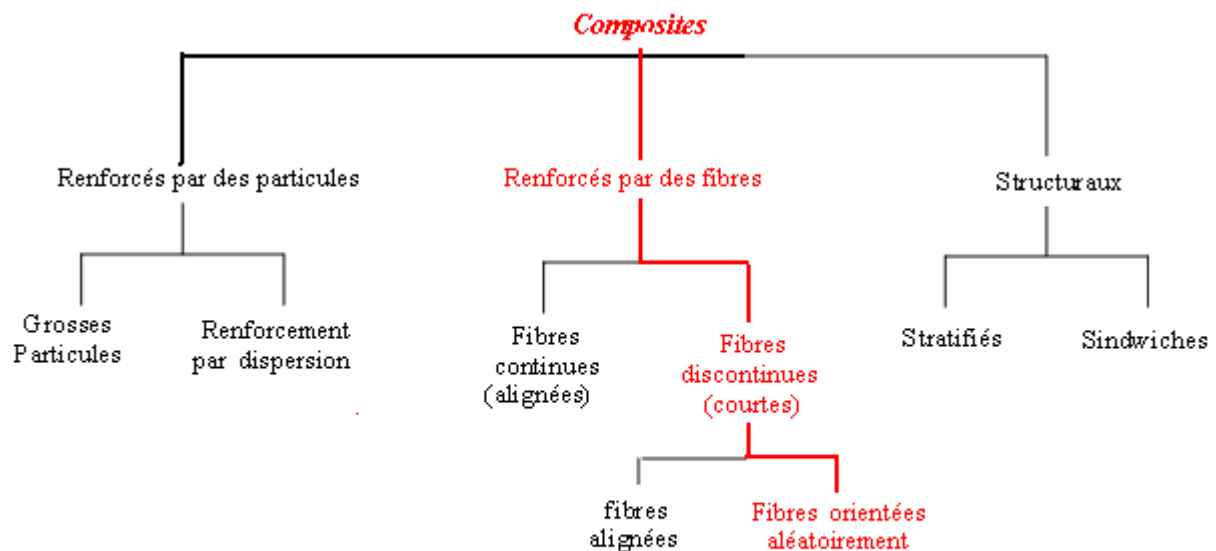


Figure 2 : Classification schématique des différents types de composites

I-1-3 Matrice

Les polymères synthétiques sont à la base des matériaux plastiques qui sont de plus en plus utilisés, et ce dans un nombre toujours croissant d'applications. Il existe une grande variété de polymères synthétiques et de nombreuses façons de les associer, chaque plastique répondant à des besoins spécifiques en terme de caractéristiques physiques, mécaniques ou même électriques.

Le principal avantage lié à l'emploi de tels matériaux réside dans leurs propriétés particulières. En effet, la matrice se caractérise par une déformabilité suffisante pour transmettre les sollicitations mécaniques vers le renfort tout en protégeant celui-ci des agressions chimiques externes. En outre, elle présente l'avantage d'être chimiquement réactive, ce qui permet l'établissement de liaisons fortes avec le renfort. Les plus grandes catégories de polymères les plus utilisées pour élaborer des composites WPC sont : les élastomères, les matériaux polymères réticulés dits thermodurcissables (époxy, polyuréthane, colles phénoliques) et les thermoplastiques qui contrairement aux précédents ont la capacité d'être moulés, mis en forme une fois leurs températures suffisamment élevées (PP, PE, PVC) [03,15].

a) Les élastomères

Les élastomères sont composés de macromolécules linéaires de grande souplesse, avec des liaisons sporadiques entre elles. Ces liaisons chimiques forcent les molécules à revenir immédiatement à leur configuration originale après une déformation et on dit qu'ils ont un comportement caoutchouteux [16].

Exemple : Polybutadiène...etc.

b) Les thermodurcissables

Les thermodurcissables sont des solides infusibles et insolubles qui forment un réseau tridimensionnel à partir des segments moléculaires liés entre eux par une densité élevée de liaisons covalentes. Les thermodurcissables sont mis en forme de façon irréversible par des réactions chimiques entre la résine et le durcisseur, ce dernier assure la création de liaisons pontales entre les différentes chaînes moléculaires du polymère. Vu leur faible viscosité avant durcissement, les thermodurcissables sont largement employés comme matrice dans les matériaux composites [17].

Exemples : Polyesters non saturés, Résine époxyde...etc.

c) Les thermoplastiques

Les thermoplastiques sont dérivés de monomères linéaires ou légèrement ramifiés qui forment le motif de base d'une chaîne où ils sont maintes fois répétés. Sous l'action de la chaleur, le thermoplastique se ramollit conduisant à l'apparition de mouvements à longue portée dans les chaînes moléculaires. Le thermoplastique peut alors être solidifié par refroidissement en prenant la forme souhaitée. Ce processus de ramollissement par excitation thermique et de durcissement par refroidissement peut être répété indéfiniment car, contrairement aux résines thermodurcissables, quasiment aucune modification chimique ne vient altérer les thermoplastiques. Il s'agit plutôt d'une modification de l'agencement intermoléculaire. Cette aptitude confère aux déchets thermoplastiques des propriétés de recyclage très intéressantes [03].

Exemple : Polystyrène, Polyamide, Polypropylène, Polyéthylène...etc.

d) Le polypropylène

Pour ce présent travail nous nous sommes intéressés à une matrice thermoplastique qui est le **Polypropylène**, du fait qu'il possède d'excellentes propriétés. Le polypropylène est largement utilisé dans diverses industries telles que l'automobile, construction, emballage alimentaire et même dans le domaine médical. La diversité d'application du polypropylène n'est pas du tout un hasard, mais elle résulte du fait, qu'il possède de très bonnes résistances chimiques, basse densité, un point de fusion relativement élevé. Le polypropylène représente de nos jours 22 % en masse dans la production mondiale des thermoplastiques [18,19].

La production industrielle du polypropylène s'effectue à partir du monomère de propylène en utilisant des catalyseurs type Ziegler-Natta produisant ainsi des polypropylènes à différentes structures, mais majoritairement le type iso-PP. La formule générale du polypropylène est donnée comme suit [20] :

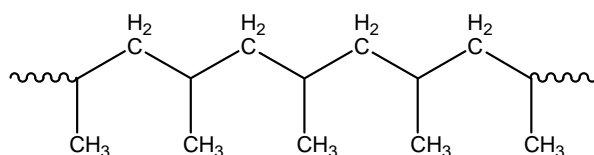


Schéma. 1 : Structure moléculaire du isopolypropylène

d-1) Propriétés générales du polypropylène

Les propriétés des polypropylènes, qu'ils soient des homopolymères ou des copolymères, dépendent de leur cristallinité, de leur masse moléculaire, de leur distribution moléculaire, dont certaines sont résumées sur le *tableau. 1* [21].

Tableau. 1 : Propriétés du polypropylène

Propriétés	Valeurs (Unité)
Masse volumique moyenne	0.905 (g/cm ³)
Indice de fluidité à chaud : 230 C°, 2.16Kg	2-3 (g/10min)
Le taux de cristallinité varie entre 60 et 70 %	60 et 70 (%)
Température de fusion	165-170 (°C)

d-2) Les avantages de polypropylène

Le polypropylène est l'un des plus importants des polymères commerciaux en raison de ses propriétés supérieures telle que la bonne résistance à la fissuration due aux contraintes mécaniques, et plus particulièrement aux contraintes de flexion, la faible densité, de bonnes propriétés mécaniques, y compris une excellente résistance aux chocs, tout en étant durs et ayant des surfaces très résistantes aux rayures. En outre, le polypropylène a de bonnes caractéristiques diélectriques [05].

Le polypropylène est chimiquement inerte et insoluble à la température ambiante. D'autres propriétés remarquables sont également offertes par le PP, la résistance à la putréfaction et à la moisissure, ainsi qu'une bonne résistance à la chaleur jusqu'à 116° C [17].

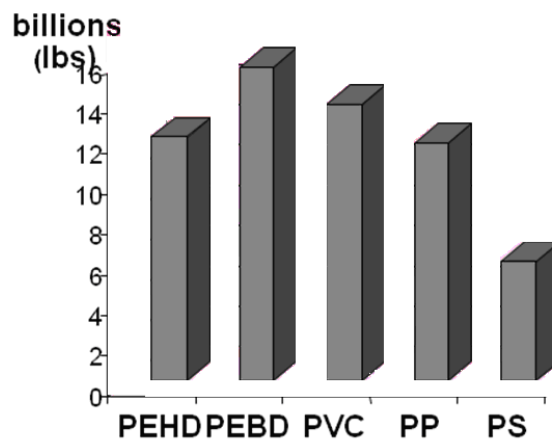


Figure. 3 : Importance du polypropylène en terme de tonnage de Production mondiale

d-3) Domaines d'application du Polypropylène

Vu les caractéristiques du polypropylène, il se trouve utilisé dans des domaines d'application très variés : l'industrie automobile, l'électroménager, récipients pour margarine, meubles de jardin, emballages pour gâteaux, fibres pour certains tapis de sol, classeurs, valisettes, boîtes de stockage, conduits d'aération et pare-chocs [21].

I-1-4 Renfort

Le renfort représente la phase discontinue d'un matériau composite il contribue à améliorer la résistance mécanique de ce dernier et peut se présenter sous forme de particules ou de fibres. Comme les fibres de verre, de carbone, ainsi que les fibres végétales (lin, coton, farine de bois, jute, chanvre, grignon d'olive... etc.) [15, 12, 22]. Dans cette présente étude, nous nous sommes focalisés sur les renforts végétaux.

I-1-4-1 Fibres végétales

Les fibres naturelles sont des structures biologiques principalement composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine. Dans une proportion beaucoup plus faible elles contiennent aussi des extractibles, des protéines et certains composés inorganiques. Il existe différentes classifications de ces fibres. Les fibres 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.

Chaque fibre se présente sous la forme d'un composite où les microfibrilles de la cellulose sont réunies entre elles par une matrice « lignine » constituée d'hémicelluloses comme étant un agent de couplage et de pectines [14, 03].

La proportion d'holocellulose (cellulose, hémicelluloses) et de lignine varie beaucoup selon les fibres naturelles (jute, bois, sisal, kéraf, etc.) [03].

a) La cellulose

La cellulose est le biopolymère le plus abondamment synthétisé par le règne végétal sur la planète. Ce polysaccharide pariétal représente 40% de toute la matière organique terrestre. Sa structure moléculaire, largement étudiée, permet son organisation supramoléculaire, basée sur la formation de liaisons hydrogène en grand nombre. Cette organisation supramoléculaire définit des zones cristallines et des zones amorphes dans l'assemblage, en proportions variables selon l'origine et le traitement imposé à la matière première. Elle permet néanmoins de considérer la cellulose comme un biopolymère semi-cristallin. La cellulose est constituée par un enchaînement de cycles gluçopyranose avec une liaison glycosidique du type β 1-4 (*Schéma.2*). Le degré de polymérisation (DP), varie selon l'espèce végétale. Il est par exemple de 10000 pour le coton, de 9000 pour le chanvre, le lin et le ramie. Cependant, la température de transition vitreuse de la cellulose amorphe, qui se situerait au-delà de 200°C, ne peut être évaluée avec précision car la cellulose se dégrade thermiquement à partir de

180°C. La température de fusion des zones cristallines n'est pas accessible car elle est située au-delà de la température de dégradation [03, 14, 23].

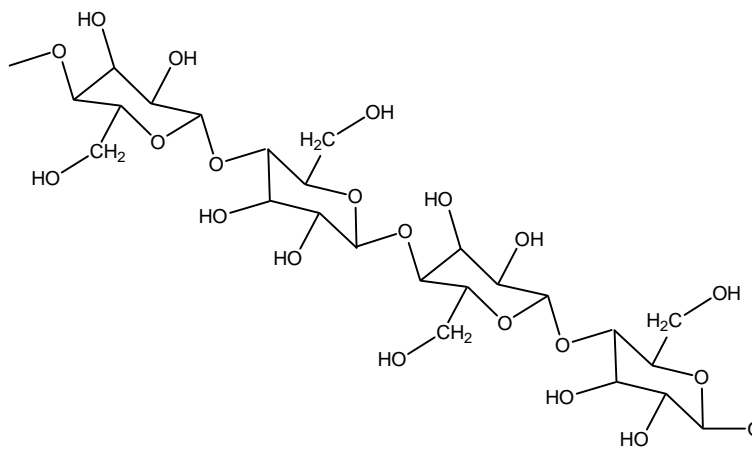


Schéma. 2 : Structure moléculaire de la cellulose.

b) Les hémicelluloses

Les hémicelluloses qui sont également des polysaccharides, mais ramifiés et contenant des unités saccharidiques de structures moléculaires diverses. Les hémicelluloses sont par définition les polysaccharides solubles dans l'eau et pouvant être extrait de la paroi des cellules végétales par des solutions alcalines. Ce sont des polysaccharides amorphes, de masse moléculaire plus faible que celle de la cellulose. Elles sont composées de sucres neutres : xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose, et d'acides uroniques. Dans leur état naturel, elles ont un degré de polymérisation compris entre 200 et 300 et leur structure dépend de l'espèce végétale, la structure de l'hémicellulose est représentée sur le schéma.3 [14].

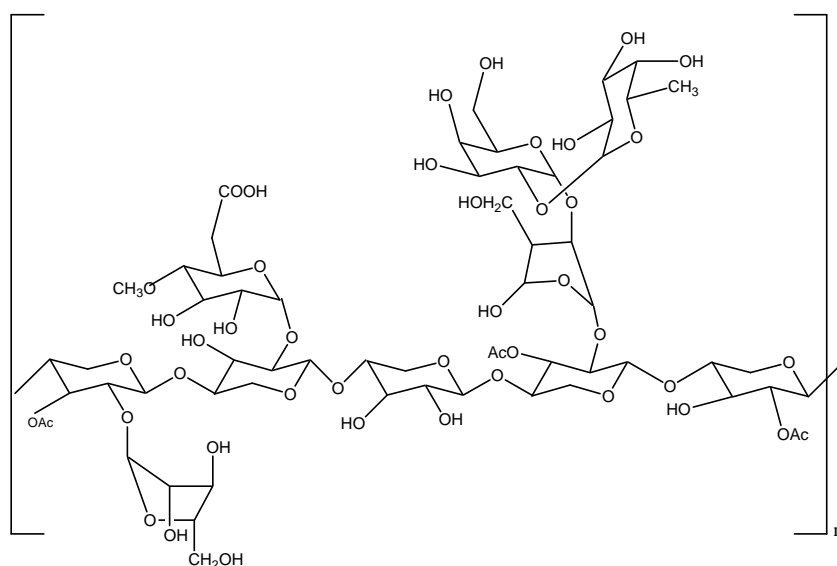


Schéma. 3 : Structure moléculaire de l'hémicellulose.

c) Les lignines

La lignine est après la cellulose, la matière organique renouvelable la plus abondante sur la surface de la terre. Les lignines sont des polymères tridimensionnels provenant de la polymérisation radicalaire de trois alcools phénylpropéniques dont la structure dépendant de l'espèce végétale est indiquée sur le *schéma.4*: l'alcool coumarylique, l'alcool coniferylique et l'alcool sinapylique. La structure moléculaire de la lignine est représentée sur le *schéma.4*.

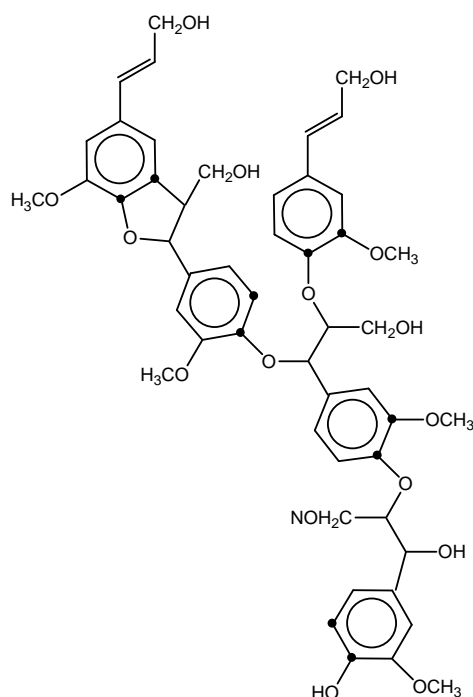


Schéma. 4 : Structure moléculaire de la lignine.

I-1-4-2 Quelques exemples de fibres végétales et leurs compositions

La proportion d'holocellulose (cellulose, hémicellulose) et de lignine varie beaucoup selon les fibres naturelles (jute, bois, sisal, kenaf, etc.). A titre d'exemples, le *tableau. 2* résume quelques exemples de fibres végétales et leurs compositions [14].

Tableau. 2 : Exemples de fibres végétales et leurs compositions

<i>Fibre végétale</i>	<i>Composition (%)</i>	<i>Domaine d'application</i>
Coton	Cellulose : 92.7 Hémicellulose : 5.7 Pectine : 0 Lignine : 0 Hydrosolubles : 1.0 Cire : 0.6	Textile

<i>Jute</i>	Cellulose : 64.4 Hémicellulose : 12.0 Pectine : 0.2 Lignine : 11.8 Hydrosolubles : 1.1 Cire : 0.5	tapis, sac, enrubannage
<i>Lin</i>	Cellulose : 62,1 Hémicelluloses : 16,7 Pectines : 1,8 Lignines : 2,0 Hydrosolubles : 3,9 Cires : 1,5	Textile (serviettes)
<i>Chanvre</i>	Cellulose : 67,0 Hémicelluloses : 16,1 Pectines : 0,8 Lignines : 3,3 Hydrosolubles : 2,1 Cires : 0,7	Cordage
<i>Ramie</i>	Cellulose : 68,8 Hémicelluloses : 13,1 Pectines : 1,9 Lignines : 0,6 Hydrosolubles : 5,5 Cires : 0,3	Textile (en mélange avec du coton ou du polyester)

I-1-4-3 Enjeux de l'utilisation des fibres naturelles

D'une manière générale, l'utilisation de fibres naturelles comme renforts de matériaux composites se justifie pour :

- ✓ valoriser une ressource locale dans des pays industrialisés ou peu industrialisés, les composites à fibres naturelles ouvrent de nouveaux débouchés aux produits agricoles.
- ✓ développer des matériaux et des technologies prenant en compte l'impact sur l'environnement. Les fibres naturelles sont produites et se recyclent naturellement sur terre depuis des millions d'années (matériaux biodégradables et renouvelables par culture).

Le choix des fibres provenant d'un milieu naturel et présentant des performances mécaniques intéressantes est guidé par :

- ✓ leur origine et leur fonction.
- ✓ leur disponibilité : une fibre naturelle est considérée comme disponible si le volume de fibres présent sur le marché est suffisant pour réaliser des pièces industrielles. Sa production est liée aux débouchés.

- ✓ leur composition et leur structure souvent complexes. Bien que les matériaux composites soient souvent présentés comme originaux et innovants, le milieu naturel en offre déjà un large panel, que ce soit dans le monde végétal ou dans le monde animal. Une multitude de matériaux naturels, les uns rigides mais légers, comme les coquilles de noix, et les autres souples mais résistants, comme le bois, doivent leurs propriétés mécaniques à leur structure composite [14].

I-1-4-4 Grignon d'olive

L'extraction de l'huile d'olive représente l'une des plus importantes activités agricoles de la région méditerranéenne. A cet effet, la production mondiale a été estimée entre 98-99%, voir 2.7 million de tonne/an d'huile d'olive. L'Italie, l'Espagne, la Grèce, le Portugal représentent 75% de la production mondiale d'huile d'olive dont 6.8 million de tonnes/an sont attribuées aux grignons d'olive. La production de l'huile d'olive génère des sous produits (eaux résiduaires, grignon d'olive...etc.) qui sont néfastes pour l'environnement. À titre d'exemple pour une tonne d'huile d'olive produite 750 kg de grignons d'olive sont générés [24, 25, 26, 27, 28].

Diverses méthodes de traitement sont utilisées pour tenter de diminuer l'impact des déchets d'olive sur l'environnement, plusieurs travaux de recherche sont axés sur l'extraction de l'hémicellulose (plus particulièrement les xylanes) pour être exploité par la suite dans le domaine pharmaceutique (produit cosmétique et autres), d'autre travaux sur l'extraction de lignine pour l'incorporer dans des polymères en raison de sa haute résistance thermique [29,30]. Mais, peu de travaux de recherche ont été réalisés dans le domaine de la valorisation du grignon d'olive comme charge végétale dans les matériaux composites.

Etant donnée que l'Algérie est l'un de ces pays producteurs de l'huile d'olive, 200.000 tonnes de grignon d'olive sont rejetées dans la nature ou carrément incinérées en provoquant des désagréments majeurs pour l'environnement [30]. C'est pour cette raison, que nous envisageons dans ce présent travail à valoriser ce déchet d'olive en l'incorporant dans une matrice thermoplastique (polypropylène) comme charge.



Figure. 4 : Origine du grignon d'olive

I-1-5 Adhésion des WPC

La surface conditionne fortement les possibilités de liens chimiques ou mécaniques représentant l'adhésion à l'interface entre deux matériaux. Cette interface prend différentes formes et conduit au concept d'interphase. L'interphase est une zone entre les deux adhérents, dans laquelle il existe un gradient de concentration des deux composants.

Les mécanismes de liaison font appel à des considérations théoriques complexes. La théorie des liaisons chimiques propose plusieurs types de liens intermoléculaires plus ou moins forts (lien Van der Waals, lien hydrogène ou lien acide-base). La morphologie de l'interphase joue, quant à elle, un rôle prépondérant en ce qui concerne l'adhésion mécanique. La théorie de l'adhésion fait aussi appel à la notion d'énergie de surface et au phénomène de mouillage.

L'interaction entre deux constituants d'un composite peut se décrire par le travail d'adhésion. Le travail d'adhésion (W_{ad}) correspond à la somme des énergies superficielles des deux composants diminué de l'énergie interfaciale. Cette grandeur représente le gain d'énergie obtenu par le recouvrement d'un composant par l'autre et est donnée par la relation de Young-Dupré. Elle dépend de l'angle de contact θ établi entre les deux constituants et de l'énergie libre γ_m appelée tension de surface [03].

$$W_{ad} = \gamma_m (1 + \cos \theta)$$

I-1-6 Modification de l'interface

Le caractère hydrophile des fibres naturelles est issu de la lignocellulose qui renferment beaucoup de groupements hydroxyles polaires. Ces fibres sont donc intrinsèquement incompatibles avec les thermoplastiques à caractère hydrophobe, comme les polyoléfines. Les principales limites d'utilisation de ces fibres, comme renfort dans de telles matrices conduit à une faible adhésion interfaciale fibres-matrice, et la difficulté de mélange est principalement due à la faible mouillabilité des fibres avec la matrice cela conduirait à des composites de faible interface. [04, 31, 32, 33].

Selon la littérature, beaucoup de tentatives ont été réalisées dans la modification de la caractéristique interfaciale fibre-matrice, en raison d'incompatibilité entre les deux phases, ces diverses méthodes de modification sont subdivisées en deux catégories :

- ✓ Méthodes de modification physiques
- ✓ Méthodes de modification chimiques

Ces traitements chimiques et physiques permettent d'avoir une grande amélioration de la stabilité dimensionnelle du bois mais ils présentent aussi un impact important sur d'autres propriétés telles que les propriétés mécaniques et les propriétés de mouillabilité. [34,31]

I-1-6-a Méthodes physiques

Parmi ces méthodes, on peut citer l'effet des additifs, comme les plastifiants qui sont utilisés dans les composites à base de bois. Ces produits agissent sur des propriétés spécifiques qui entraînent des modifications de surface [35].

On peut également citer les traitements par décharge électrique (corona, plasmas froids) qui sont très efficaces sur les polymères non actifs comme les polyoléfines, ainsi que les radiations lumineuses (α , γ et β) [36].

I-1-6-b Méthodes chimiques

Diverses techniques de modification de surface, comme les réactions de silanisation, alkylation, cyano éthylation, acétylation, éthérification, estérification,...etc. ont été rapportées pour améliorer l'affinité entre les fibres naturelles et les plastiques en facilitant la dispersion des fibres naturelles dans la matrice polymère et induire la formation de liaison entre la fibre naturelle et la matrice [37].

Ces modifications chimiques font appel aux agents d'interface. En effet, l'interface joue un rôle prépondérant dans la tenue du composite lorsqu'il est soumis à des contraintes. L'agent d'interface assure la compatibilité renfort/matrice en transmettant les contraintes de part et d'autre de l'interface, sans déplacement relatif. Plusieurs rôles essentiels sont attribués aux interfaces pour un bon comportement du composite :

- assurer la continuité physique d'un constituant à l'autre à travers tous les matériaux, en empêchant, par exemple la formation de porosité.
- transmettre les efforts. En effet, la matrice répartit et transmet les efforts aux fibres par l'intermédiaire des interfaces [38].

A titre d'exemple de modification chimique de surface on peut citer :

I-1-6-b-1 Traitement aux anhydrides

Plusieurs travaux de recherche ont été réalisés pour ce type de traitement chimique en utilisant divers types d'anhydrides (tels que : l'anhydride maléique, l'anhydride acétique, l'anhydride propionique...etc.) dont le but de diminuer l'hydrophilie des charges végétales.

C. Panayiotou et al, ont réalisé une étude de modification chimique en utilisant l'anhydride acétique et l'anhydride propionique sur différentes charges végétales à savoir la farine de bois, le chanvre, le lin. L'effet de la réaction d'estérification entre les groupements acétyles, propionyles et les groupements hydroxyles des fibres a été examiné par l'analyse infrarouge à transformée de fourrier (IRTF) pour confirmer l'existence des groupements ester sur la structure moléculaire des fibres. La diffraction aux rayons X et la microscopie électronique à balayage (MEB) ont été employées pour caractériser la cristallinité et la morphologie des fibres traitées et non traitées.

Il a été montré que la surface des fibres traitées est devenue plus lisse après le traitement, ce qui a été attribué à l'élimination des cires. Aussi, ils ont rapporté que le taux de cristallinité des fibres a légèrement diminué après ce traitement, ce qui est dû à l'augmentation de la proportion de la phase amorphe. La réaction d'estérification a apportée des changements considérables dans toutes les interactions entre la farine de bois et d'autres substances ayant pour résultat une diminution considérable de l'absorption de l'eau, qui est l'objectif principal de cette modification [39].

Dans le même axe de modification chimique, c'est-à-dire ce traitement chimique se basant sur des réactions d'estérification, **H.D. Rozman et al**, ont étudié l'effet de modification chimique d'une fibre végétale (farine du grain de datte) par l'anhydride maléique sur les

propriétés des composites PP/farine des graines de datte, une fois que la fibre végétale a été modifiée par l'AM, une autre modification d'interface mais cette fois-ci elle est réalisée sur la matrice thermoplastique de polypropylène lors de l'élaboration des composites dans une extrudeuse à double vis en utilisant le dicumyle de peroxyde comme amorceur de la réaction radicalaire. Cette modification est examinée par l'analyse infrarouge à transformée de fourrier (IRTF) qui confirme que la réaction d'estérification a eu lieu et cela est justifié par la présence de bandes d'absorption caractéristiques des groupements carbonyles (1730 cm^{-1}), une autre bande d'absorption est localisée aux alentours de 1630 cm^{-1} qui sont attribuée aux doubles liaisons présents sur l'AM greffé. L'intensité de cette bande a légèrement diminué dans le cas des composites comparée à la farine traitée, cette diminution confirme également que la réaction radicalaire de la fibre traitée avec le polymère s'est produite [40].

I-1-6-b-2 Traitement chimique en utilisant les agents compatibilisants

Un agent compatibilisant a pour rôle d'améliorer l'adhésion interfaciale fibre-matrice et d'améliorer ainsi la dispersion de la fibre dans la matrice polymère. Il contient généralement deux groupements antagonistes, la partie polaire peut s'interagir avec les hydroxyles de la fibre cellulosique, par contre la deuxième partie possède une certaine affinité avec la matrice à caractère hydrophobe. De nombreux travaux de recherches ont été établis en utilisant ce type d'agent de couplage, parmi ces travaux nous vous proposons l'exemple de ***Han-Seung Yang et al.*** L'objectif principal de leur recherche était d'étudier l'effet des agents compatibilisants (PP-g-MA, PE-g-MA) sur les propriétés thermiques des composites PP/FB et PEBDL/FB. Ils ont rapporté que l'addition de ces agents de couplage améliore la stabilité thermique des composites. De plus, ils ont également constaté que les meilleurs résultats ont été obtenus pour des composites ayant une fraction de 5% de PP-g-MA [41].

Le PP-g-MA est l'un des agents compatibilisants les plus utilisés dans le domaine des composites du fait qu'il offre de très bons résultats d'adhésion interfaciale entre les fibres végétales et les matrices thermoplastiques. Néanmoins, d'autres agents compatibilisants ont été utilisés dont l'objectif est d'atteindre les mêmes performances que le PP-g-MA, voir mieux. C'est dans cette optique que nous vous proposons un exemple de travail de recherche réalisé par ***Ajay Karmarkar et al.***, qui ont étudié l'effet d'un dérivé isocyanate comme agent compatibilisant (m-TMI-g-PP) sur les propriétés des composites PP/farine de bois. L'agent compatibilisant a été synthétisé dans une extrudeuse à double vis en utilisant le

diméthylbenzylrique-isocyanate (m-TMI) et le dicumylperoxyde (DCP) comme amorceur de la réaction radicalaire.

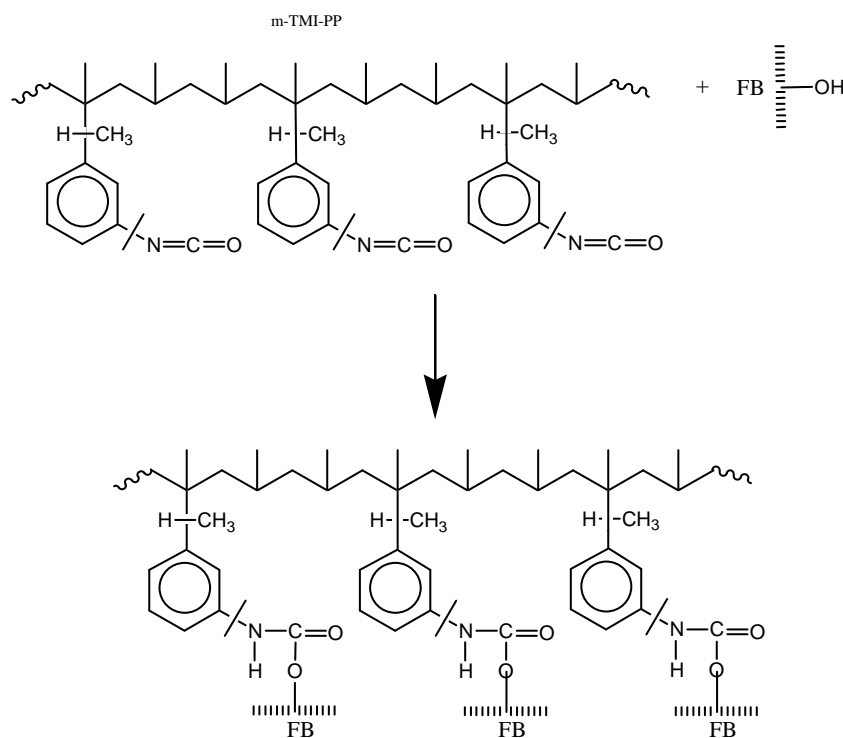


Schéma.5 : Mode d'action du m-TMI-g-PP sur la farine de bois.

L'analyse IRTF a été employée pour mettre en évidence la réaction de greffage et la réaction des groupements isocyanate avec la farine de bois. En effet, le spectre IR de l'agent compatibilisant (m-TMI-g-PP) montre que la réaction de greffage a bien eu lieu, ceci peut être expliqué par la diminution de l'intensité des bandes d'absorption qui apparaît à 1698 cm^{-1} caractéristique aux doubles liaisons (N=C) comparée au spectre du diméthylbenzylrique-isocyanate (m-TMI). L'addition de l'agent compatibilisant a amélioré des propriétés mécaniques des composites. A cet effet, ils ont constaté que les résistances à la traction et de flexion ont augmenté de 45 % et de 85 % respectivement [42]. Toujours dans le même axe de recherche que *Sabu Thomas et al*, ont entrepris une étude de vieillissement naturel des composites PP/ fibre de sisal en se référant particulièrement à l'influence des conditions de vieillissement avec l'eau et le rayonnement UV. La modification des fibres de sisal a été étudiée en utilisant trois différents agents compatibilisants (*poly[méthylène poly (phényl isocyanate)] (PMPPIC), le PPG et le PP-g-MA*). Mais bien avant l'élaboration des composites les fibres de sisal ont été traitées avec de la soude pour faciliter l'accessibilité des agents de couplage aux hydroxydes de la cellulose. En effet, le traitement chimique par l'hydroxyde de sodium permet d'éliminer les cires et quelques fractions de lignine et de

l'hémicellulose permettant ainsi aux agents de couplage de réagir avec les hydroxyles de la cellulose mais ceci ne peut pas exclure la possibilité de réaction avec la lignine et l'hémicellulose. Le mode d'action des agents de couplage est schématisé comme suit (Schéma. 6) [43] :

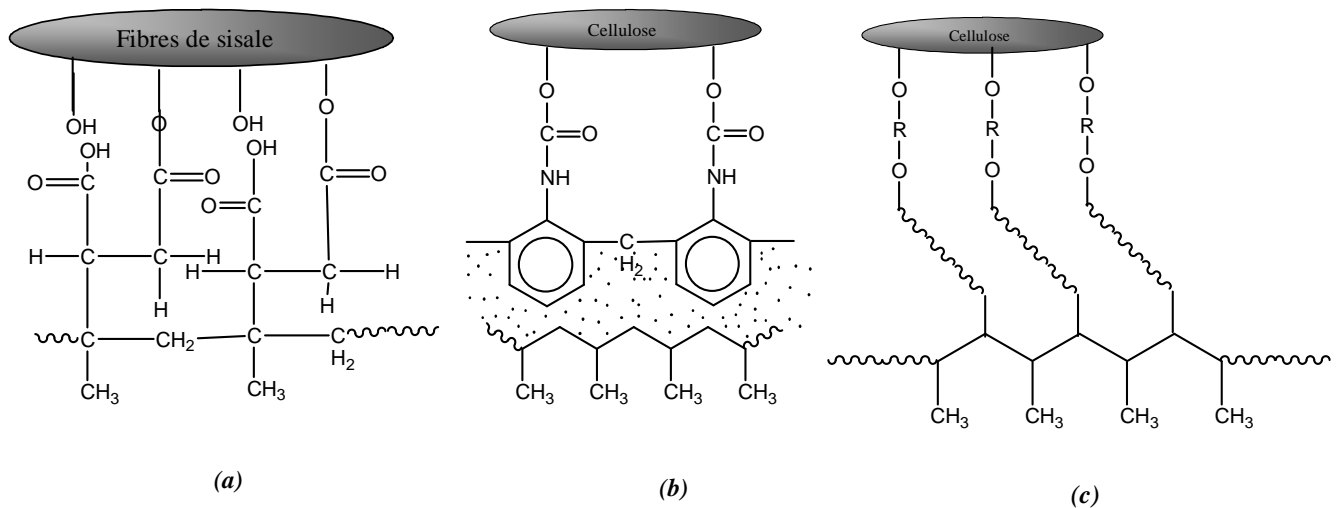


Schéma. 6 : Mode d'action des différents agents compatibilisants sur la farine de bois :
 (a) : action du **PP-g-MA**, (b) : action du **PMPPIC**, (c) : action du **PPG**.

I-1-6-b-3 Traitement chimique par les silanes

H. Demir et al., ont réalisé une étude sur l'effet de la modification chimique des fibres de luffa sur les propriétés des composites PP/FL. En vue d'améliorer les interactions interfaciales entre les FLs et le PP, trois différents types d'agents de couplage ont été employés ((3-aminopropyl)-triéthoxysilane (AS), 3-(triméthoxysilyl)-1-propanéthiol (MS), et le PP-g-MA. Les propriétés de traction des composites ont été déterminées en fonction du taux de charge de la fibre. Le traitement chimique influe d'une manière significative sur les propriétés des composites où la résistance à la traction et le module d'Young augmentent dans le cas des composites traités comparés à ceux non traités. Le traitement chimique a été accompagné d'une diminution de l'absorption d'eau, ce qui confirme l'amélioration des interfaces FL-PP. Les meilleurs résultats des propriétés mécaniques ont été obtenus pour les composites traités avec le MS [44].

M. Abdelmouleh et al., ont étudié l'effet de l'agent de couplage de silane et du taux de la fibre végétale sur les propriétés des composites PE/fibre végétale.

La surface des fibres naturelles a été modifiée en utilisant un agent modifiant de silane afin de faciliter l'adhésion avec la matrice thermoplastique. La principale composante des fibres naturelles est la cellulose, contenant de nombreux groupements hydroxyles qui sont fortement hydrophiles. L'utilisation d'un agent modifiant de silane, améliore sensiblement les propriétés mécaniques du composite. Tout d'abord, les silanes sont hydrolysés en silanols dans une solution méthanol/eau. Ensuite, Les silanols formés lors de la première étape réagissent avec des groupements hydroxyle sur la surface des fibres naturelles. Cette réaction sert à créer des liaisons covalentes ou d'hydrogène entre les fibres naturelles et le groupement silanol (C-O-Si). Les autres groupements de silanol sont capables de former des ponts hydrogène ou de condensation même avec un autre silanol voisin (Si-O-Si). Enfin, la partie hydrophobe du silane sur la surface de fibre pourrait chimiquement s'interagir par le biais de liaison de type Van Der Waals avec la matrice. La liaison chimique ainsi créée à l'interface fibre-matrice a une importance critique pour les matériaux composites [45].

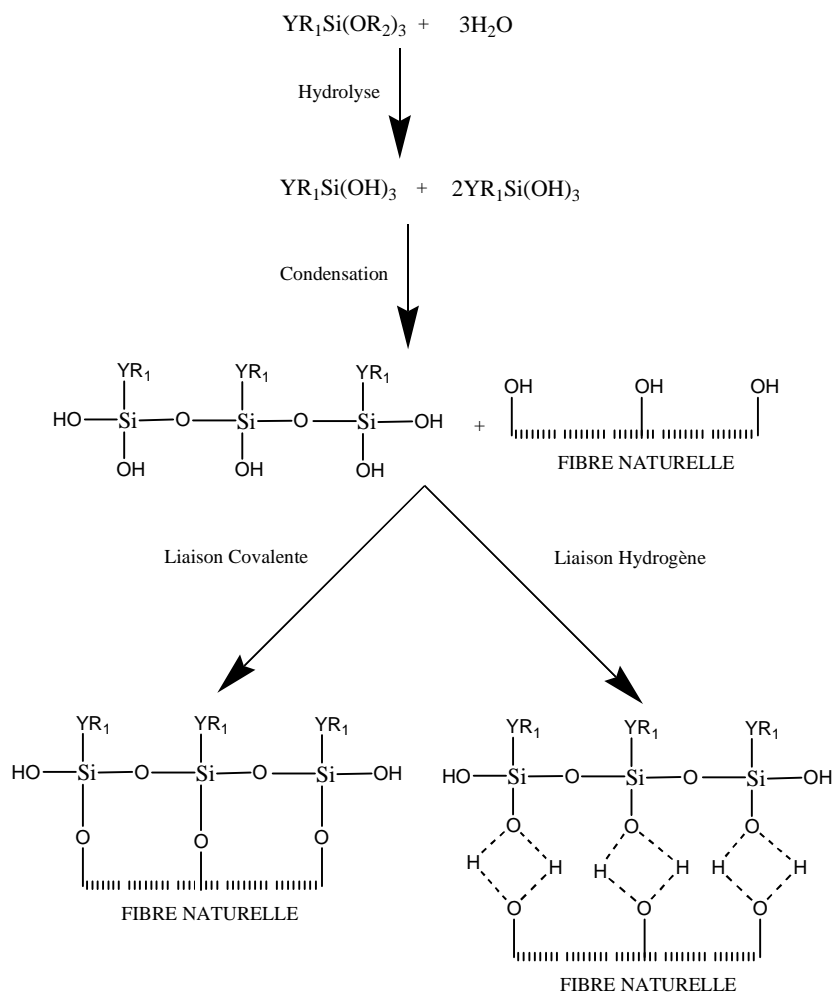


Schéma. 7 : Mode d'action des organosilanes.

I-2 Rappels bibliographiques sur les composites à base de polypropylène

Les composites renforcés par les fibres naturelles ont reçu une attention considérable dans la communauté de chercheurs. La production des matériaux à base de fibres naturelles pour remplacer les produits à base de pétrole n'est pas une meilleure solution économique. Une solution la plus viable serait de combiner le pétrole et les bio-ressources pour développer un bon rapport coût-efficacité des produits avec des applications diverses. La demande des composites renforcés par les fibres naturelles a été étendue à tous les domaines.

Le caractère hydrophile des fibres naturelles est issu de la lignocellulose qui renferment beaucoup de groupements hydroxyles polaires. Ces fibres sont donc intrinsèquement incompatibles avec les thermoplastiques à caractère hydrophobe, comme les polyoléfines. Les principales limites d'utilisation de ces fibres comme renfort dans de telles matrices conduit à une faible adhésion interfaciale fibre-matrice, et la difficulté de mélange est principalement due à la faible mouillabilité des fibres avec la matrice. Cela conduirait à des composites à faible interface [04]. C'est dans ce contexte que beaucoup de travaux de recherche ont été mené pour tenter de diminuer l'hydrophilie des charges naturelles, et par conséquent une diminution d'affinité vis-à-vis de l'eau et l'augmentation de la compatibilité avec les polymères hydrophobes. On peut citer ceux de:

A.K.Beldzki et al, ont étudié les composites en polypropylène renforcés par les fibres d'abaca et les comparer avec les composites PP/fibre de jute et PP/fibre de lin. Ils ont utilisé différents taux de charge (20, 30, 40, 50 % en poids). Après examen des propriétés mécaniques des différents composites élaborés, pour un taux de charge inférieure à 40 % la résistance de traction et de flexion augmentent. Au de là de ce taux l'effet inverse a été constaté. Les essais de choc ont été également effectués et la même tendance a été observée.

Après incorporation d'un agent de couplage (PP-g-MA) aux différents composites, les résistances à la traction et de flexion augmentent de 30 % à 80% pour les différents taux de charge et cela est dû à une amélioration de l'adhésion interfaciale entre les différentes fibres et la matrice PP. Ils ont constaté aussi que les composites PP/fibre de jute fournissent de meilleurs résultats en terme de résistance à la traction et de flexion, par contre le composite

PP/fibre d'abaca a révélé de meilleures résistances au choc comparé aux composites PP/jute et PP/lin [46].

Sonia M.B. Nachtigall et al, leur étude consiste à évaluer la possibilité d'utiliser le polypropylène fonctionnalisé par le vinyltriéthoxysilane comme agent de couplage en vu de préparer des composites PP/FB, et faire par la suite une étude comparative avec ceux obtenus par un agent de couplage usuel qui est le PP-g-MA. Les deux agents de couplage ont été élaborés en utilisant la même concentration de silane et l'anhydride maléique, en présence de peroxyde d'hydrogène (DCP). La détermination du degré de fonctionnalisation a indiqué que le silane montre une plus forte réactivité avec le polymère. Ils ont aussi observé que les deux agents de couplage améliorent les propriétés des composites. Cependant, les composites issus du PP modifié avec le silane donne de meilleures résistances à la traction, de faibles absorptions d'eau et une morphologie beaucoup plus homogène que les composites préparés avec PP modifié par l'anhydride maléique. Les profils de dégradation thermique des deux composites étaient similaires, suivi d'une augmentation de la stabilité thermique de 50 °C comparée aux composites non traités [47].

Bela Pukanszky et al, ont étudié l'effet de l'agent compatibilisant sur les différentes propriétés des composites à base de polypropylène chargé avec de la farine de bois. A cet effet, ils ont utilisé le PP-g-MA à différents poids moléculaires, un taux de charge de la farine variant de 0 à 70 % en poids et un rapport PP-g-MA/FB d'environ 0-0,25. Après examen de différentes analyses effectuées, ils ont pu conclure que les phénomènes structuraux les plus importants, déterminants les propriétés des composites sont l'orientation anisotrope des particules de la FB et leurs agrégations. Ils affirment aussi que l'efficacité de l'agent compatibilisant est optimale aux environs de 0.05 à 0.1 (PP-g-MA/FB). De plus, l'ajout du PP-g-MA dont le poids moléculaire élevé est plus avantageux dans l'amélioration de la résistance des composites (contrainte de déformation très importante), parce qu'il peut former un plus grand nombre d'enchevêtrements par molécule que le PP-g-MA à faible poids moléculaire. L'agent compatibilisant à faible poids moléculaire diminue la viscosité et améliore considérablement la processabilité [48].

Wulin Qiu et al, ont étudié l'influence du poids moléculaire du polypropylène sur les propriétés des composites PP/fibre lignocellulosique. Afin d'abaisser la tension superficielle entre le PP et la fibre lignocellulosique ils ont utilisé le PP-g-MA comme agent de couplage.

Différentes propriétés d'analyse ont été étudiées à savoir, les propriétés mécaniques, les propriétés dynamiques mécaniques, le comportement rhéologique ainsi que l'effet du taux de cristallinité des composites, les propriétés thermo-oxydative, l'absorption d'eau et la morphologie des composites. L'ensemble de ces résultats d'analyse confirment que le polypropylène à haut poids moléculaire a un effet positif et significatif sur l'adhésion interfaciale entre le PP et la fibre. Ils ont attribué cet effet à l'augmentation de l'enchevêtrement entre le PP et le PP-g-MA ce qui favorise leurs interactions et par conséquent, améliorer l'adhésion interfaciale [49].

Zita Dominkovics et al, leur étude a été focalisée sur la modification de surface de la farine de bois et l'effet qu'elle peut y avoir sur le comportement des composites PP/FB. A cet effet, la farine de bois a été modifiée par benzylation dans une solution sodique à 20 % en poids. Cette modification a été caractérisée par une mesure du poids des échantillons, la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF), la diffraction au rayon X (DRX) et la tension superficielle déterminée par la chromatographie en phase gazeuse inverse (CIG). Par le biais de ces différentes analyses, ils ont constaté que cette modification réduit fortement la tension superficielle de la FB ce qui a mené aux changements cruciaux de toutes les interactions entre la farine de bois et la matrice (PP), et que toutes les propriétés mécaniques mesurées des composites ont légèrement diminué avec l'augmentation du degré de modification. Ils ont apporté également que cette modification chimique améliore la processabilité et l'aspect extérieur des composites et diminue considérablement l'absorption d'eau de ces derniers [50].

Herrera-Franco et al, ont étudié des composites à base de polyéthylène haute densité (PEHD) renforcés par des fibres de chanvre. Pour ce faire, la modification de surface des fibres a été étudiée en utilisant le traitement alcalin et une préimpregnation de matrice en utilisant un organofonctionnel silane comme agent de couplage. Selon eux, l'interaction interfacial PEHD-chanvre a été améliorée en employant des concentrations en silane les plus élevées. Par contre, ils ont également constaté que les propriétés mécaniques des composites et spécifiquement la résistance à la traction et au fluage ne se sont pas améliorées de manière significative pour les concentrations élevées en silane. Cependant, l'augmentation de propriété mécanique s'est étendue entre 3 et 43 % pour la résistance à la traction et au fluage longitudinal et une augmentation de 339 % en valeur de rigidité par rapport à la rigidité de la matrice de PEHD. La contribution des fibres de chanvre à la rigidité des composites dans la direction longitudinale était inférieure à celle calculée par la loi des mélanges. Alors que, la

modification de surface des fibres a un effet notoire sur les propriétés des composites dans la direction perpendiculaire aux fibres où les améliorations étaient au dessus de 50 % par rapport aux composites non traités [51].

C. Panayiotou et al, l'objectif de leur étude était d'évaluer l'effet du traitement chimique de trois matériaux lignocellulosiques (farine de bois, farine de grignon d'olive, farine de déchet de papier) en vue de préparer des composites biodégradables. Le traitement chimique a été effectué au moyen de deux agents de couplage : l'anhydride acétique et l'anhydride propionique, en se basant sur une réaction d'estérification. La composition des farines a été déterminée. Selon leurs résultats, la farine de bois et la farine de grignon d'olive sont avérées lignocellulosiques, alors que la farine de déchet de papier est fondamentalement cellulosique. La modification chimique des farines par l'acétylation et la propionylation a été effectuée. La réaction d'estérification a été confirmée par l'analyse IRTF. Le taux de la réaction d'estérification a été évaluée par titration. Ils ont trouvé que le taux des groupements esters augmente avec l'augmentation du temps de réaction dont ils estiment que le temps maximal de réaction était de deux heures à 120°C. Mais aussi, le taux de groupement ester était plus important dans le cas d'acétylation que dans la propionylation en raison de la plus grande réactivité des groupes d'acétyle par rapport aux propioniques. L'estérification a diminué l'hydrophilie des matériaux comme indiqué par la réduction du taux d'humidité, alors que la stabilité thermique a légèrement diminué, ce qui est dû à la dégradation des groupes d'acétyle et de propionyl. L'effet du traitement chimique sur la cristallinité a été analysé par la DRX, ils ont constaté que les deux traitements ont mené à la réduction de l'indice de cristallinité [52].

H.Djidjelli et al, Ont étudié les propriétés thermiques, diélectriques et mécaniques des composites PVC/FGO. Après avoir effectué la caractérisation des différentes formulations ils ont tiré les conclusions suivantes :

- l'analyse IRTF indique clairement que la monsubstitution des ions sodium par les groupements benzylique est survenu dans la structure de FGO.
- l'incorporation de la FGONT conduit à une diminution dans l'allongement à la rupture et la résistance à la rupture, ce qui est due à la mauvaise dispersion des fibres dans la matrice PVC et aux faibles interactions entre PVC-FGO, à l'inverse de la FGOT par benzylation, cette modification converti la FGO en un matériau thermoplastique et permet d'acquérir des aptitudes au thermoformage et par conséquent des composites dont les propriétés mécaniques élevées.

L'effet du traitement chimique sur la température de début de décomposition a montré un gain de 12 ° C qui a été enregistré pour F25B/F25. D'autre part cet échantillon F25B enregistre moins de pertes diélectriques et peut être utilisé dans l'isolation électrique [53].

M. Kaci et al, ont étudié l'effet du traitement de la FGO et le compatibilisant EBAGMA sur la morphologie et les propriétés mécaniques des composites PEBD/FGO.

Pour résoudre le problème d'incompatibilité ils ont utilisé deux modes de traitement :

- la modification chimique de la FGO avec l'AM basée sur une réaction d'estérification.
- utilisation de l'EBAGMA comme agent compatibilisant

L'analyse IRTF montre une diminution de la bande d'absorption correspondant aux groupement hydroxydes ce qui signifie que la réaction d'estérification a eu lieu.

L'analyse MEB a révélé qu'une meilleure dispersion de la charge a été observée pour les composites traités par l'EBAGMA [37].

Magnus Bengtsson et al, ont étudié l'effet du traitement chimique de la farine de bois par les silanes sur les propriétés des composites PEHD/FB. L'élaboration des composites a été effectuée au moyen d'une extrudeuse à double vis. Afin de mener à bien cette étude, ils ont établi deux modes de traitement. Tout d'abord, ils ont réalisé une réaction de greffage sur le polyéthylène par voie fondue où ils ont employé le dicumyl peroxyde comme amorceur de réaction radicalaire (ce type de traitement conduit à l'obtention de composites réticulés). D'autre part, Ils ont étudié un autre traitement chimique de surface de la farine de bois en utilisant le même agent de couplage afin d'avoir des composites non réticulés. A la lumière de leurs résultats, ils ont pu tirer les observations suivantes :

La résistance au fluage et l'élongation à la rupture étaient plus importantes pour les composites réticulés que dans le cas des composites non réticulés où la résistance au fluage a augmenté avec l'augmentation du taux de charge de la FB, qui passe de 0 à 39 %. De plus, la dureté des composites réticulés a également augmenté, ce qui est probablement provoquée par une amélioration de l'adhésion interfaciale entre les deux phases. En outre, le module de flexion semble être inférieur dans le cas des composites réticulés, cette diminution du module de flexion pourrait être expliquée par la diminution du taux de cristallinité pour ce type de composites, mais aussi par la plastification des silanes non réagis.

La résistance au choc est légèrement plus élevée pour les composites réticulés que dans le cas des non réticulés. Cette amélioration est non seulement due à une bonne adhérence

interfaciale fibre/matrice mais peut être également liée à un renforcement de la matrice lors de la réticulation [54].

C. Nah et al., ont travaillé sur l'effet du traitement chimique des fibres de jute sur les propriétés des composites PP/fibre de jute. Dans cette étude, la surface de la fibre de jute a été modifiée au moyen d'un organosilane afin d'accroître l'adhésion interfaciale entre les fibres de jute et la matrice de polypropylène. La performance de ce traitement a été confirmée par l'analyse infrarouge à transformée de fourrier. Les spectres IRTF présentent des bandes d'absorption caractéristiques aux bandes de liaison Si-O, Si-O-Si et Si-O-C ceci pourrait être expliqué par le fait que les groupements méthoxyles dans le silane sont hydrolysés en groupements silanols qui réagissent avec les hydroxyles de la fibre de jute par le biais d'une réaction de condensation. L'analyse microscopie électronique à balayage (MEB) a également confirmé l'amélioration de l'adhésion interfaciale dont les images MEB montrent clairement la non adhérence des fibres de jute avec la matrice pour les composites non traités que dans le cas des composites silanisés. Ils ont aussi constaté que le module d'Young augmente légèrement avec le traitement chimique, attribué aussi à la bonne adhésion interfaciale Fibre-matrice [55].

Mariano Pracella et al., ont étudié l'effet des compatibilisants sur les propriétés des composites PP/ fibre de chanvre.

- La première étape consiste à modifier les fibres de chanvre avec glycidyl méthacrylate, suivie d'une réaction de greffage sur le PP vierge selon le schéma. 8 :

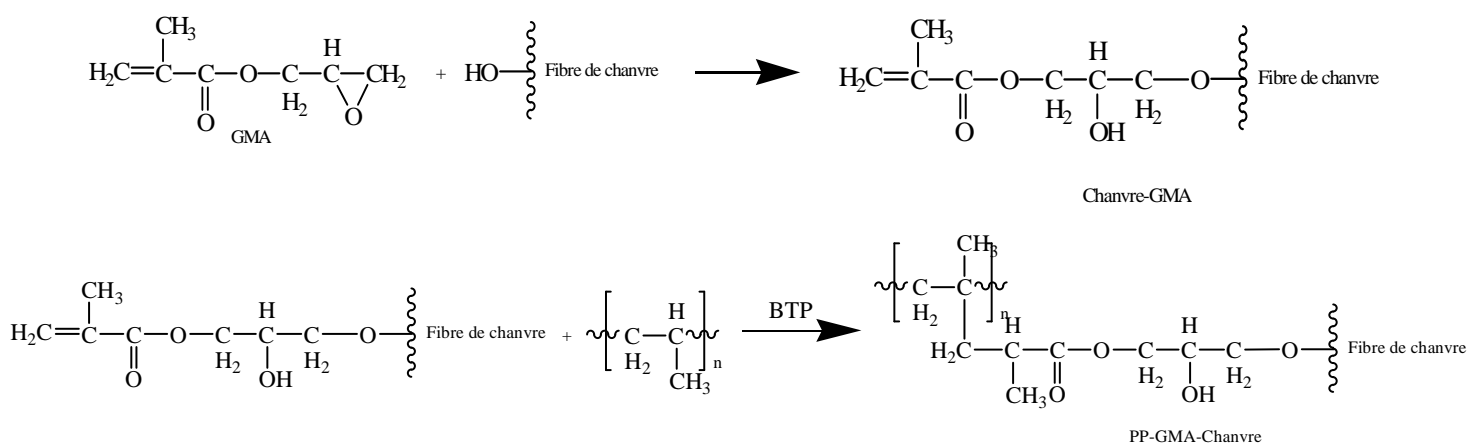


Schéma. 8 : Traitement des fibres de chanvre par le GMA

Par contre, la deuxième consiste tout d'abord à greffer le PP sur le GMA, suivie d'une réaction d'éthérisation avec les fibres de chanvre (voir schéma. 9)

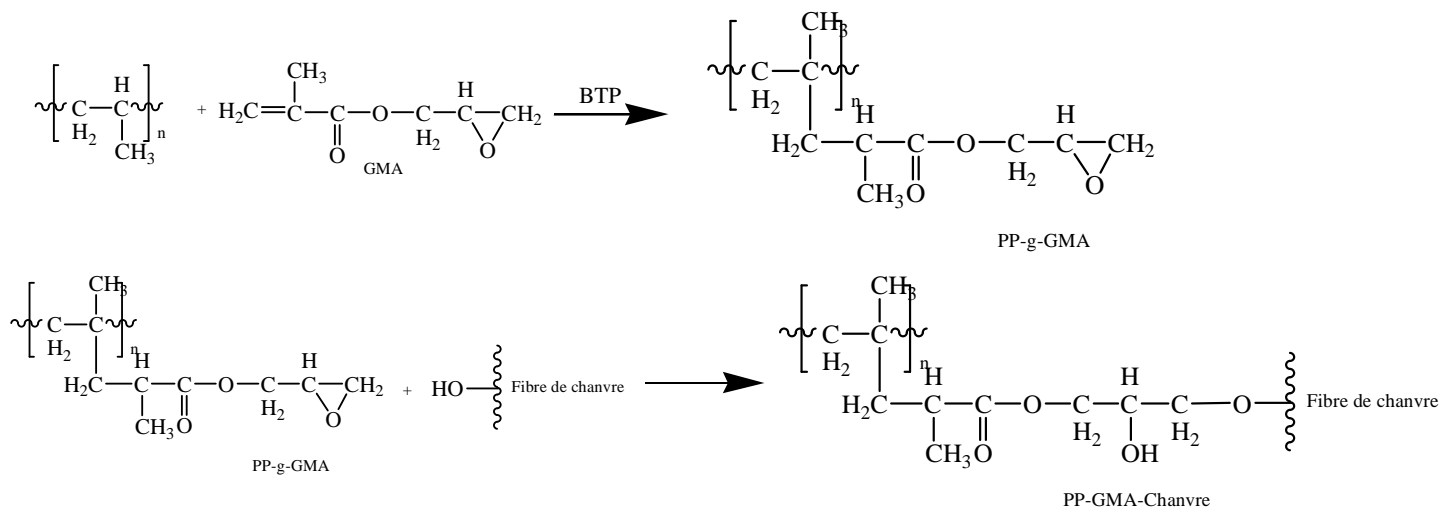


Schéma. 9 : Réaction de greffage du PP sur le GMA

Tous les composites montrent une meilleure dispersion de la fibre et par conséquent une bonne adhésion interfaciale comparés aux composites non traités. D'après l'analyse thermogravimétrique (ATG), la stabilité thermique est aussi influencée par la modification et le type de compatibilisant utilisé. D'ailleurs, tous les composites traités enregistrent une température de décomposition plus élevée par rapport au PP vierge. Le composite auquel ils ont ajouté le PP-g-GMA révèle une forte stabilité thermique comparé aux autres [22].

Hyun-Joong Kim et al, ont étudié et caractérisé des composites à base de polypropylène chargé avec les fibres végétales. Cinq différents types de PP-g-MA (à différentes masses moléculaires Mw, taux de greffage de l'AM, IF) ont été employés. Après traitement des différents résultats d'analyse, ils affirment que les hauts poids moléculaires et le taux de greffage élevé du PP-g-MA affectent les propriétés mécaniques des composites. La même tendance a été observée pour les plus bas poids moléculaire et taux de greffage. Le meilleur résultat des propriétés mécaniques a été obtenu dans le cas du PP-g-MA ayant un poids moléculaire et un taux de greffage d'environ 52000 et 1.2 % respectivement. La stabilité thermique des composites traités et non traités a légèrement diminué comparée au polypropylène ce qui est due à la dégradation des différents constituants de la FB. Néanmoins, ils ont observé une légère amélioration de la stabilité thermique pour les composites traités comparés aux non traités. Les résistances à la traction, au choc et au fluage ont augmenté

pour les composites traités par le PP-g-MA comparés aux non traités ce qui est expliqué par l'amélioration de l'adhésion interfaciale entre la FB et le PP [56].

X. Y. Liu et al, ont étudié l'effet de la modification chimique sur les propriétés des composites PP/fibre de jute. Le traitement chimique a été effectué au moyen de trois agents de couplage à savoir, le traitement par la soude suivi d'un traitement en émulsion de l'AM et un autre traitement par les silanes ($\text{NH}_2(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$). L'analyse microscopie électronique à balayage a montré que la structure extérieure des fibres non traitées présente une surface lisse, ayant quelques impuretés et des couches fines en cires et en acide gras tandis que les fibres de jute traitées étaient rugueuses. Après le traitement alcalin, la cristallinité des fibres de jute a augmenté, ceci pourrait être attribué à l'élimination de l'hémicellulose, menant à un meilleur empilement des chaînes de cellulose. En plus, le traitement des fibres avec de la soude pourrait mener à une diminution de l'angle de spirale et à l'augmentation de l'orientation de molécule. L'analyse IRTF des fibres traitées par l'AM en émulsion confirme la réaction d'estérification entre l'AM et les fibres par l'apparition des bandes caractéristiques des esters. L'adhésion interfaciale a un effet considérable sur les propriétés mécaniques des différents composites élaborés. De ce fait, les traitements par les silanes, la soude et l'AM en émulsion augmentent les résistances à la traction et à la flexion, signature de l'amélioration de l'adhésion interfaciale fibre-matrice. Cependant, la résistance aux chocs a légèrement diminué après chaque traitement. En d'autres termes, la résilience des fibres après les traitements chimique accrus mais leur dureté est réduite. La raison pour laquelle des propriétés mécaniques du PP-jute sont améliorées pour les différents types de traitement [57].

Partie expérimentale

Chapitre II
Matériaux Utilisés
Et
Techniques Expérimentales

Chapitre II**Matériaux Utilisés et Techniques Expérimentales**

Dans ce chapitre, nous présenterons les matériaux utilisés, les méthodes de transformation pour la fabrication des échantillons et les techniques expérimentales utilisées dans la caractérisation. Nous décrirons aussi, les différentes étapes de modification chimique de la farine de grignon d'olive, ainsi que le mode de synthèse de l'agent de couplage (PP-g-MA).

II-1 Présentation des produits utilisés**II-1-1 Polypropylène**

Dans notre travail nous nous sommes intéressés à l'étude des composites à base d'une matrice en polypropylène. Le choix de cette matrice est justifié par le fait que le polypropylène est un polymère de grand tonnage et présente d'excellentes propriétés en raison de ses bonnes propriétés et de son importante production mondiale. Le polypropylène utilisé est un homopolymère de structure isotactique fourni par la société ALL PLAST de la zone industrielle **Taharacht Akbou** (Béjaïa), dont les propriétés sont résumées dans le *tableau. 3*.

Tableau. 3: Propriétés de polypropylène 100-GA03.

Propriétés	Caractéristiques	Valeur nominale	Méthode de test
Aspect	<i>Granulés blancs</i>	-	-
Propriétés Physiques	<i>Indice de fluidité à chaud à (230°C/2,16Kg)</i>	<i>3,0g /10 min</i>	<i>ISO 1133</i>
Propriétés Mécaniques	<i>Résistance à la traction</i>	<i>35,0 MPa</i>	<i>ISO 527-1,-2</i>
	<i>Module de flexion (23°C)</i>	<i>1450 MPa</i>	<i>ISO 178</i>
	<i>Résistance au choc (23°C)</i>	<i>4,00 kJ /m²</i>	<i>ISO 18/1A</i>
Propriétés Thermiques	<i>Température de ramollissement</i>	<i>156°C</i>	<i>ISO 306</i>
	<i>Température de fusion</i>	<i>163°C</i>	-

II-1-2 Silane

Les agents organiques modifiants sont les plus utilisés pour les composites à base de fibres lignocellulosiques et disposent dans leurs structures moléculaires des groupements polaires bi-fonctionnels ou multifonctionnels, ces derniers interagissent avec les groupements polaires des fibres lignocellulosiques pour former des liaisons covalentes ou hydrogène. Notre choix est porté sur le vinyltriacétoxysilane produit par l'entreprise *SIGM-ALDRICH* Chimie GmbH, Germany, dont la formule chimique est: $C_8H_{12}Si(O)_6$

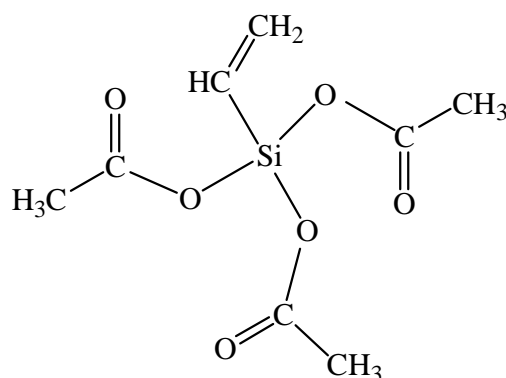


Schéma. 10 : Structure moléculaire du vinyltriacétoxysilane

Les principales caractéristiques de l'agent modifiant sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau. 4 : Caractéristiques physico-chimique du vinyltriacétoxysilane

Propriétés	Valeur	unité
Masse moléculaire	234,28	g/mol
Température de fusion	106	° C
Température d'ébullition	107	° C
Densité	1,142	-
Pureté	95	%

II-1-3 Anhydride Maléique

Pour la synthèse du PP-g-MA nous avons utilisé l'anhydride maléique, sa structure moléculaire est représentée sur le *Schéma. 11* et ses principales caractéristiques sont résumées sur le *tableau. 5*.

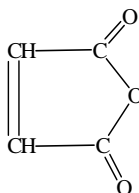


Schéma. 11 : Structure moléculaire de l'anhydride maléique (AM)

Tableau. 5 : Caractéristiques de l'anhydride maléique

Formule chimique	$C_4H_2O_3$
Masse moléculaire	98,06 g/mol
Point de fusion	52 -54 °C
Taux de pureté	99,5 %

II-1-4 Peroxyde benzoyle

La réaction de greffage du polypropylène sur l'AM a été initiée en utilisant le peroxyde de benzoyle, sa structure moléculaire est présentée en *figure II-3* et ses principales caractéristiques sont données sur le *tableau.6*.

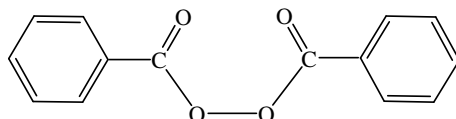


Schéma. 12 : Structure moléculaire du peroxyde benzoyle

Tableau. 6 : Caractéristiques du peroxyde de benzoyle

Formule chimique	$C_4H_{10}O_4$
Masse moléculaire	122g/mol
Point de fusion	103-105°C
Absorption d'eau	25 %

II-1-5 Xylène**Tableau. 7:** Caractéristiques de xylène

Formule chimique	C_8H_{10}
Masse moléculaire	106,7 g/mol
Densité	0,865
Température d'ébullition	139-141°C

II-1-6 Acétone**Tableau. 8 :** Caractéristiques de l'acétone

Formule chimique	C_3H_6O
Masse moléculaire	58,08 g/mol

II-1-7 Grignon d'olive

La charge naturelle utilisée dans ce présent travail est le grignon d'olive récupéré directement d'une huilerie dans la région de Tala Hamza, une région dans la wilaya de Bejaia.

II-1-7-1 Caractérisation du grignon d'olive**a) Mode d'obtention de la farine de grignon d'olive**

- a.1 . Lavage:** Nous avons procédé au lavage des grignons d'olives avec de l'eau froide puis à l'eau chaude afin d'éliminer les restes de la pulpe et les résidus d'huile.
- a.2 Séchage:** Les grignons d'olives sont étalés sur un support propre, puis séchés à l'air libre pendant 24 h puis dans l'étuve à 100 °C pendant 24h.
- a.3 Broyage:** On a effectué le broyage avec une méthode traditionnelle grâce à un moulin manuel.
- a.4 Tamisage :** La farine ainsi obtenue est tamisée, afin d'obtenir une farine dont le diamètre est inférieur à 100 µm.

B) Analyse chimique du grignon d'olive**B-1 Détermination de la matière sèche**

1g d'échantillon est pesé (P0) dans un creuset en porcelaine préalablement taré (P1). Il est placé dans une étuve à 105 ° C pendant 24h. Les creusets sont ensuite retirés de l'étuve, mis dans un dessiccateur et pesés (P2). La teneur en matière sèche est donnée par la formule suivante:

$$MS (\%) = \frac{P2 - P1}{P0} \times 100$$

Avec :

P0: Représente le poids de la prise d'essai.

P1: Représente le poids du creuset à vide.

P2: Représente le poids du creuset avec le résidu.

A partir de la valeur trouvée du taux de matières sèches (% MS) on peut déduire le taux d'humidité (% Th) de la manière suivante :

$$TH (\%) = 100 - MS (\%)$$

B-2 Détermination des cendres ou matière minérale

Après la détermination de sa teneur en matière sèche l'échantillon est mis dans un four à moufle à une température égale à 550 °C pendant 4 heures. Nous laissons les creusets refroidir à l'intérieur du four un certain temps avant de les mettre dans le dessiccateur, puis on les pèse pour avoir un nouveau poids (P3).

La teneur en cendres est calculée par cette formule:

$$Cendres (\%) = \frac{P3 - P1}{P2 - P1} \times 100$$

Avec :

P1: Poids du creuset

P2: Poids du creuset avec l'échantillon

P3: Poids du creuset contenant le résidu après calcination.

Connaissant le taux des cendres, le taux de matières organiques peut être déterminé de la façon suivante :

$$MO (\%) = 100 - Cendres (\%)$$

B-3 Détermination de la matière grasse

2g de l'échantillon (P0) sont placés dans une cartouche en cellulose d'un système d'extraction au «Soxhlet ». On met 250 ml d'hexane dans un ballon préalablement lavé, séché et taré (P1). L'extraction se fait par ébullition du solvant et condensation de ses vapeurs par un réfrigérant. Le système de siphonage assure le passage des gouttelettes de la matière grasse vers le ballon. Cette extraction dure environ 4 heures, et l'hexane peut être récupéré par le passage sur le rotavapeur. Ensuite, on met les ballons dans l'étuve réglée à la température d'ébullition de l'hexane pour éliminer complètement les restes de l'hexane. Le ballon est ensuite refroidi dans un dessiccateur et pesé de nouveau (P2).

Le pourcentage de la matière grasse est calculé par:

$$MG (\%) = \frac{P2 - P1}{P0} \times 100$$

Avec :

P0: Prise d'essai de l'échantillon.

P1: Poids du ballon à vide.

P2: Poids du ballon contenant l'extrait gras.

B-4 Dosage de la farine de grignons d'olive (Neutral Detergent Fiber) (NDF) et (Acid Detergent Fiber) (ADF) par la méthode de VAN SOEST

B-4-1 Détermination du NDF

Le NDF, qui est le résidu après une attaque au détergent neutre, permet de connaître la teneur en parois totale. La teneur en NDF de matière sèche représente la somme des teneurs en hémicellulose, cellulose et lignine.

❖ Réactifs et quantités utilisés

- ✓ 18.62 g d' EDTA (éthylénediamine tetra acetate de dissodium, $C_{10}H_{14}N_2 Na_2O_8$);
- ✓ 6,81 g de borate de sodium décahydrate ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$);
- ✓ 30 g de sulphate de sodium lauryl ($C_{12}H_{25}SO_4Na$);
- ✓ 4,56 g de disodium hydrogénophosphate (Na_2HPO_4).

❖ Préparation de la solution neutre (des réactifs)

Pour la préparation de cette solution, les quantités d'EDTA et de borate de sodium sont dissoutes dans une quantité suffisante d'eau distillée. La dissolution des réactifs est assurée par un agitateur chauffant ($\approx 50^\circ\text{C}$), puis nous ajoutons le reste des réactifs. Après la dissolution complète, le volume est complété par l'eau distillée et ajusté à 1000 ml.

❖ Mode opératoire pour la détermination des NDF

- ✓ Peser 0.5 g (P0) de l'échantillon, l'introduire dans un ballon de 500 ml.
- ✓ Ajouter 50ml de la solution neutre.
- ✓ Porter à reflux pendant 1h.
- ✓ Filtrer sous vide dans un creuset préalablement taré.
- ✓ Rincer avec l'eau distillée bouillante.
- ✓ Porter les creusets à l'étuve pendant 24h.
- ✓ Peser (P1) après refroidissement dans un dessiccateur.
- ✓ Incinération de résidu après traitement avec la solution neutre (P2) à une température de 550°C et une durée de 4 heures.

$$NDF (\%) = \frac{P1 - P2}{P0} * 100$$

Avec :

P0: Prise d'essai

P1: Poids du creuset après étuvage

P2: Poids du creuset après incinération

B-4-2 Détermination du taux de lignocellulose (ADF)

L'ADF, qui est le résidu après une attaque avec un détergent acide, représente la somme de la cellulose et de la lignine.

❖ Réactifs utilisés

- ✓ L'acide sulfurique (95-96%) ;
- ✓ Le C.T.A.B (cétyl triméthyl ammonium bromure: $\text{C}_{16}\text{H}_{33}(\text{CH}_3)_3\text{N}^+\text{Br}^-$).

❖ Préparation de la solution acide

La solution est préparée par dissolution de 20g de C.T.A.B dans une quantité d'eau distillée puis les 30ml d'acide sulfurique sont ajoutées avec précaution, le volume est ensuite complété jusqu'à un litre (1000ml).

❖ Mode opératoire

- ✓ Peser 0,5g (P0) de l'échantillon, l'introduire dans un ballon de 500ml.
- ✓ Ajouter 50 ml de la solution acide.
- ✓ Porter à reflux pendant 1h.
- ✓ Filtrer sous vide dans un creuset préalablement pesé.
- ✓ Rincer avec l'eau distillée bouillante.
- ✓ Mettre les creusets dans l'étuve à une température de 105° C, pendant 24h.
- ✓ Peser (P2) après refroidissement.

$$ADF (\%) = \frac{P2 - P1}{P0} * 100$$

Avec :

P0: Prise d'essai

P1: Poids du creuset à vide

P2: Poids du creuset contenant le résidu après traitement avec la solution acide et étuvage.

B-5 Détermination du taux de cellulose

- ❖ Fermer la base des creusets, contenant le résidu ADF, avec du papier parafilm.
- ❖ Mettre une quantité d'acide sulfurique à 72% dans les creusets et maintenir l'attaque pendant 3h avec une agitation chaque demi heure.
- ❖ Décoller le papier parafilm.

- ❖ Filtrer sous vide et rincer avec de l'eau distillée bouillante.
- ❖ Mettre les creusets dans l'étuve à une température de 105° C, pendant 24h.
- ❖ Peser (P3) après refroidissement dans le dessiccateur.

$$\text{Cellulose (\%)} = \frac{P2 - P3}{P0} * 100$$

P3: Poids du creuset contenant le résidu après attaque avec H₂SO₄

B-6 Détermination du taux de lignine

- ❖ Porter les creusets contenant le résidu précédent, au four à moufle jusqu'à une température de 550° C pendant 4h.
- ❖ Peser P4 après refroidissement des cendres toujours dans un dessiccateur.

$$\text{Lignine (\%)} = \frac{P3 - P4}{P0} * 100$$

P4: Poids du creuset contenant les cendres

B-7 Détermination du taux de l'hémicellulose

$$\text{Hémicellulose (\%)} = \text{NDF (\%)} - \text{ADF (\%)}$$

II-2 Synthèse de l'agent compatibilisant (PP-g-MA)

L'objectif principal de notre étude est de préparer des composites à base de polypropylène chargé avec les fibres de grignon d'olive dont les propriétés mécaniques et thermiques doivent être aussi bonnes que possible. Le caractère antagoniste de la charge naturelle et le polypropylène pose un problème crucial dans la dispersion de la charge, pour y remédier à ce problème et abaisser la tension superficielle entre la FGO et le PP on a pensé à synthétiser le PP-g-MA et l'utiliser comme agent compatibilisant.

❖ Préparation de PP-g-MA en solution

La réaction de greffage de l'AM sur le PP a été effectuée dans un ballon tricol, muni d'un réfrigérant, le mélange réactionnel est constitué de 10g de polypropylène, de 25% en poids d'anhydride maléique et 100ml de xylène. Le mélange est porté à reflux sous agitation constante et sous une atmosphère d'azote à une température de 140°C jusqu'à la dissolution totale. On ajoute par la suite, 0,3% en poids de peroxyde de benzoyle au mélange dissout (voir la figure II-4). Après 3h, le contenu du ballon est versé dans un bêcher et laissé refroidir à température ambiante. Une fois que le mélange est bien refroidi, il est séché. On procède de nouveau à sa purification dans 100 ml de xylène et on le chauffe à reflux à une température de 140 °C et sous agitation pendant 1h. Ensuite le polymère est précipité dans l'acétone, lavé plusieurs fois avec ce même solvant puis filtré et séché dans une étuve à 80 °C pendant 24h. Le montage utilisé pour réaliser cette expérience est donné sur la *figure. 5*.

On obtient une poudre blanche qu'on va par la suite caractériser pour mettre en évidence la réaction de greffage de l'AM sur le PP. ce protocole expérimentale a été déjà entrepris par J.M. Garcia Martinez et al [58]



Figure. 5 : Montage utilisé pour la synthèse de PP-g-MA

II-3 Modification chimique de la farine de grignon d'olive par les silanes

a- Première étape : Nettoyage des fibres de grignon d'olive

Les fibres de grignon d'olive sont immergées dans un mélange méthanol/eau (90/10 massique) à température ambiante, le mélange est mis sous agitation pendant 12h, pour nettoyer les fibres en enlevant l'amidon et la cire qu'elles contiennent. Par la suite, les fibres sont filtrées et séchées dans une étuve à 80° C pendant 12h.

b- Deuxième étape: Traitement des fibres

2% en poids de silane sont dissoute dans un mélange méthanol /eau (90/10 w /w), le pH de la solution est ajusté à 4 par l'ajout l'acide acétique. Après 10 min d'agitation, on ajoute les fibres séchées précédemment. Le mélange est mis sous agitation pendant 12h à 70°C (voir la *figure. 6*). Par la suite, les fibres sont filtrées et séchées dans une étuve à 80°C pendant 12h. Après séchage, la farine de grignon d'olive est lavée plusieurs fois à l'acétone pour éliminer les silanes non réagis. Ce protocole expérimentale a été tiré du travail de C.Nah et al [55].



Figure. 6 : Montage utilisé pour la modification de la FGO par les silanes.

II-4 Préparation des composites

Le pré mélange a été préparé par un procédé de moulage par injection au sein de l'entreprise SOTARAP (Alger). Initialement la FGO et le PP sont mélangés dans un sachet en plastique puis on introduit ce mélange dans la trémie de la presse à injection. Le transport et le malaxage de la matière sont assurés par une vis tournant à 115 tr/min se trouvant dans un fourreau (cylindre de plastification) chauffé à une température de 180 °C. Après un temps de séjour de deux minutes, on récupère l'extrudât sous forme de joncs qu'on laisse refroidir à l'air ambiant, puis on procède à leur broyage pour pouvoir les utiliser ensuite dans le procédé de moulage par compression. La composition des différentes formulations est reportée sur le *tableau. 9*.



Figure. 7: Aspect des granulés composites après injection.

Tableau. 9 : La composition massique des différentes formulations.

<i>Composants</i>	<i>Formulations</i>									
	<i>F0</i> (%)	<i>F10N</i> (%)	<i>F10S</i> (%)	<i>F10P</i> (%)	<i>F20N</i> (%)	<i>F20S</i> (%)	<i>F20P</i> (%)	<i>F30N</i> (%)	<i>F30S</i> (%)	<i>F30P</i> (%)
<i>PP</i>	100	90	90	85	80	80	75	70	70	65
<i>FGONT</i>	0	10	0	10	20	0	20	30	0	30
<i>FGOTS</i>	0	0	10	0	0	20	0	0	30	0
<i>PP-g-MA</i>	0	0	0	5	0	0	5	0	0	5

Les granulés obtenus par injection sont comprimés dans une presse de table fontume à une température de 170 °C, sous une force de 300KN pendant 05 min (voir la *Figure. 8*). Les plaques obtenues serviront pour le découpage d'échantillons sous forme d'haltères (voir la *figure. 9*) et carrés pour être utilisés ensuite dans les différents tests de caractérisation.



Figure. 8: Machine du moulage par compression élaborées

Figure. 9 : Forme des haltères

II-5 Techniques expérimentales

II-5-1 Analyse spectrale

a) Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

La spectroscopie *IRTF* est une technique d'analyse à la fois qualitative et quantitative, elle est exploitée dans l'identification des groupements fonctionnels, caractérisés par des bandes de vibration. Les spectres *IR* de la *FGO* non traitée et traitée ont été enregistrés sur un spectrophotomètre de modèle *SHIMADZU FTIR-8400S*, piloté par un ordinateur muni d'un logiciel de traitement avec une résolution 4 cm^{-1} , une région spectrale de 4000 cm^{-1} à 400 cm^{-1} et une pression de 08 Pa. Des pastilles de mélange *KBr-FGO* ont été analysées dans le but de confirmer la réaction des silanes avec les groupements hydroxyles de la *FGO* et la formation des différents groupements (Si-O-C, Si-O-Si,...etc.) sur la surface de *FGO*.

b) Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X est une méthode d'analyse non destructive utilisée en général pour déterminer la composition minéralogique d'un échantillon. En effet, cette méthode n'est applicable qu'à des milieux cristallins.

Les analyses de diffraction des rayons X ont été effectuées sur un appareil de type X Pert Pro Panalytical en utilisant la raie $K\alpha_1$ du cuivre de longueur d'onde $\lambda = 1,540598 \text{ \AA}$. Les diffractogrammes ont été enregistrés de 0° à 70° (2θ) avec un pas de $0,01^\circ$.

II-5-2 Titrage chimique

La détermination qualitative du taux de greffage de l'anhydride maléique sur le polymère (PP) est décrite par A. ROROMELIE et al, CALLIAS et al, X. Y. Liu et al [50, 51, 52].

Le mode opératoire consiste à peser 1g de polymère modifié qu'on chauffe à reflux dans 100ml de xylène à une température de 140°C et sous agitation, jusqu'à la dissolution totale. La solution chaude est titrée par une solution d'hydroxyde de potassium alcoolique « isopropanol » 0,05N, en utilisant la phénophtaléine comme indicateur.

Le taux de greffage est évalué selon la formule suivante :

$$TG(\%) = \frac{V_{KOH} \times N_{KOH} \times M(AM)}{2P} \times 100$$

Avec :

V_{KOH} : Volume de KON

N_{KOH} : Normalité de KOH

$M(AM)$: Masse moléculaire de l'anhydride maléique

P : Prise d'essai

II-5-3 Test de dureté

Le test de dureté consiste à appliquer un effort dont le but d'enfoncer un pénétrateur dans les plaques à analyser, la valeur de la dureté est relevée directement après 15 secondes sur le duromètre shore D (voir figure. 10) selon la méthode d'essai MTD-DSM. Pour avoir des résultats plus précis, on a relevé les valeurs dans des zones distinctes de la plaque.



Figure. 10 : Duromètre Shore D.

II-5-4 Test de densité

Le test de densité a été effectué à l'aide d'un appareil de mesure de la masse volumique des matériaux. Il a été réalisé au sein de l'entreprise Al-Plast (zone industrielle TAHARACHT-Akbou- Béjaïa) selon la norme ISO 1183. Le principe de ce test consiste à peser la masse de l'échantillon dans l'air notée (A), suivi d'une tare de la balance, puis on prend le même échantillon et on le pèse sous l'eau distillée. La valeur affichée sur la balance désigne la poussée d'Archimède de l'échantillon notée (P). La masse volumique de l'eau distillée est tirée dans des tables tout en connaissant sa température (voir la *figure. 11*).

La masse volumique de l'échantillon est calculée de la manière suivante :

$$\rho_{\text{échantillon}} = \frac{A}{P} * \rho_{\text{eau distillée}}$$

Avec :

$\rho_{\text{échantillon}}$: La masse volumique de l'échantillon

$\rho_{\text{eau distillée}}$: La masse volumique de l'eau distillée

A : La masse de l'échantillon dans l'air

P : Poussée d'Archimède.



Figure. 11 : Densimètre

II-5-5 Test d'absorption d'eau

Le test d'absorption d'eau consiste à sécher des échantillons dans une étuve à 80 °C pendant 24h. Après séchage, on pèse les échantillons dans une balance analytique de précision 0.0001g. Par la suite les échantillons sont immergés dans l'eau distillée, puis on fait des prélèvements dans un intervalle de temps de [0 à 146 heures]. Les échantillons prélevés sont pesés et la variation de masse est donnée par la formule suivante :

$$\Delta m(\%) = \frac{m - m_0}{m_0} * 100$$

Avec :

m_0 : La masse des échantillons avant immersion

m : La masse des échantillons après immersion

II-5-6 Propriétés morphologiques : Microscopie électronique à balayage (MEB)

L'analyse de la morphologie des échantillons des différentes formulations a été effectuée à l'aide d'un microscope électronique à balayage de marque **FEI CONTA 200**, à l'Université A. MIRA de Béjaia. Vu la sensibilité du MEB, les surfaces à analyser doivent être soigneusement préparées, pour éviter justement toute bavure sur la surface à analyser. On plonge l'échantillon dans l'azote liquide puis on procède sa fracturation.

II-5-7 Propriété rhéologique : Indice de fluidité

L'indice de fluidité a été déterminé au moyen d'un plastomètre d'extrusion (fluidimètre) équipée d'un fourreau chauffé à 230°C. On introduit 05 à 06 g de matière à analyser à l'intérieur du fourreau (voir la *figure. 12*), ce dernière est poussée vers la filière à l'aide d'un piston chargé d'un poids de 2.16 Kg selon la norme : ISO 1133.

L'indice de fluidité s'exprime par :

$$IF = 600 * \frac{\text{masse de l'extruât}}{\text{temps d'écoulement}} \quad (\text{g}/10\text{min})$$



Figure. 12 : Appareillage de mesure de l'indice de fluidité

II-5-8 Propriétés thermiques : Analyse thermogravimétrique

L'analyse thermogravimétrique sert à évaluer la perte de masse que subit un échantillon au cours d'un traitement thermique en fonction de la température. Les thermogrammes des différents échantillons ont été enregistrés à l'aide d'un appareil thermogravimétrique de type **SETAREM TGA 92**, piloté par un micro-ordinateur. Une masse de 10 à 20 mg est introduite dans un creuset en aluminium. La perte de masse est mesurée à l'aide d'une thermobalance sous atmosphère inerte d'azote dans un intervalle de température de 20 à 700 °C avec une vitesse de chauffe de 10 °C/min.

II-5-9 Propriétés mécaniques

II-5-9-1 Test de traction

Les essais de traction sont des expériences dont le but est de déterminer l'allongement, la contrainte à la rupture et le module d'Young des matériaux. Ces essais permettent d'établir une relation entre les contraintes et les déformations et de déterminer la nature du matériau (rigide ou souple). Le test de traction est réalisé sur des éprouvettes normalisées sous forme d'haltère de type « H ». Ces essais ont été réalisés sur une machine de traction de type « **Zwick/Roell** », pilotée par un microordinateur selon la norme « **ISO 527, juin 1993** » à la température ambiante et une vitesse de déplacement 250 mm/min (voir la *figure II-12*). Ce

test consiste à soumettre l'éprouvette à un étirement avec une vitesse constante, et on relève la force de traction nécessaire en fonction de l'allongement (voir la *figure. 13*).



Figure. 13 : Machine de traction

Ces essais permettent de tracer une courbe dite de traction à partir de laquelle les caractéristiques suivantes peuvent être déduites :

- La déformation élastique
- La limite élastique « σ_e »
- La déformation plastique
- La contrainte maximale atteinte (contrainte à la rupture) notée « σ_r »
- Le module d'élasticité « E »

La contrainte à la rupture est définie comme étant le rapport entre l'effort maximal « F » et la section de l'éprouvette « S »

$$\sigma_r = \frac{F}{S}$$

Le pourcentage d'allongement à la rupture est calculé par la relation suivante :

$$\varepsilon_r (\%) = \frac{L - L_0}{L_0} * 100$$

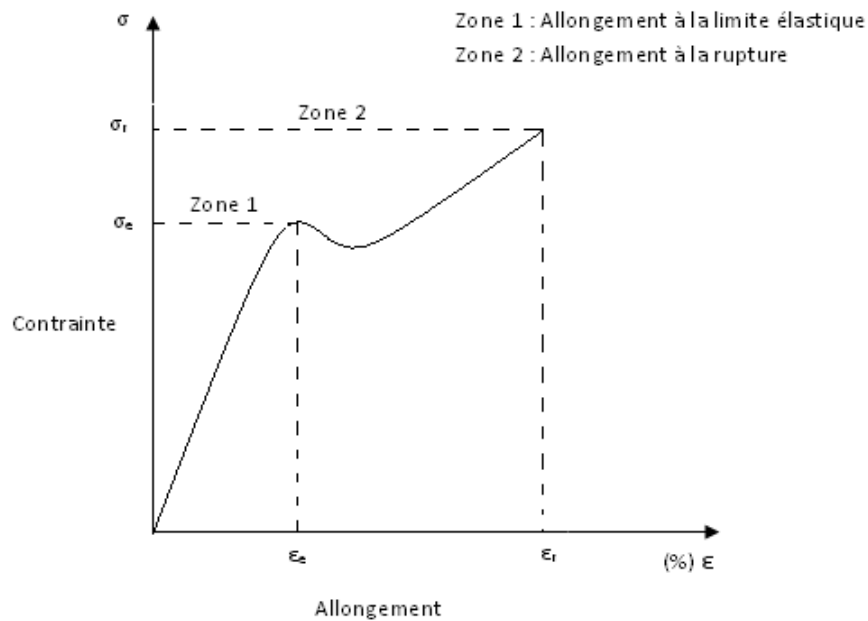


Figure. 14 : Courbe de traction

Avec :

ε_r : Allongement à la rupture

L_0 : Longueur initiale de l'éprouvette

L : Longueur finale de l'éprouvette

Le module d'élasticité : c'est le rapport entre la contrainte à la rupture et l'allongement à la rupture dans le domaine élastique.

$$E = \frac{\sigma_r}{\varepsilon_r}$$

II-5-9-2 Résistance aux chocs (Essai Isod)

L'essai de la résistance au choc a pour but de mesurer l'énergie nécessaire pour rompre en une seule fois une éprouvette entaillée (forme d'un parallélépipède de longueur ($L=08$ cm), largeur ($l=1$ cm) et une épaisseur ($e= 2$ mm). On utilise un mouton-pendule muni à son extrémité d'un couteau qui permet de développer une énergie donnée (7.5 Joule) au moment du choc. L'essai *Isod* est réalisé selon la norme : ASTM D 4020.

Chapitre III
Résultats et Discussions

Chapitre III

Résultats et Discussions

Ce chapitre est composé de trois parties.

Dans la première, sont interprétés les différents résultats de la caractérisation de FGO non traitée et traitée à savoir :

- Caractérisation spectroscopique IRTF pour mettre en évidence la réaction de silanisation.
- Caractérisation par diffraction des rayons X (DRX), pour évaluer l'effet du traitement chimique sur le taux de cristallinité de la FGO.
- Vérification de l'amélioration de la mouillabilité.
- Caractérisation thermique (ATG et DTG).

Dans la deuxième, sont discutés les résultats de la caractérisation de l'agent compatibilisant PP-g-MA synthétisé au laboratoire :

- Dosage chimique pour vérifier et confirmer la réaction de l'AM avec le PP.
- Caractérisation IRTF.
- Caractérisation DRX.
- Caractérisation thermique (ATG et DTG).

La troisième partie est consacrée à la discussion des résultats de caractérisation des composites élaborés.

III-1 Caractérisation de la farine de grignon d'olive

La composition chimique de la farine du grignon d'olive a été déterminée par M^{elle} **Djilali Nouara**, au niveau du laboratoire des matériaux organiques, Université de Bejaia. Les différents résultats sont représentés sur le *tableau.10* [59].

Les fibres lignocellulosiques sont riches en groupements hydroxyles, ce qui leurs confèrent un caractère fortement hydrophile. En revanche les thermoplastiques sont généralement hydrophobes. L'utilisation des fibres naturelles comme renforts dans de telles matrices engendre un problème d'incompatibilité interfaciale fibre-matrice, ce qui nécessite donc l'amélioration de l'adhésion interfaciale entre la fibre et la matrice. La méthode préconisée dans notre étude, est la modification de la FGO par le vinyltriacétoxysilane. Cette dernière a été mise en évidence par la spectroscopie IRTF.

Tableau 10 : Composition chimique de la farine du grignon d'olive.

Composition chimique globale	Farine de grignon d'olive brute	Composition chimique de la paroi	Farine de grignon d'olive brute
MS	92.10 ± 0.17	NDF	82.09 ± 1.30
Th	07.90 ± 0.17	ADF	63.99 ± 2.22
MM	03.61 ± 0.04	Cellulose	40.56 ± 0.49
MO	96.39 ± 0.04	Lignine	23.43 ± 1.87
MG	14.31 ± 0.03	Hémicellulose	18.10 ± 2.35
MA	0.19 ± 0.01	Silice	0.62 ± 0.007

III-1-1 Caractérisation spectroscopique de la FGO

a) Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

La figure. 15, illustre les spectres IRTF de la farine de grignon d'olive traitée et non traitée. C. Panayiotou et al, ont travaillé sur l'effet du traitement chimique sur les propriétés des composites, les différentes bandes d'absorption qui peuvent apparaître dans le spectre IRTF pour les matériaux lignocellulosiques sont résumées sur le tableau. 11.

La figure. 15, montre la bande caractéristique des groupements hydroxyles de la FGO située entre 3600-3200 cm^{-1} , et l'aire de ce pic est plus intense pour la FGONT. Ceci est assigné à la diminution de la concentration des groupements hydroxyles après traitement et par conséquent une diminution du caractère hydrophile de la fibre lignocellulosique. Nous observons également, sur les deux spectres la présence d'une bande d'absorption au voisinage de 1740 cm^{-1} caractéristique aux vibrations des carbonyles correspondant aux groupements acétyle, aldéhyde, carbonyle et ester contenu dans la structure de l'hémicellulose, lignine et les extractibles. Ces résultats sont en accord avec les résultats de M. Kaci et al, C. Panayiotou et al, E.A.Zaragoza- Contreras et al [37, 52, 60].

La diminution de la bande d'absorption caractéristique aux groupements hydroxyles dans le FGOTS, ne suffit absolument pas pour conclure que la modification par les silanes a bien eu lieu. Par ailleurs, nous constatons également une large bande d'absorption aux alentours de 950 à 1195 cm^{-1} attribuée aux vibrations asymétriques des liaisons Si-O-Si et Si-O-CH₃, la présence de ces liaisons est une signature de la réaction de condensation entre les silanols et les hydroxyles de la FGO qui conduit à la formation de liaisons (Si-O-C). Par ailleurs, les

autres groupements de silanol sont capables de former des ponts hydrogène où de condensation avec un autre silanol voisin pour former des liaisons (Si-O-Si), détectées par IRTF. Ceci se corroborent avec les résultats de *H. Demir et al*, *M. Abdelmouleh et al*, *Wei Wang* [44,45, 61]. Nous observons également une bande d'absorption aux voisinages de 1625 cm^{-1} attribuée à la liaison (C=C) du groupement vinylique de l'agent modifiant.

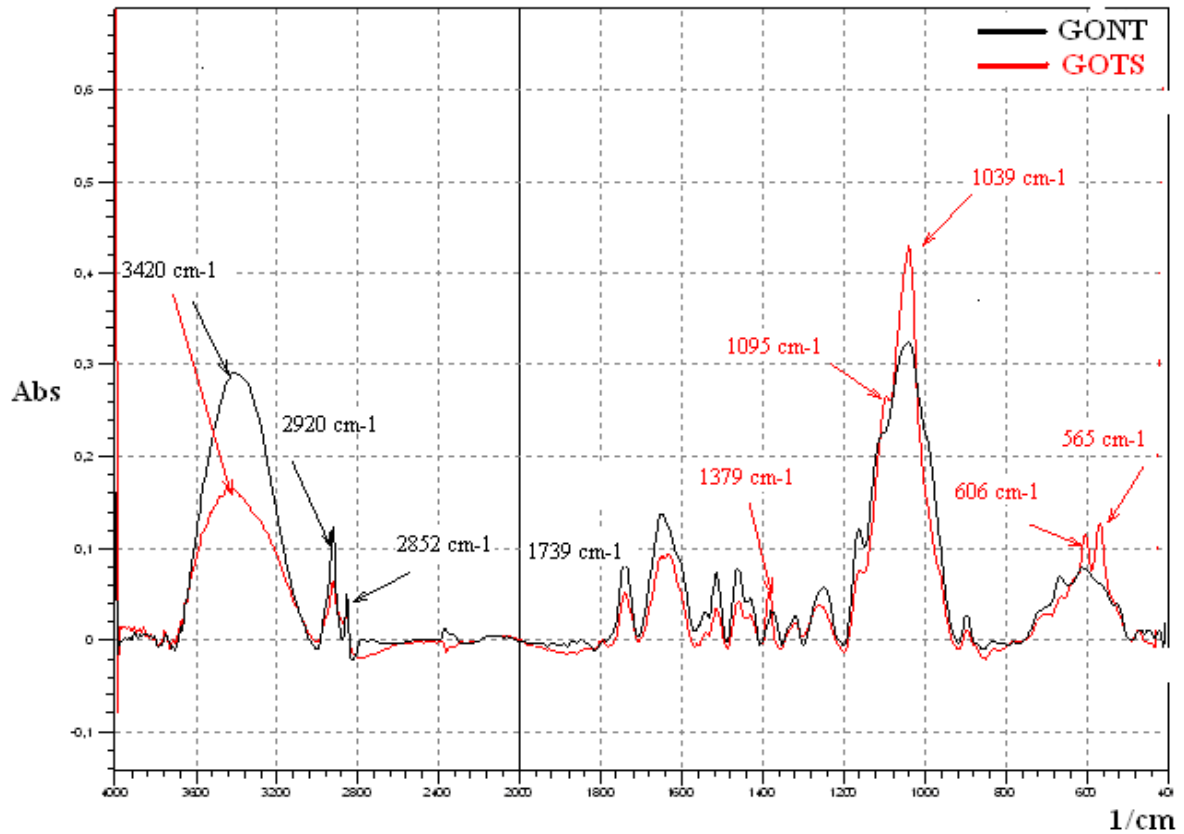


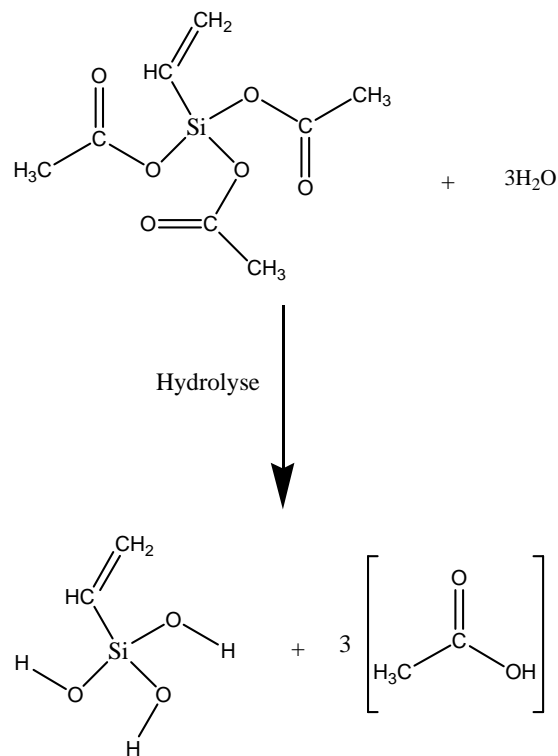
Figure. 15 : Caractérisation spectroscopique de la FGO

Tableau. 11: Bande d'absorption des matériaux lignocellulosiques.

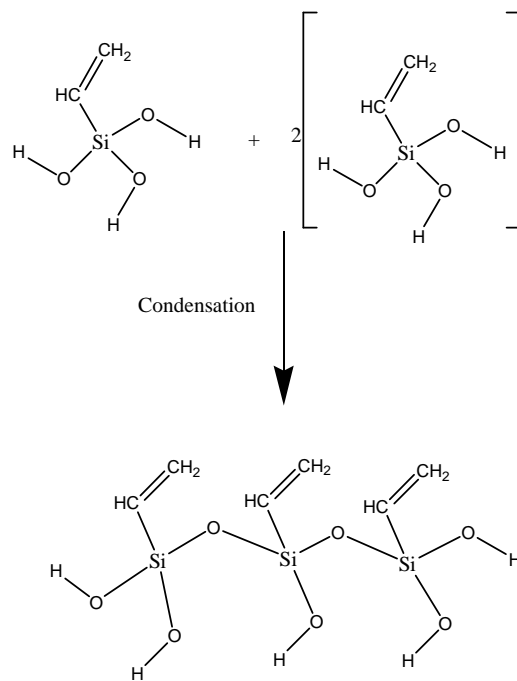
<i>Nombre d'onde (cm⁻¹)</i>	<i>Types de vibration</i>
➤ 3600-3200	➤ Vibration d'élongation des hydroxyles (O-H)
➤ 2900-300	➤ Vibration d'élongation de C-H et CH ₃
➤ 1735-1750	➤ Vibration d'élongation de C=O
➤ 1600-1650	➤ Vibration d'élongation des hydroxyles de l'eau
➤ 1440-1460	➤ Vibration de déformation des liaisons C-H des cycles aromatiques
➤ 1375	➤ Vibration de déformation symétrique des liaisons C-H dans les polysaccharides
➤ 1235-1270	➤ Vibration d'élongation des liaisons C-O.
➤ 1168	➤ Vibration d'élongation asymétrique des liaisons C-O-C se trouvant dans les hémicellulose et la cellulose.
➤ 1044	➤ Vibration d'élongation des liaisons C-O se trouvant dans la cellulose et l'hémicellulose.
➤ 898	➤ Vibration de déformation des liaisons C-H de la cellulose
➤ 600-669	➤ Vibration de déformation des hydroxyles (O-H) des polysaccharides qui se trouvent hors du plan

L'analyse IRTF confirme que la réaction de silanisation a bien eu lieu, ce qui nous a permis de proposer un mécanisme réactionnel convenable à cette modification.

1^{ère} étape : Hydrolyse



2^{ème} étape : Condensation



3^{ème} étape : réaction des silanols avec la FGO

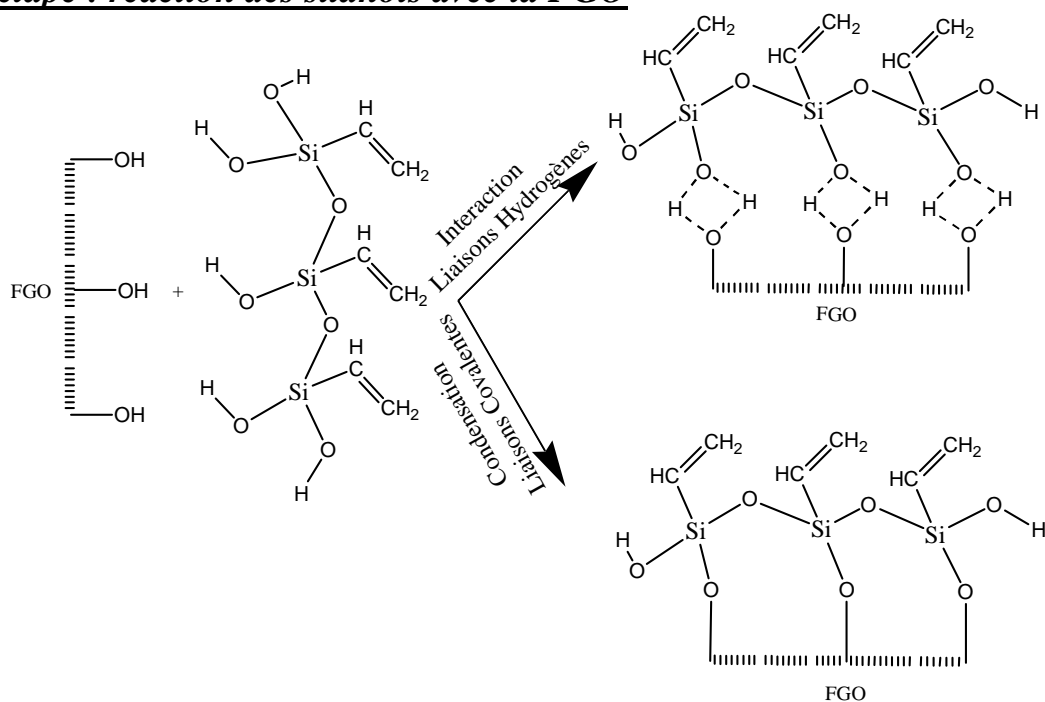


Schéma. 13 : Mode d'action du vinyltriacétoxy silane avec la FGO.

b) Diffraction des rayons X de la FGO

Afin d'étudier l'effet du traitement chimique de la FGO par le vinyltriacétoxysilane, sur la structure chimique des différents composants du grignon d'olive, nous avons caractérisé les différents échantillons par la diffraction des rayons X (DRX). L'examen des diffractogrammes présentés sur la *figure. 16*, indique que la structure cristalline de la FGO est identique à celle de la cellulose à l'état native. C. Panayiotou *et al* [52], ont rapporté dans leurs études que les diffractogrammes de la plupart des fibres montrent deux pics de forte intensité localisés aux alentours de 22° et 34.4° correspondant aux plans cristallographiques (200) et (023) respectivement. A l'exception des fibres de coton et de lin, qui présentent un taux très élevé en cellulose qui font apparaître deux pics de faibles intensité localisés aux alentours de 16° . Par contre, dans notre cas les diffractogrammes de la FGONT et la FGTS montrent un seul pic dans cette région, ceci est attribué à la présence d'une grande proportion de l'hémicellulose et de lignine. De plus, en calculant les taux de cristallinité il s'est avéré que le traitement chimique par le vinyltriacétoxysilane conduit à une légère diminution du taux de cristallinité, qui passe de 46 % pour la FGONT à 35 % pour la FGOTS. D'après ces auteurs, ce phénomène s'explique, par la réaction des réactifs avec les extrémités des chaînes de la phase cristalline, ceci provoque l'ouverture de certaines liaisons hydrogène de la cellulose et par voie de conséquence la naissance d'une nouvelle cellulose plus amorphe.

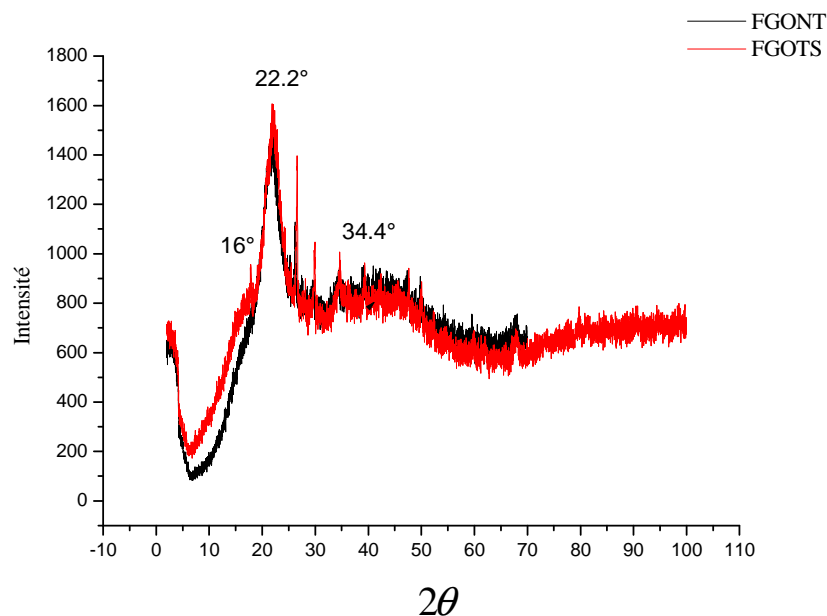


Schéma. 16 : Spectres de diffraction des Rayons X de la FGONT et de la FGOTS

III-1-2 Test de mouillabilité

Le test de mouillabilité a été réalisé dont le but de vérifier l'affinité de la farine de grignon d'olive modifiée et non modifiée avec l'eau. Cependant, la photographie de la *figure. 17*, montre les résultats du test de mouillabilité de la farine de grignon d'olive avant et après ce traitement avec le vinyltriacétoxysilane. On remarque clairement, que la farine de grignon d'olive non traitée se solubilise en partie dans l'eau distillée en formant une suspension, alors que la farine traitée avec le silane reste en surface formant un film en contact de l'eau. Ceci peut être expliqué par la diminution de la concentration des groupements hydroxyles et par voie de conséquence, une augmentation de la tension superficielle entre la farine et l'eau.



Figure. 17 : photographie du test de mouillabilité.

III-1-3 Caractérisation thermique de la FGO

Analyse thermogravimétrique (ATG-DTG)

L'analyse des thermogrammes ATG du grignon d'olive présenté en *figure. 18*, indique que pour les thermogrammes ATG de la FGO non traité et la FGO traitée par le vinyltriacétoxysilane ont presque un profil de dégradation thermique similaire. Les thermogrammes révèlent une perte de masse aux alentours de 100°C, attribuée à l'évaporation d'eau. La quantité d'eau présente dans FGO a été évaluée à partir des résultats de l'ATG et donne une valeur de l'ordre de 2%. Plus loin, la dégradation thermique est plus prononcée.

Le thermogramme ATG montre une diminution dans la température de début de décomposition pour l'échantillon de la FGO traitée par le vinyltriacétoxysilane. On enregistre une température de début de décomposition aux environs de 210°C comparée à 201°C pour le grignon d'olive non traité. Cette diminution de la température de début de décomposition pour

la FGO traitée avec le vinyltriacétoxy silane peut être liée à la diminution des liaisons hydrogènes qui nécessitent une énergie supplémentaire pour les rompre.

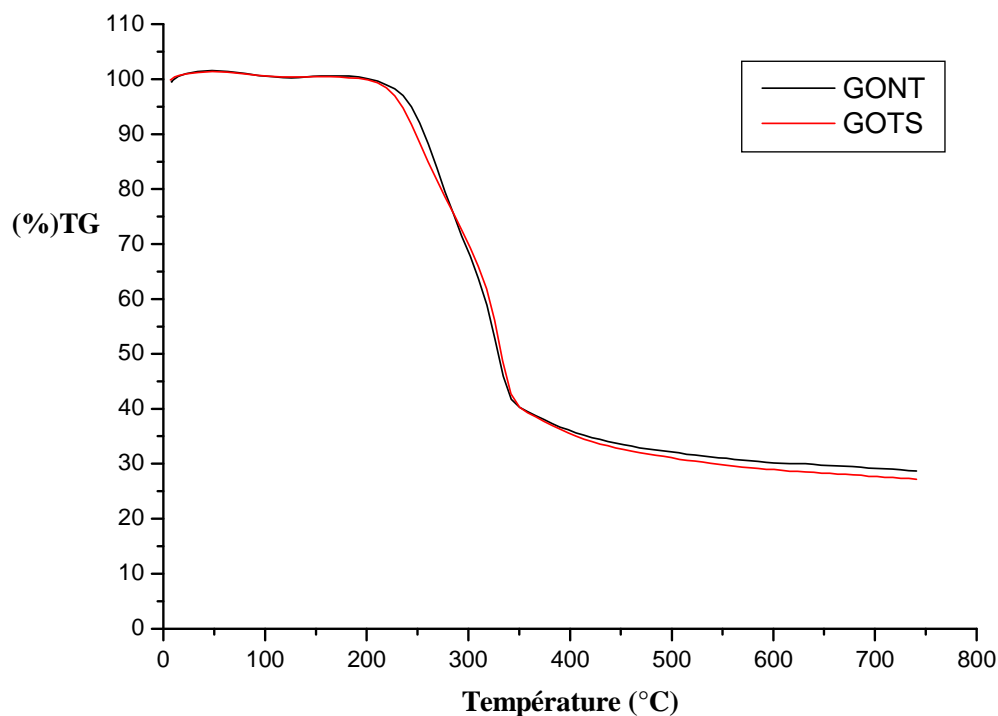


Figure. 18 : Thermogrammes ATG de la FGONT et la FGOTS.

Concernant les thermogrammes DTG présentés en *figure. 19*, ils indiquent la présence de trois pics endothermiques. Le premier pic, apparaît pour la FGONT et pour la FGOTS localisé à une température d'environ 100°C, il est probablement dû à l'évaporation d'eau. Le deuxième pic est localisé aux environs de 260°C pour la FGONT et 250°C pour la FGOTS, cette dégradation peut être attribuée à la décomposition de l'hémicellulose et aux liaisons glycédiqes de la cellulose. Ces résultats sont en accord avec les résultats de *Mariano percella et al*, *Edith Mader et al* [22, 62]. Le troisième pic, est localisé au voisinage de 325°C il correspond à la décomposition de la cellulose. Au de là de 350°C, on observe un quatrième pic, qui est probablement dû à la décomposition de la lignine. Ces résultats sont en concordance parfaite avec ceux obtenus par *Edith Mader et al*, *R.K.Y. Li et al* [62,63]. A partir de 500°C, le résidu est composé essentiellement de cendres, pratiquement stable.

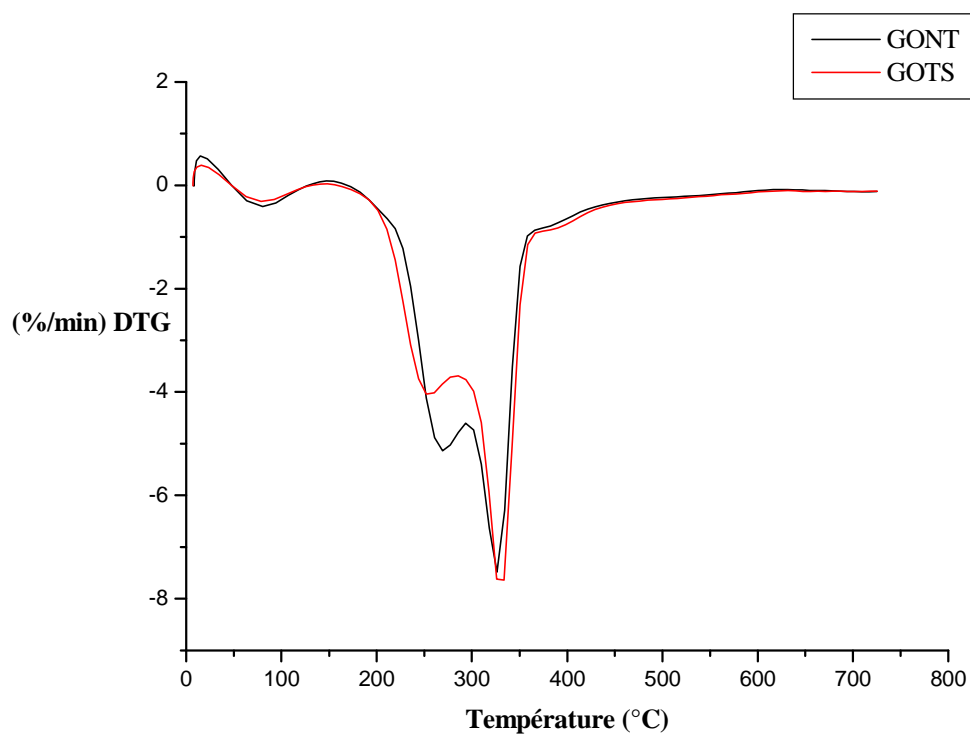


Figure. 19 : Thermogrammes DTG de la FGONT et la FGOTS.

III-2 Caractérisation de l'agent compatibilisant (PP-g-MA)

III-2-1 Aspect du PP-g-MA synthétisé

Le PP-g-MA synthétisé est sous forme d'une éponge de couleur blanche, il est représenté sur la figure. 20.



Figure. 20 : Aspect du PP-g-MA synthétisé

III-2-2 Titrage chimique

Pour évaluer quantitativement le taux de greffage de l'Anhydride maléique sur le polypropylène nous avons utilisé un titrage chimique décrit dans le chapitre II. D'après les résultats de cette analyse nous pouvons estimer le taux de greffage de l'AM sur le PP à une valeur moyenne de **1.71 %**.

III-2-3 Caractérisation spectroscopique du PP-g-MA

a) Spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier

La réaction de greffage de l'anhydride maléique sur le polypropylène a été confirmée par l'analyse spectroscopique IRTF. La *figure. 21*, montre le spectre IRTF du PP-g-MA et celui du PP vierge. Les spectres sont enregistrés dans la région spectrale de $4000-400\text{ cm}^{-1}$.

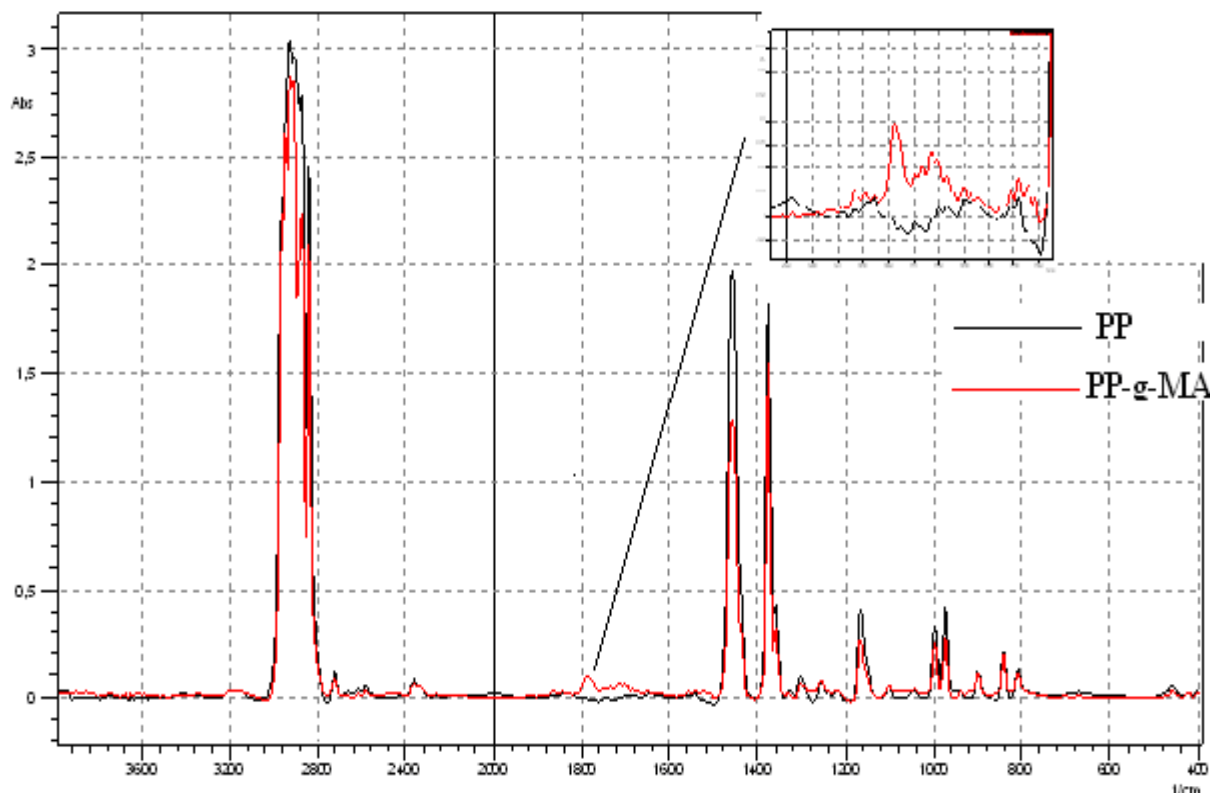


Figure. 21 : Spectres infrarouge de PP et PP-g-MA

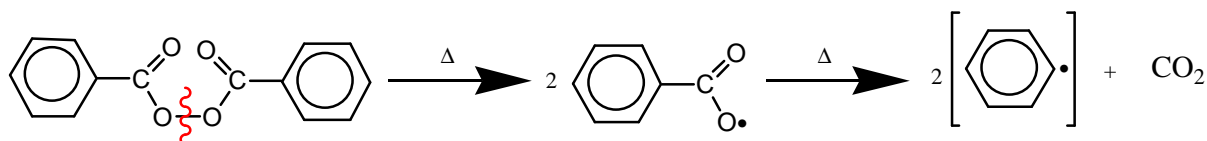
Les observations qu'on peut tirer de ces spectres sont les suivantes :

- Un pic aux alentours de 2952 cm^{-1} caractéristique des vibrations de valence asymétrique de CH_3 .

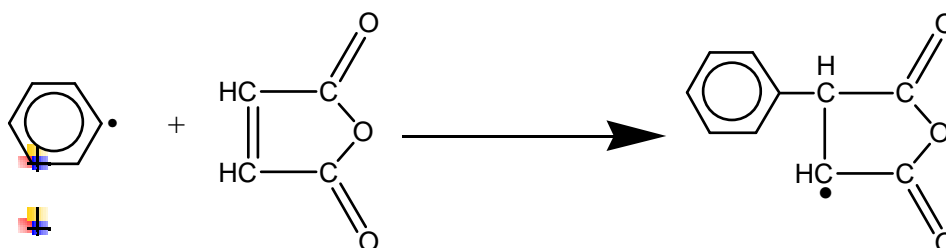
- Un pic est localisé vers 2923 cm^{-1} caractéristique aux vibrations de valence asymétrique de CH_2 .
- Deux autres pics à 2867 et 2839 cm^{-1} caractéristique aux vibrations de valence symétrique de CH_3 et CH_2 respectivement.
- Un autre pic aux environs de 1458 cm^{-1} caractéristique aux vibrations de déformation asymétrique de CH_3 .
- Un pic à 1379 cm^{-1} caractéristiques aux vibrations de déformation symétrique de CH_3 .
- Un pic centré à 1166 cm^{-1} caractéristiques aux vibrations de valence de C-C.

La seule différence observée entre les spectres de PP et le PP-g-MA est localisée dans la région spectrale de $2000\text{-}1600\text{ cm}^{-1}$, on observe effectivement deux bandes d'absorption de faibles intensité localisées aux environs de 1785 et 1708 cm^{-1} pour le PP-g-MA correspondant aux vibrations symétriques des carbonyles ($\text{C}=\text{O}$). Par contre, on observe l'absence de ces deux pics sur le spectre du PP, ceci indique que la présence des groupements anhydres sur la structure du PP modifié par l'AM. Ces résultats sont en concordance parfaite avec ceux obtenus par *Hyun-Joong Kim et al* [56]. De plus, l'absence de la bande caractéristique de la double liaison ($\text{C}=\text{C}$) qui est généralement localisée à $1600\text{-}1500\text{ cm}^{-1}$ nous renseigne sur l'efficacité du lavage à l'acétone (élimination de l'AM non réagit), et que l'AM greffé est seul responsable de l'apparition de la bande des carbonyles. La réaction de greffage est confirmée par l'analyse spectroscopique IRTF. De ce fait, on peut proposer le mécanisme réactionnel suivant :

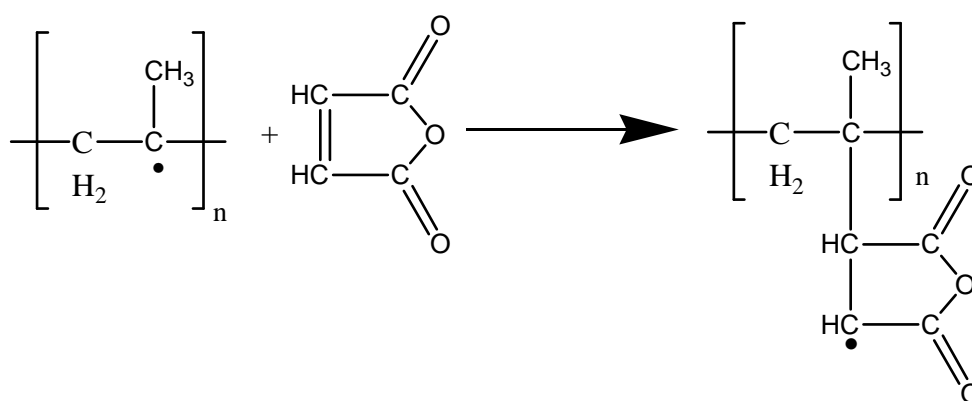
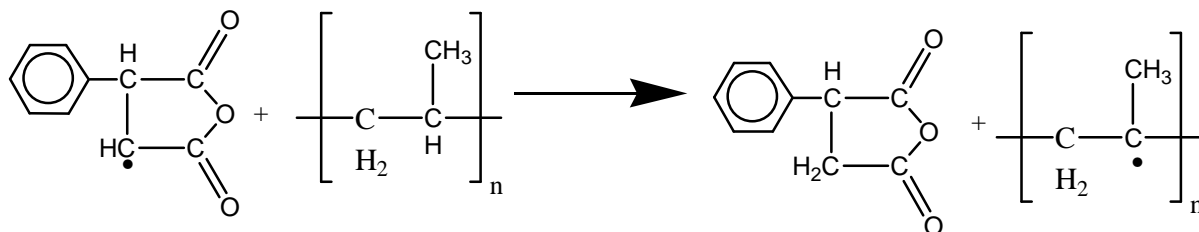
✚ Dissociation de l'amorceur



✚ 1^{ère} étape : initiation

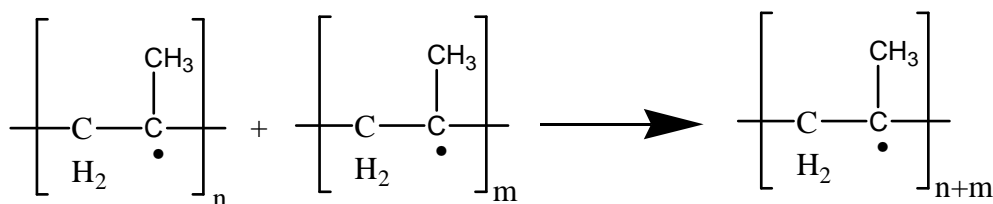
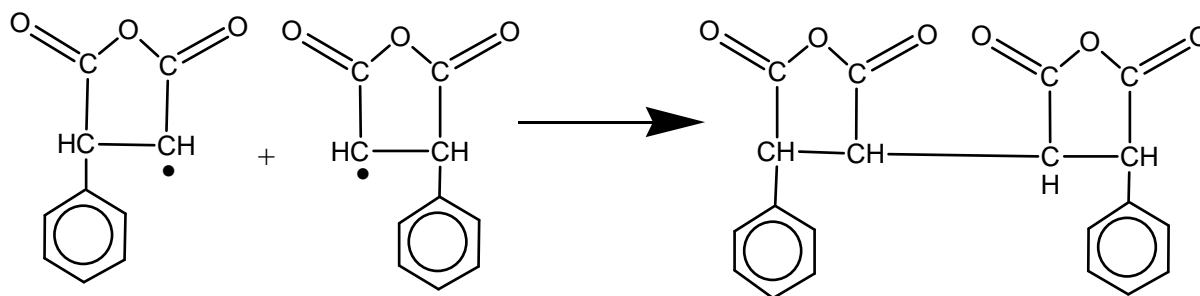


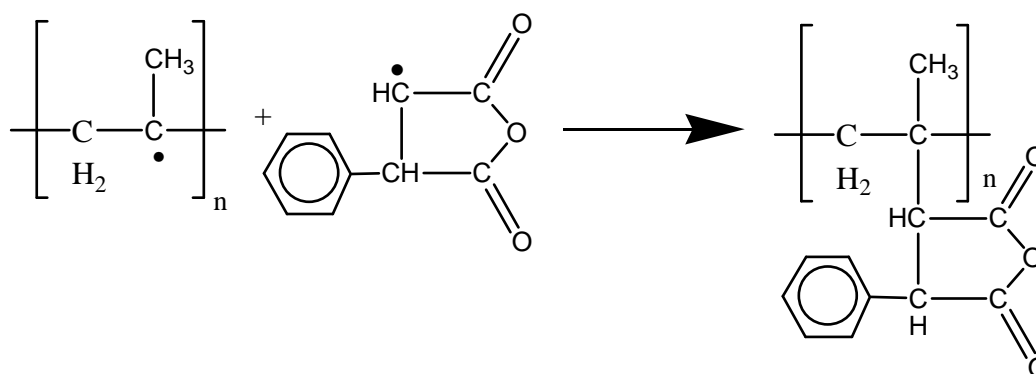
✚ 2^{ème} étape : propagation



✚ 3^{ème} étape : terminaison

✓ Par recombinaison





✓ *Par dismutation*

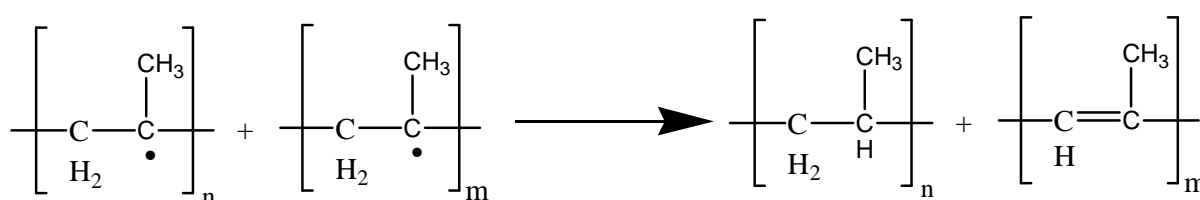


Schéma. 14 : Mécanisme réactionnel de synthèse du PP-g-MA.

b) Diffraction des rayons X (DRX)

Les courbes de diffraction des rayons X (DRX) de la matrice PP et le PP-g-MA synthétisé sont représentées sur la *figure. 22*. On observe quatre pics de forte intensité localisés à 14.1°, 16.9°, 18.5°, (21.3° et 21.8°) correspondant à des plans diffractés de 110, 040, 130, 111, 131, ce qui est due à la formation des cristaux avec une configuration monoclinique dans le PP et le PP-g-MA. Les taux de cristallinité calculés sont de 64 % et 62 % pour le PP et le PP-g-MA respectivement. Le taux de cristallinité du PP-g-MA est légèrement plus bas comparé à celui du polypropylène vierge. Le traitement du PP avec l'AM a conduit à la modification du réseau cristallin et par conséquent une augmentation de la proportion de la phase amorphe, conformément aux résultats de *Hyun-Joong Kim et al* [56].

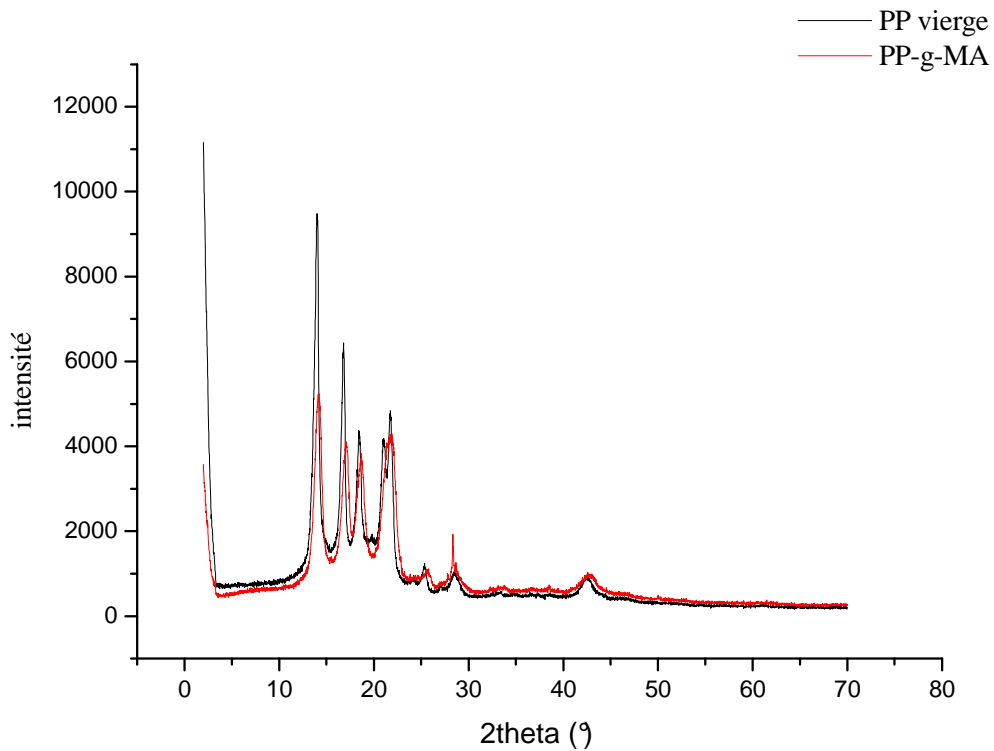


Figure. 22 : Spectres de diffraction des rayons X du PP et du PP-g-MA.

III-2-4 Caractérisation thermique du PP-g-MA

Analyse thermogravimétrique (ATG-DTG)

L'effet de la réaction de greffage sur la stabilité thermique a été donné par l'analyse thermogravimétrie (ATG-DTG). Les *figures (23 et 24)* montrent les résultats de l'analyse thermogravimétrie effectuée sur le PP vierge et le PP-g-MA.

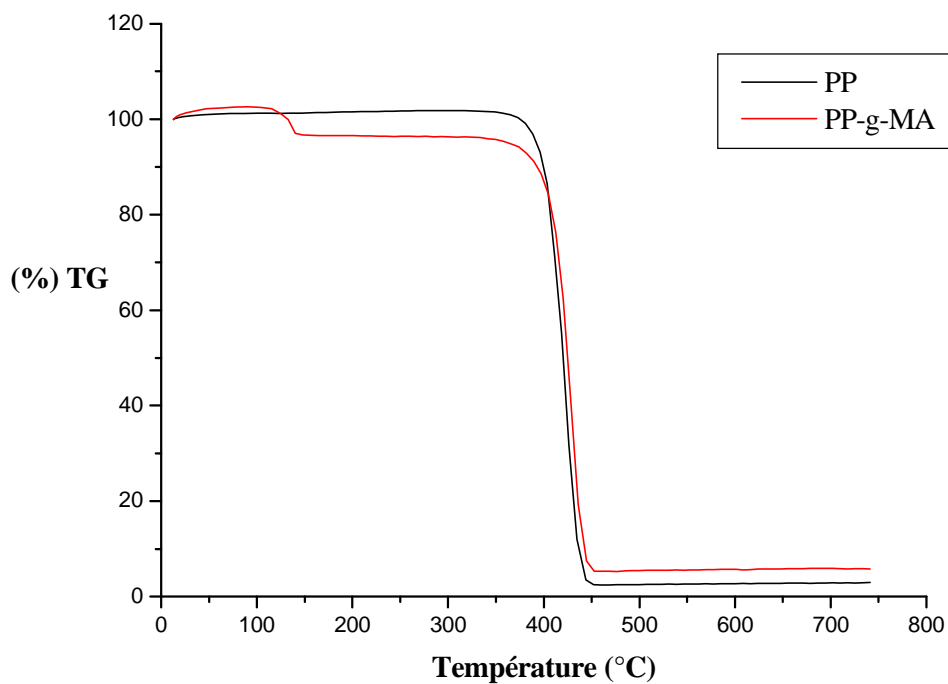


Figure. 23 : Thermogrammes TG de PP et PP-g-MA.

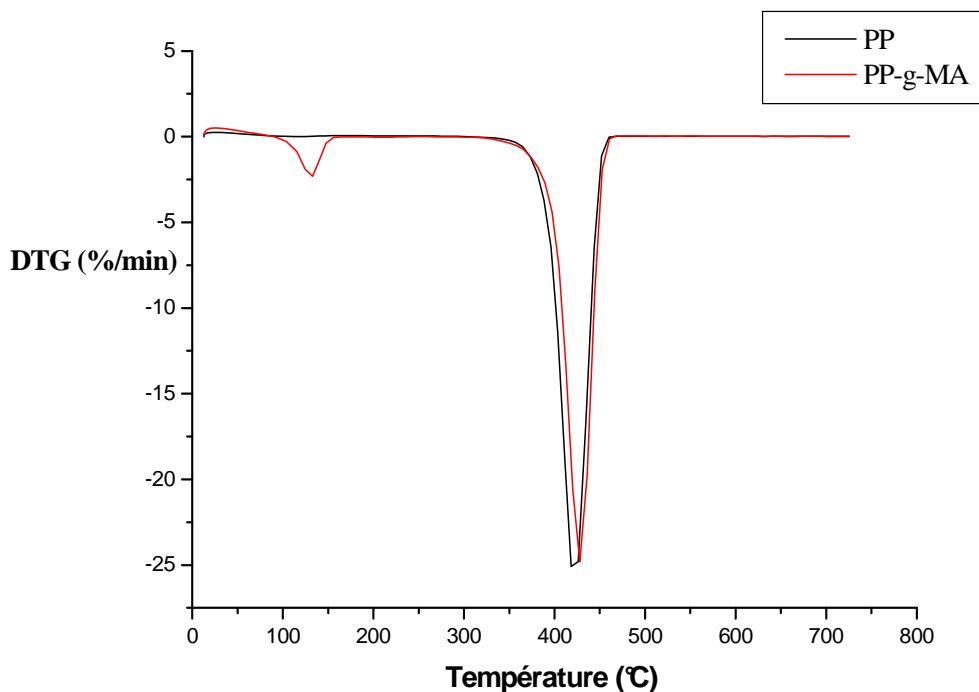


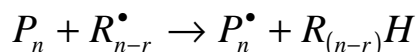
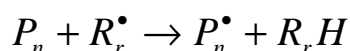
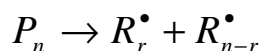
Figure. 24: Thermogrammes DTG de PP et PP-g-MA.

Le thermogramme ATG du PP-g-MA révèle une faible perte de masse aux environs de 110°C qui est probablement due à l'évaporation d'eau. Cette quantité d'eau a été évaluée à partir des

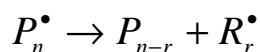
résultats obtenus par l'ATG et donne une valeur de l'ordre de 3 %. Cette quantité d'eau est due à la présence des groupements anhydrides qui sont polaires et par conséquent ils présentent une affinité avec l'eau. Par ailleurs, la présence de l'AM induit à une légère diminution de la température de début de décomposition, elle passe de 397 °C pour le PP à 381 °C pour le PP-g-MA. Au de là de ces températures, la dégradation thermique est plus intense, la perte de masse à été évaluée à 97% et 94% pour le PP et le PP-g-MA respectivement. A la lumière de ces résultats, on peut conclure que la réaction de greffage de l'AM sur le PP, engendre une perte de la stabilité thermique évaluée à 16 C°.

D'après les thermogrammes ATG nous remarquons que la quantité des cendres est très faible et elles se forment à partir de 450 °C, et selon *S.Ch. Turmanova et al* [18] ce résultat est attribué à l'évaporation de certaines molécules à faible poids moléculaire générées par la dépolymérisation du polypropylène lors de sa dégradation thermique décrite par le mécanisme de dégradation thermique suivant :

Dégradation thermique :

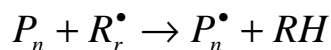


Scission à chaînes (β scission) :

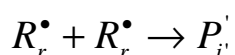
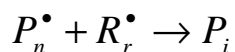


Terminaison :

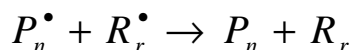
1) Par transfert



2) Par recombinaison :



3) Par dismutation :



Concernant les produits de dégradation thermique du polypropylène, *S. Saikrasun et al* [64], ont rapporté que le mécanisme de dégradation thermique du PP se produit par des scissions de chaîne aléatoires suivies par un processus de transfert radicalaire. Cependant, ils affirment que la dégradation thermique du PP n'implique pas la formation de chaînes ramifiées ou réticulées, mais les produits les plus abondants lors de sa décomposition sont : le pentane (24.3 %), le 2-méthyl-1-pentène (15.4 %), le 2-4-diméthyl-1-pentène (18.9 %) et le propane (1.9 %). Le mécanisme réactionnel (*voir le Schéma. 15*) proposé par ces auteurs est donné comme suit :

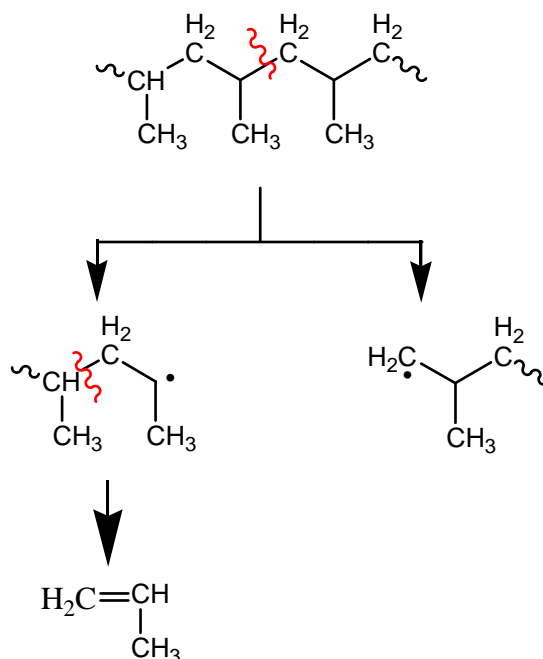


Schéma. 15 : Mécanisme de dégradation thermique du PP.

III-3 Caractérisation des matériaux composites élaborés

III-3-1 Caractérisation physique

a) Test de la dureté Shore D

La figure. 25, montre l'effet du taux de la FGO et l'effet du traitement chimique sur la dureté des composites.

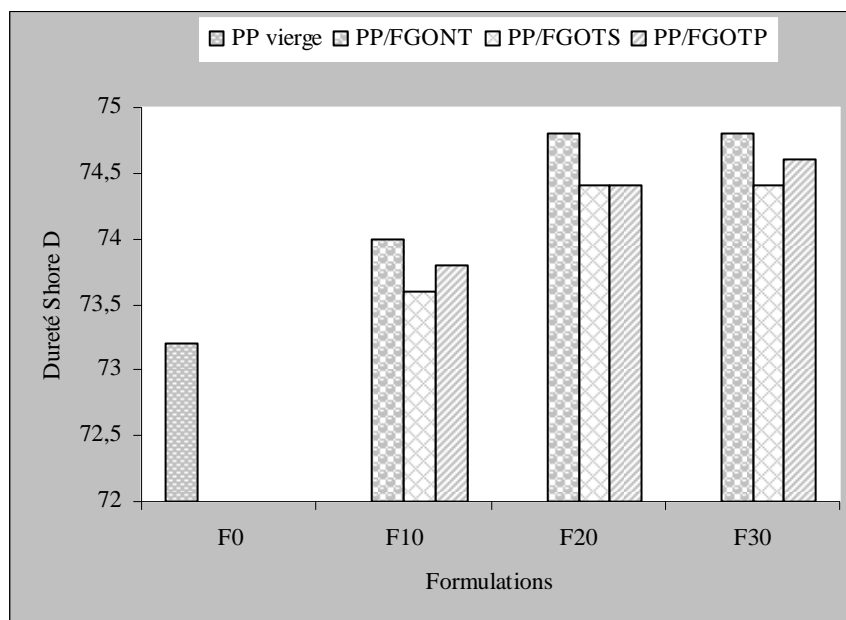


Figure. 25 : Évolution de la dureté shore D des composites PP/FGO en fonction du taux de la FGO traitée et non traitée.

Nous pouvons observer que l'incorporation de la farine de grignon d'olive dans le polypropylène est accompagnée d'une augmentation de la dureté des composites. Ce résultat est prévisible, car la FGO est constituée de microfibrilles de cellulose qui est classée parmi les fibres dures ce qui se traduit par la difficulté de la pénétration de l'aiguille du duromètre dans le matériau composite. A titre d'exemple on enregistre une augmentation de 1.09 % et 2.19 % pour les composites PP/FGONT (F10N, F20N et F30N) comparés au PP vierge. Par contre, pour la dureté des composites préparés avec la farine de grignon d'olive traitée avec les silanes ou l'agent compatibilisant PP-g-MA, on enregistre une diminution par rapport à celle des composites élaborés avec la FGO non traitée. Cette diminution peut être attribuée à une meilleure dispersion de la farine dans la matrice de polypropylène d'une part, et probablement à la plastification de la farine après traitement en leur procurant des propriétés de souplesse, ce résultat a été confirmé par *Md. Rezaur Rahman et al*, *S. Th. Georgopoulos et al* [65, 66].

b) Test de densité

Parmi les avantages d'utilisation des les fibres végétales pour le renforcement des thermoplastiques, on peut citer leurs légèretés. A cet égard, l'incorporation de la farine de grignon d'olive dans le polypropylène conduit à l'obtention de composites à faible densité. En effet, la *figure. 26*, montre l'évolution de la densité en fonction du taux de FGO traitée et non traitée, nous observons que l'augmentation du taux de la FGO est accompagnée par une diminution de la densité des composites non traités. Cette diminution est d'autant plus prononcé pour les composites traités par le PP-g-MA et vinyltriacétoxysilane, ceci est peut être assignée à la substitution des atomes d'hydrogène des hydroxyles par des groupements plus volumineux de silane et du PP-g-MA, conformément aux résultats de *Andrzej K. Bledzki et al* [67].

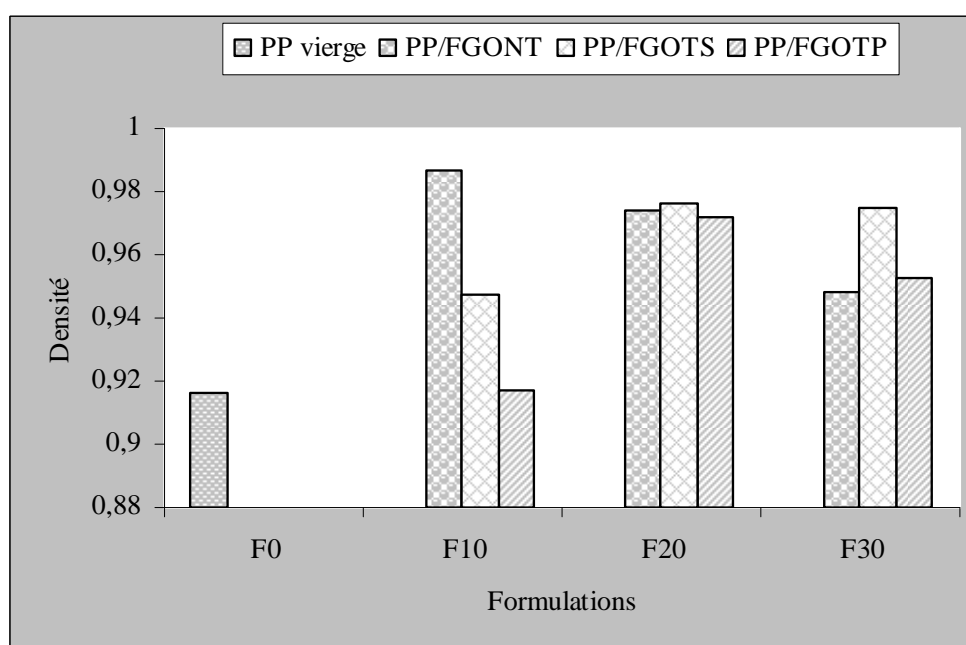


Figure. 26 : Évolution de la densité en fonction du taux de FGO traitée et non traitée.

c) Absorption d'eau

c-1) Effet du taux de charge

Ce test nous a permis de confirmer le caractère hydrophobe de la matrice utilisée. En effet, la *figure. 27*, nous montre clairement que le taux d'absorption d'eau du PP ne dépasse pas 0.04 % quelque soit le temps d'immersion.

Nous pouvons constater que l'augmentation du taux de la FGONT engendre un accroissement du taux d'absorption d'eau. Cette augmentation est assignée à l'augmentation de la

concentration des groupements hydroxyles qui ont une forte affinité avec de l'eau. Nous pouvons également attribuer ce phénomène à la mauvaise adhésion interfaciale fibre-matrice se traduisant par l'augmentation de microvides. A titre d'exemple, les échantillons F10N, F20N ont atteint leurs saturation en eau (0.3 %, 0.5 % respectivement) au bout de 50h d'immersion. En revanche, l'échantillon F30N a atteint un maximum d'absorption (2 %) au bout de 120h d'immersion. Ce résultat à été confirmé par de nombreux travaux de recherche tels que *H. Demir et al*, *Md.Rezaur Rahman et al* [44, 65]

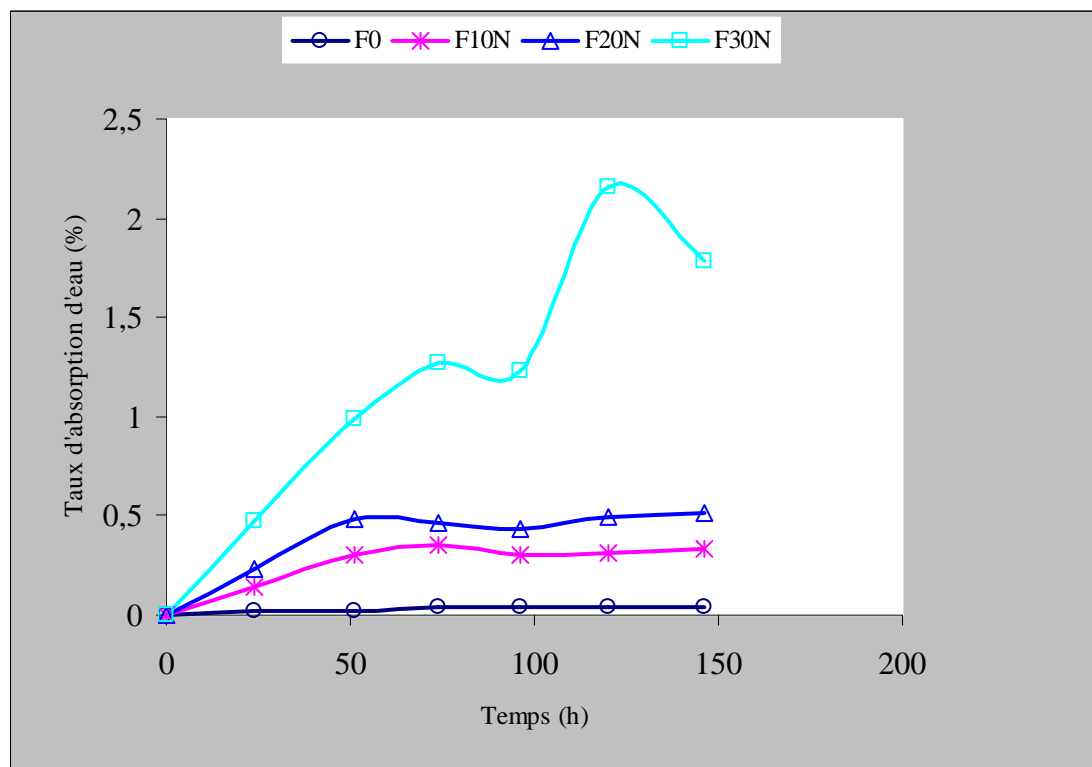


Figure. 27 : Évolution du taux d'absorption d'eau en fonction du temps de la FGONT.

c-2) Effet du traitement chimique

Les figures (28, 29 et 30) montrent l'effet du traitement chimique sur le taux d'absorption d'eau pour les composites F10, F20 et F30 respectivement. Les composites traités avec le vinyltriacétoxysilane et le PP-g-MA dévoilent une absorption d'eau réduite comparés aux composites non traités. Cette diminution est due à la réaction des groupements hydroxyles des fibres avec les groupements polaires du vinyltriacétoxysilane et le PP-g-MA par le biais des liaisons hydrogène. Une autre raison de la diminution de la capacité d'absorption d'eau est relativement liée à l'amélioration de l'adhésion interfaciales et par conséquent une diminution considérable des microvides qui favorisent l'absorption d'eau. D'après les figures (28 et 29), on remarque clairement que les composites traités par le PP-g-MA révèlent une meilleure absorption comparés aux composites traités par le silane. Par contre, pour les formulations

F30 (voir figure. 30), le cas contraire est observé, ce qui peut être expliqué par le fait que les plaques élaborées en utilisant le PP-g-MA comme traitement possèdent de nombreux microvides, ce qui reflète leurs taux d'absorption élevés. Ce résultat est montré par de nombreux travaux tels que celui de *H. Demir et al*, *M. Abdelmouleh et al* [44, 45].

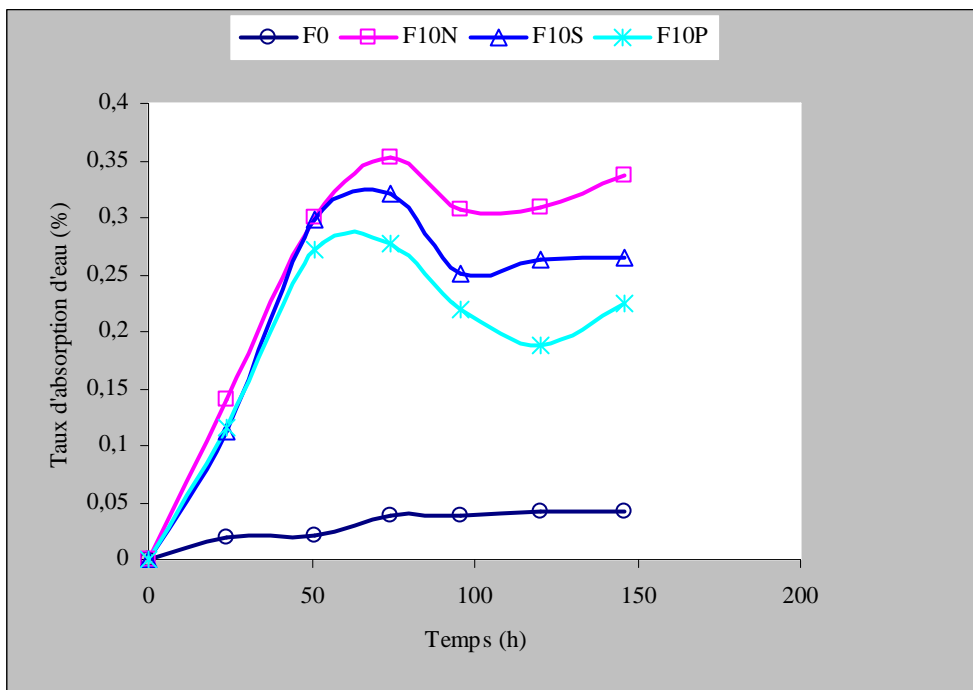


Figure. 28 : Effet du traitement chimique sur le taux d'absorption d'eau (Formulation F10)

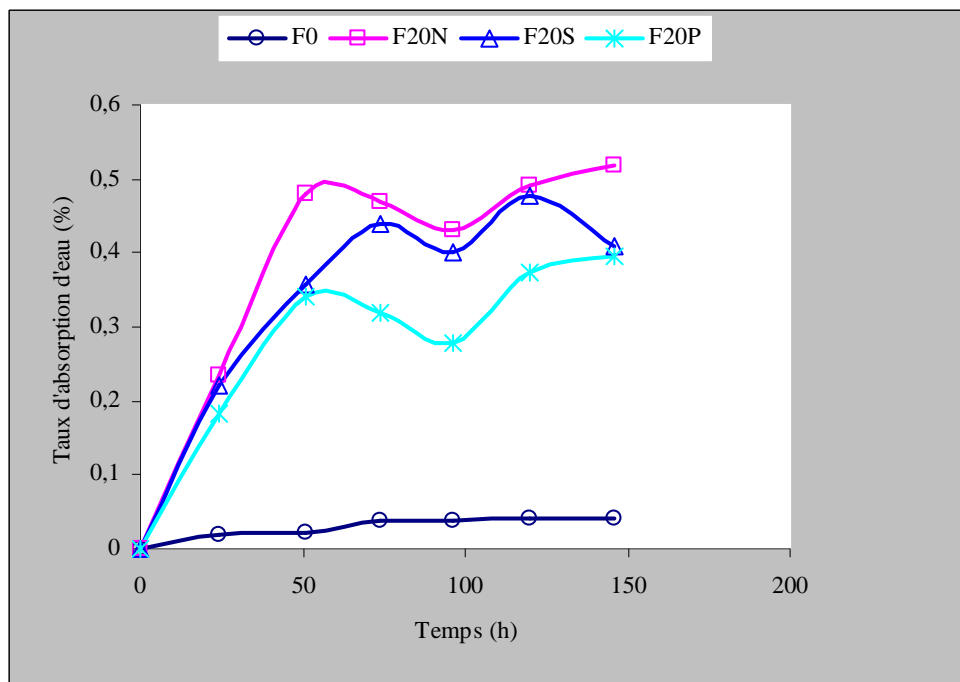


Figure. 29 : Effet du traitement chimique sur le taux d'absorption d'eau (Formulation F20)

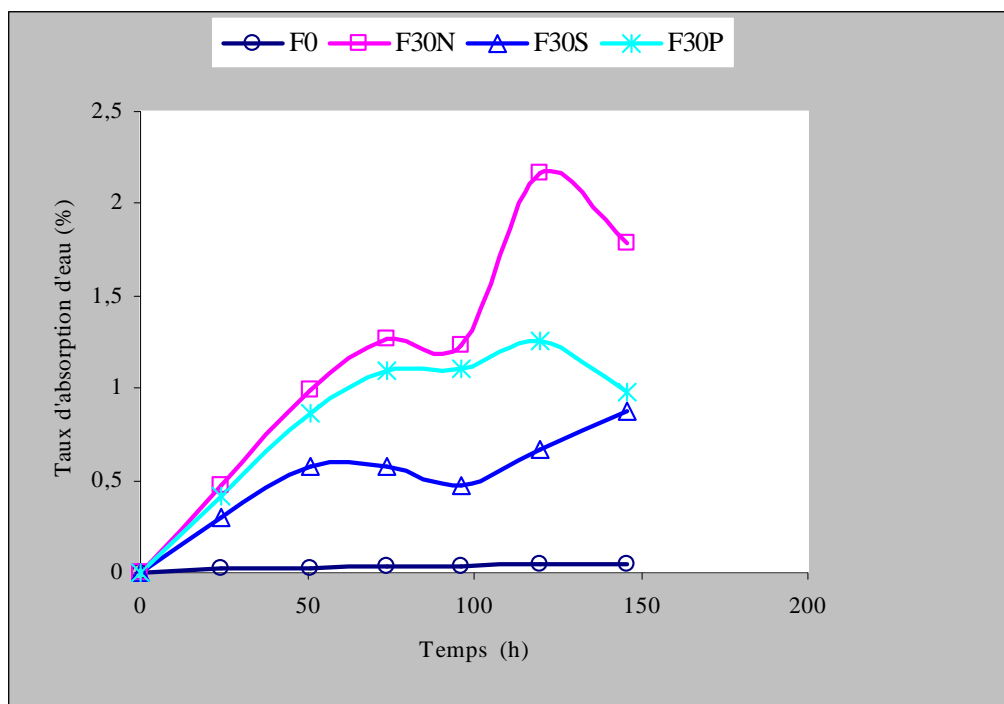


Figure. 30 : Effet du traitement chimique sur le taux d'absorption d'eau (Formulation F30)

III-3-2 Diffraction des rayons X des composites

Les courbes de diffraction des rayons X (DRX) de la matrice PP et les composites élaborés sont représentées sur les figures (31, 32, 33 et 34). Hyun-Joong Kim et al, K.Y.Lin et al, X. L. Jiang et al [56, 68, 69], ont confirmé que le polypropylène possède quatre formes cristallographiques : α -forme, β -forme, γ -forme et la forme smectique. En effet, nous constatons ces pics sur les courbes de DRX. La α -forme peut être localisée vers les angles de diffraction : α_1 : 14.1°, α_2 : 16.9°, α_3 : 18.5°, α_4 : (21.3° et 21.8°) correspondant à des plans de diffractions de 110, 040, 130, 111, 131 respectivement avec une configuration monoclinique. Par contre, la β -forme est localisée vers des angles de diffraction β_1 : 16.1° et β_2 : 23.1° correspondant aux plans (300 et 221) respectivement. Ils ont également confirmé que l'absence des autres formes (γ -forme et la forme smectique) est justifiée par le fait que ces deux formes ne peuvent apparaître que dans des conditions bien spécifiques. En effet, la γ -forme peut apparaître que dans le cas de la cristallisation à haute pression et que la forme smectique est produite sous un état de refroidissement extrêmement rapide.

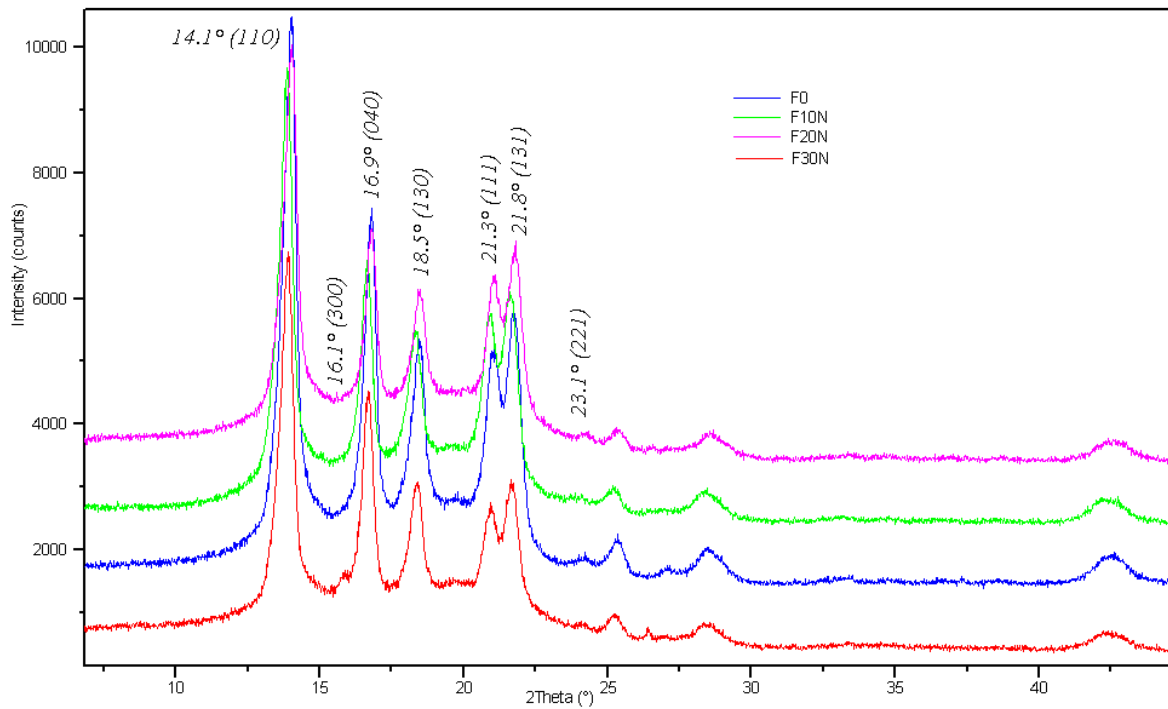


Figure. 31 : Spectres de diffraction des rayons X du PP et des composites non traités

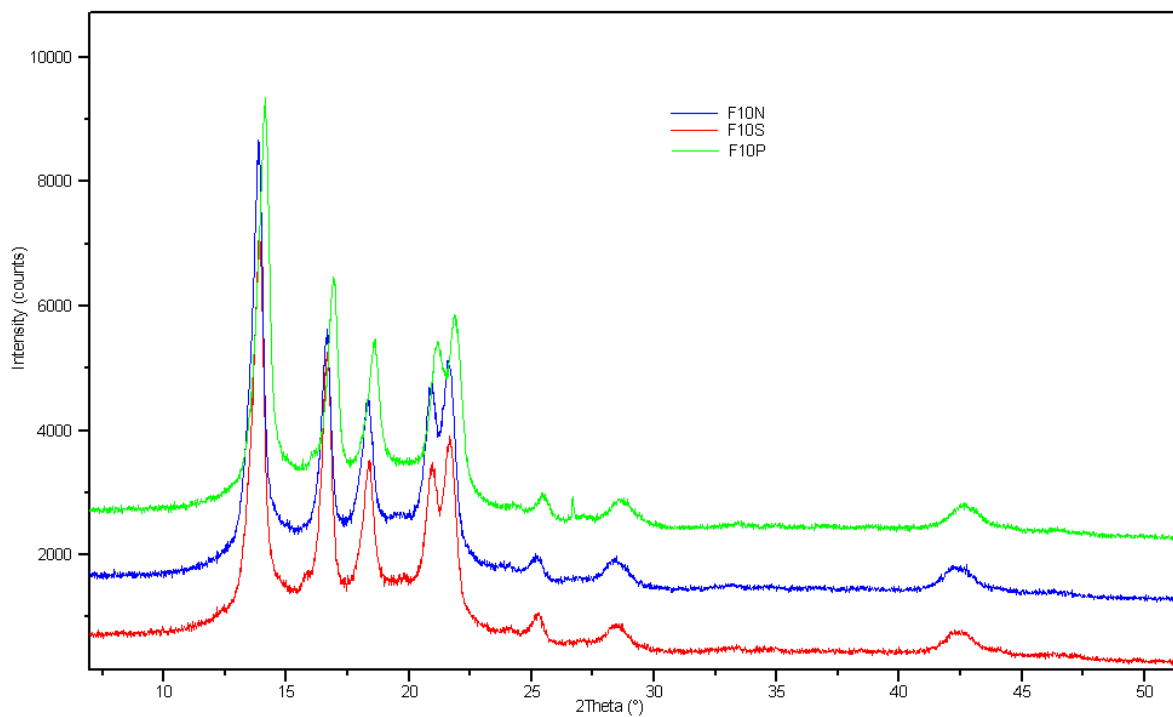


Figure. 32 : Spectres de diffraction des rayons X du PP et des composites PP/FGONT et PP/FGOT obtenus avec 10 % de charge.

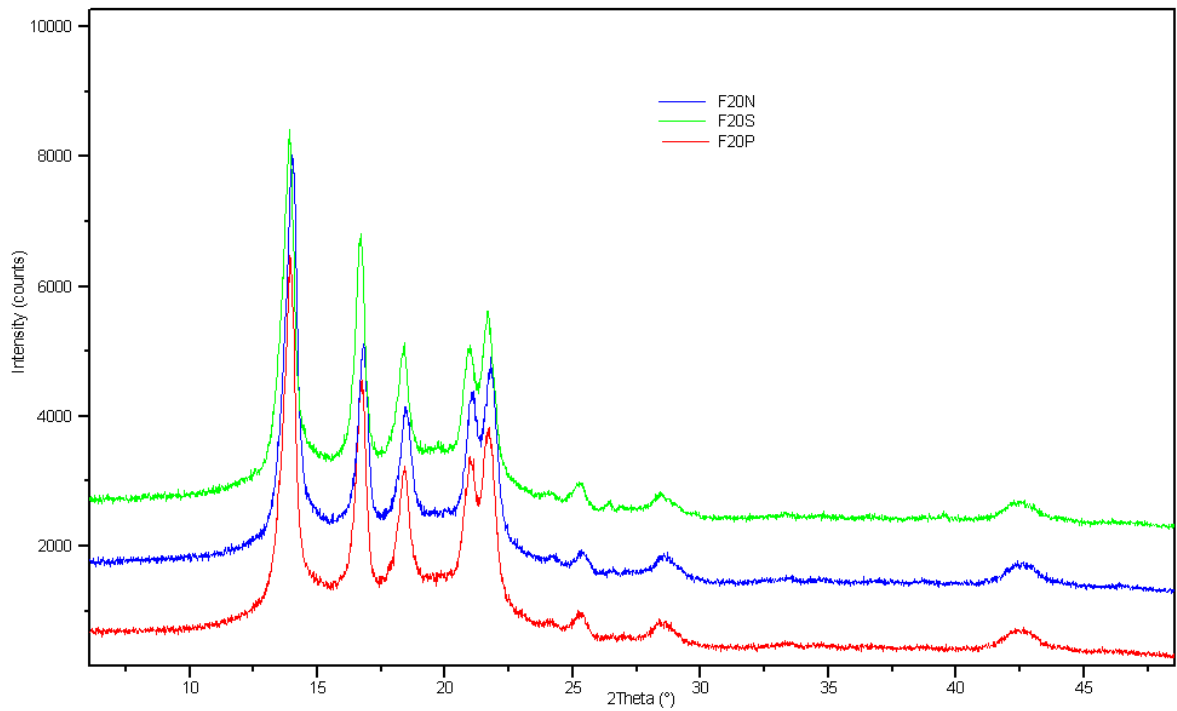


Figure. 33 : Spectres de diffraction des rayons X du PP et des composites PP/FGONT et PP/FGOT obtenus avec 20 % de charge.

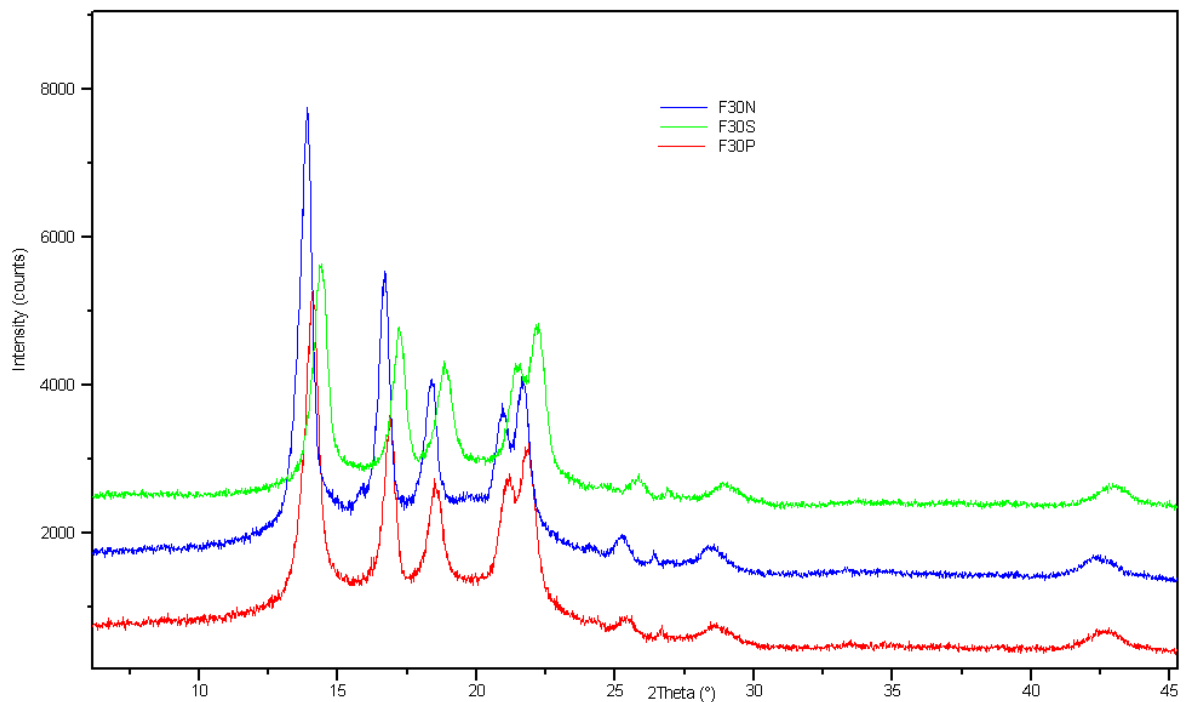


Figure. 34 : Spectres de diffraction des rayons X du PP et des composites PP/FGONT et PP/FGOT obtenus avec 30 % de charge.

Le traitement de ces spectres de diffraction des rayons X, nous a permis de déterminer le taux de cristallinité des différents composites élaborés, l'ensemble des résultats sont résumés dans le *tableau. 12*. Le logiciel utilisé pour tirer les valeurs du taux de cristallinité est de type « *Full Prof Suite ToolBar* ».

Tableau. 12 : Taux de cristallinité des différents composites élaborés.

Échantillon	F0	F10N	F10S	F10P	F20N	F20S	F20P	F30N	F30S	F30P
Taux de cristallinité (%)	66	59	57	61	55	56	57	55	50	57

La *figure.35*, représente l'évolution du taux de cristallinité en fonction du taux de la FGO traitée et non traitée. D'après cette figure, nous remarquerons que le taux de cristallinité diminue au fur et à mesure que l'on augmente le taux de la FGO. Ceci peut être expliqué par l'augmentation de la proportion de la phase amorphe présente dans la FGO. Autrement dit, la FGO que nous avons utilisée possède un taux important en hémicellulose et la lignine qui se présentent à l'état amorphe dans la FGO. De plus, on peut observer que les composites traités par le PP-g-MA révèlent des taux de cristallinité plus élevés que les autres composites (composites non traités et les composites traités par le vinyltriacétoxy silane) ce qui est dû à l'augmentation de l'enchevêtrement entre le polypropylène et le PP-g-MA

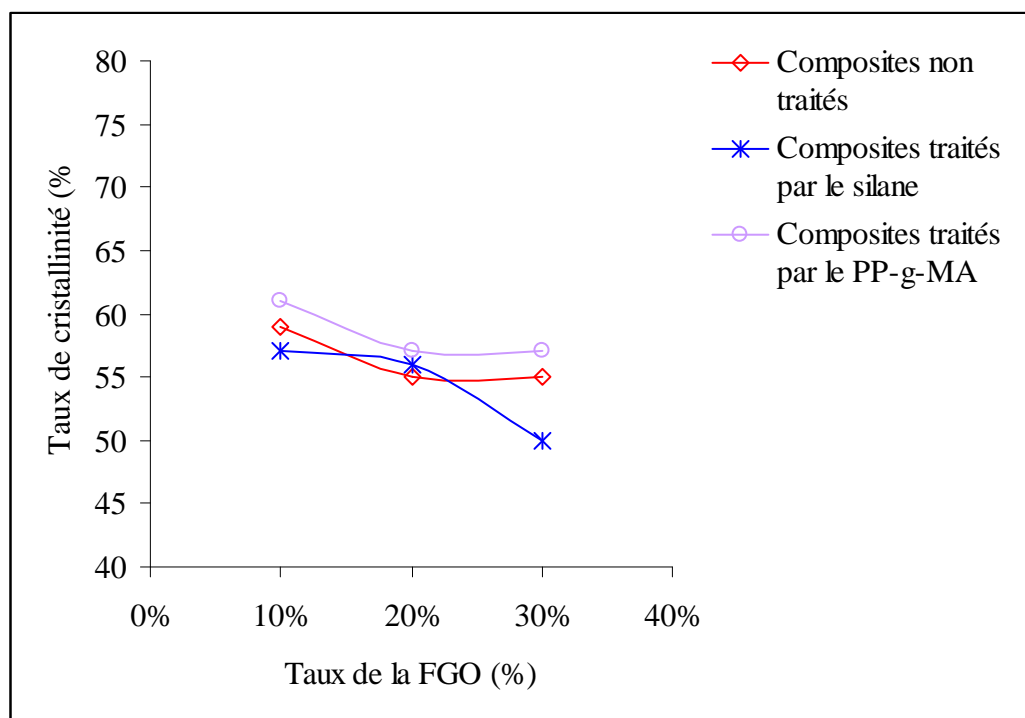


Figure. 35 : Effet du traitement chimique sur le taux de cristallinité des composites

III-3-3 Caractérisation rhéologique

Indice de fluidité (Melt flow index « MFI »)

L'évolution de l'indice de fluidité en fonction du taux de la FGO traitée et non traitée est représentée sur la *figure.36*. D'après ces histogrammes nous remarquons clairement que l'indice de fluidité augmente au fur et à mesure que l'on augmente le taux de la farine de grignon d'olive. *A.K. Bledzki et al* [70], ont trouvé un résultat similaire avec la farine du bois. Ils ont attribué ceci, d'une part, à une dégradation thermo-oxidative du polypropylène lors de la préparation des pré-mélanges de composite dans la vis d'injection mais aussi aux forces de cisaillement élevées qui induisent à des scissions de chaînes en provoquant ainsi l'augmentation de l'indice de fluidité. D'autres part, l'incorporation d'un taux élevé de la FGO dans le polypropylène augmente la probabilité de migration d'une quantité importante de cires et des extractibles à la surface conduisant à l'augmentation de la capacité d'écoulement des composites en réduisant les forces de frottement entre la matière écoulee et la paroi du cylindre de plastification. Autrement dit, l'augmentation du taux de la FGO conduit à l'accroissement de l'indice de fluidité. Quand à l'effet du traitement chimique, on voit clairement que l'ajout du PP-g-MA et le vinyltriacétoxysilane réduit l'IF des composites ce qui est probablement dû à l'amélioration de l'adhésion interfaciale entre la FGO et le PP.

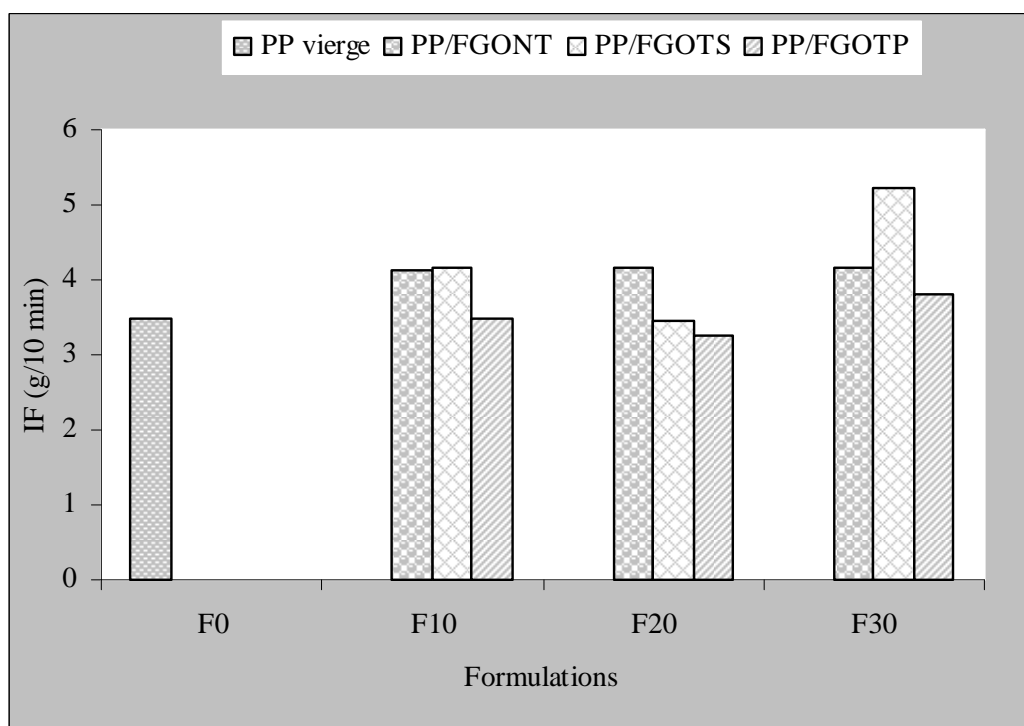


Figure.36 : Évolution de l'indice de fluidité en fonction du taux de la FGO traitée et non traitée.

III-3-4 Caractérisation morphologique

La *figure.37*, illustre la photo MEB de la surface fracturée des composites F10 avec un grossissement de 700×. On peut observer la présence d'agrégats de la FGO dans le composite non traité. Pour les composites traités avec le vinyltriacétoxysilane et le PP-g-MA on peut observer l'absence de ces agrégats. Par ailleurs, le composite traité par le vinyltriacétoxysilane présente une surface rugueuse comparé au composite traité par le PP-g-MA qui est nettement plus lisse que les autres composites.

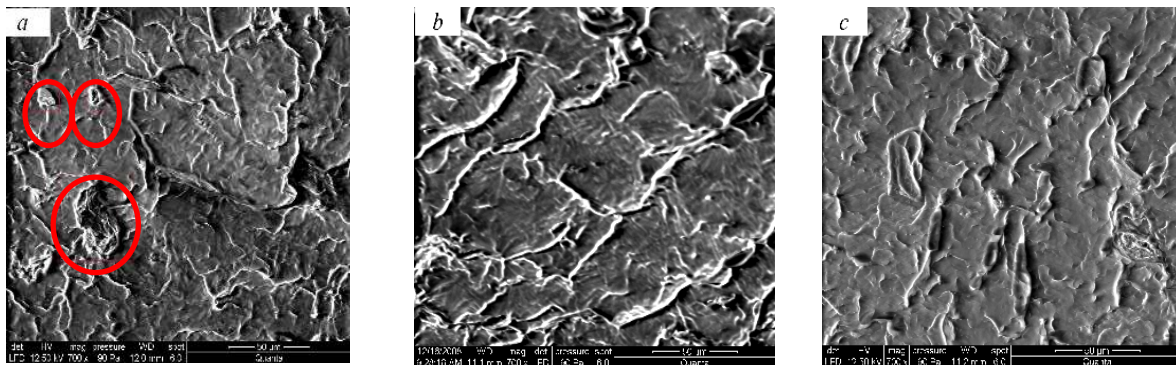


Figure.37 : Microscopie en MEB des composites (a : F10N, b : F10S et c : F10P)

III-3-5 Caractérisation mécanique

a) Contrainte à la rupture

La *figure.38*, illustre l'évolution de la contrainte à la rupture des composites en fonction du taux de la FGO et du traitement chimique utilisé. L'augmentation du taux de la FGO dans la matrice de polypropylène conduit à une diminution de la contrainte à la rupture pour les composites traités ou non traités comparé à la matrice de polypropylène vierge. Effectivement, nous enregistrons une diminution de 4.88 %, 20.19 % et 45.38 % pour les formulations élaborées avec la farine non traitée (F10N, F20N, F30N respectivement). En effet, de nombreux travaux de recherche ont confirmé ce résultat tels que *H. Demir et al*, *Sonia M.B. Nachtigall et al*, *M. Khalid et al* [44, 47, 71]. Cette diminution peut être attribuée à la mauvaise dispersion de la farine dans la matrice en formant des agrégats ce qui conduit à la fragilisation du système. Mais le manque d'interactions et l'adhésion interfaciales entre les composantes (PP/FGO) dont les caractères sont antagonistes a intensifié la difficulté de transfert des contraintes entre le PP et la FGO.

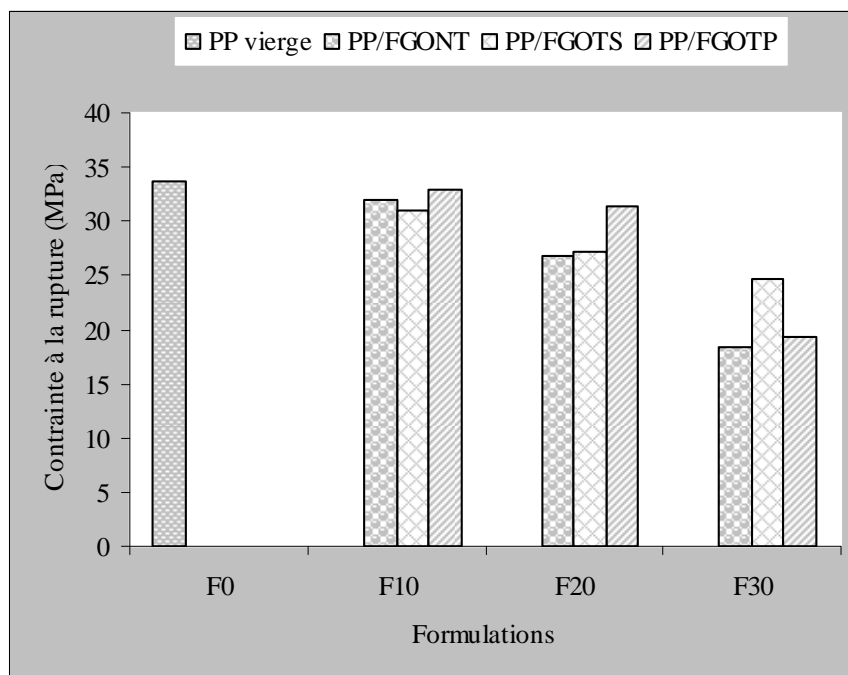


Figure.38 : Évolution de résistance à la traction en fonction du taux de la farine de grignon d'olive traitée et non traitée.

D'après ces histogrammes, nous observons une légère amélioration des contraintes à la rupture pour les composites traités avec le PP-g-MA et le vinyltriacétoxy silane par rapport aux composites non traités. Cette augmentation est probablement due à la meilleure dispersion de la charge et particulièrement au renforcement des liaisons interfaciales entre le PP et la FGO. Nous constatons également que les composites traités par le PP-g-MA (F10 et F20) montrent de meilleures résistances à la traction comparées à ceux traités par le vinyltriacétoxy silane. Ceci peut être expliqué par la capacité du PP-g-MA à former de fortes liaisons interfaciales entre le PP et la FGO et par conséquent un meilleur transfert de contrainte entre les deux phases comparé au vinyltriacétoxy silanes. L'effet inverse est obtenu pour la formulation F30 où les composites traités par vinyltriacétoxy silanes montrent de meilleurs résultats en traction comparé aux composites traités par le PP-g-MA, comme on l'a déjà cité précédemment, cet effet inverse peut être expliqué par le fait que les plaques élaborées en utilisant l'agent compatibilisant (PP-g-MA) présentent de nombreux vide apparent, ceci conduit à la fragilisation du système composites élaboré.

b) Allongement à la rupture

La variation de l'allongement à la rupture en fonction de la teneur de la farine de grignon d'olive traitée et non traitée est représentée sur la *figure.39*. Cette dernière, montre clairement que l'allongement à la rupture diminue au fur et à mesure que le taux de la farine de grignon

d'olive non traitée augmente. Cette diminution est de l'ordre de 46.33 %, 52.2 % et 70.89 % ont été enregistrées pour les composites non traités à différents taux de charge F10, F20 et F30 respectivement par rapport à la matrice de polypropylène vierge. Ce résultat est en accord parfait avec beaucoup d'auteurs, tel que celui de *Ajay Karmarkar et al*, *H. Demir et al*, *J. Martinez Urreaga et al* [42, 44, 72]. La détérioration de cette propriété est principalement due à la mauvaise dispersion de la farine de grignon d'olive dans la matrice engendrée par une faible adhésion interfaciale fibre-matrice, conduisant également à la formation d'agrégats et par voie de conséquence la création de microvide à l'interface ce qui prévisible du moment que la matrice et la farine ont un caractère antagoniste (FGO un caractère fortement hydrophile, le PP est hydrophobe).

D'après cet histogramme, nous observons également que l'allongement à la rupture des composites traités avec le PP-g-MA et le vinyltriacétoxysilane sont légèrement inférieures par rapport aux composites non traités. En générale, nous pouvons conclure que le traitement chimique n'a aucun effet sur l'allongement à la rupture.

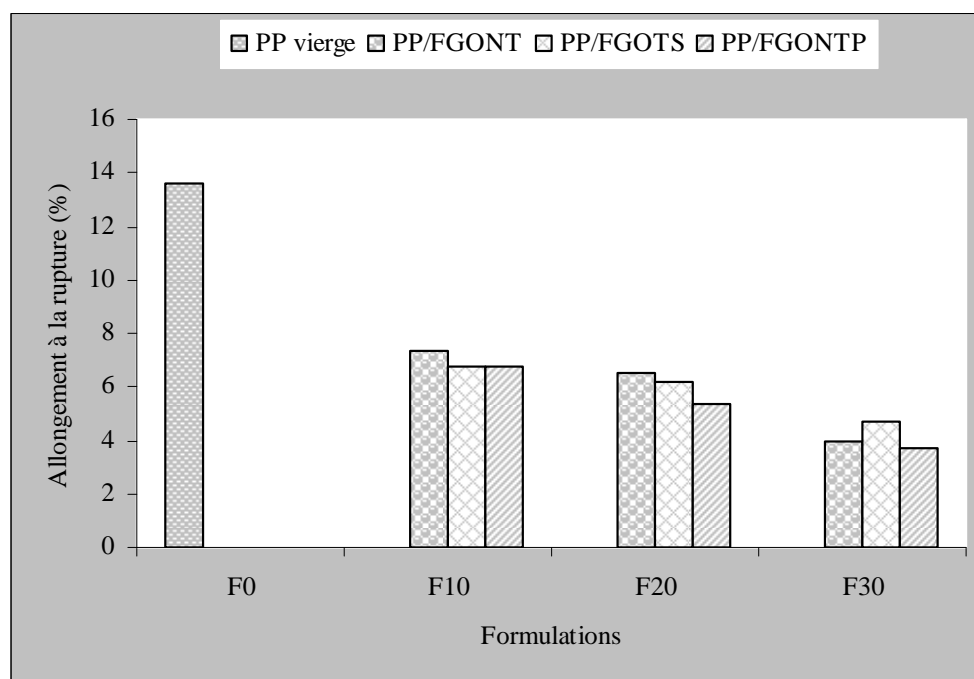


Figure.39 : Évolution de l'allongement à la rupture en fonction du taux de la farine de grignon d'olive traitée et non traitée.

c) Module d'Young

La *figure.40*, représente l'évolution du module d'Young en fonction du taux de la farine de grignon d'olive traitée et non traitée. D'après ces histogrammes, nous remarquons que le module d'Young accroît avec l'augmentation de la FGONT. Cette augmentation du module d'Young indique que la rigidité des composite a augmenté, ceci est fondamentalement lié à la formation de vide causé par la faible adhésion interfaciale entre la matrice et la FGONT, ce qui a été confirmé par *D. Metin et al, L. Dobircau et al* [05, 73]. Le traitement chimique de la FGO conduit à la diminution du module d'Young ce qui probablement due à une meilleure adhésion interfaciale PP-FGOT comparée aux composites non traités, ce qui rapporte plus de restriction à la capacité de déformation de la matrice dans la zone élastique, réciproquement au travail de *M. Kaci et al, H. Demir et al* [37, 44].

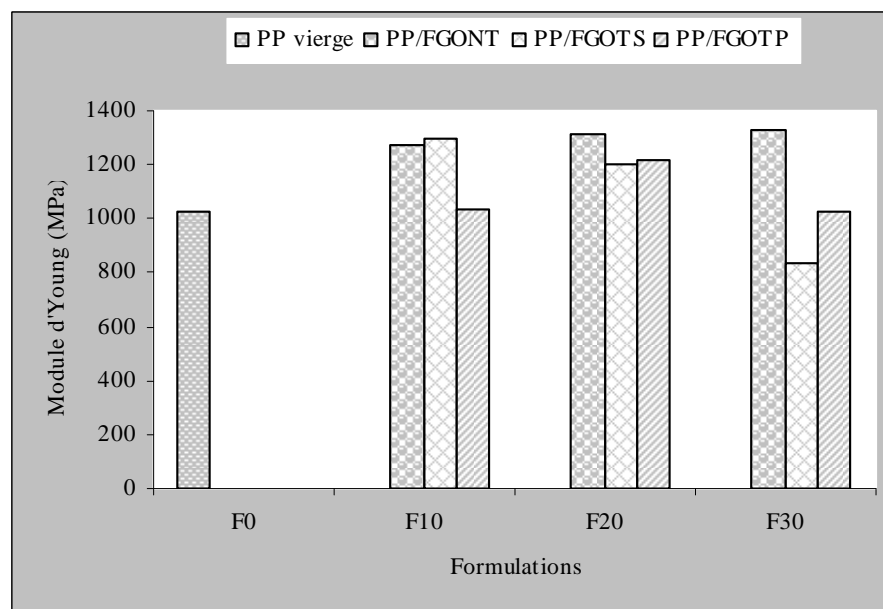


Figure.40 : Évolution du module d'Young en fonction du taux de la farine de grignon d'olive traitée et non traitée.

d) Résistance aux chocs

Les résultats de la résistance aux chocs sont illustrés sur la *figure.41*. Nous constatons que la résistance aux chocs décroît avec l'augmentation du taux de la farine de grignon d'olive traitée ou non traitée, ceci a été déjà confirmé par les travaux de *Andrzej K. Bledzki et al, Ajay Karmarkar et al* [33, 42]. La faible résistance aux chocs peut être attribuée tout simplement,

à la faible adhésion fibre-matrice. Nous pouvons conclure, que le traitement chimique n'a aucun effet significatif sur la résistance aux chocs.

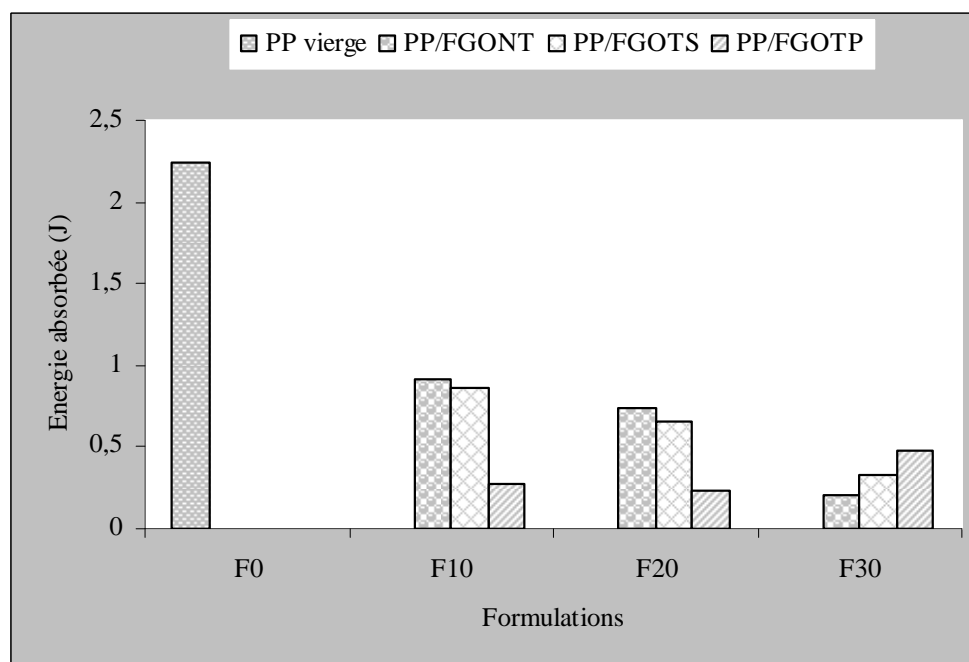


Figure.41 : Évolution de la résistance aux chocs en fonction du taux de la FGO traitée et non traitée

III-3-6 Caractérisation thermique

La stabilité thermique des composites polymère-fibres végétales est un paramètre très important pour le choix des procédés de transformation de ces matériaux est leurs usage. La fabrication de tels matériaux est effectuée à des températures élevées. Ainsi, la dégradation des charges lignocellulosiques peut se produire pendant leurs transformations. A cet effet, les matériaux composites que nous avons élaborés ont été soumis à une analyse thermique (ATG-DTG). Cette analyse a pour but de déterminer l'effet du traitement chimique de la FGO avec le vinyltriacétoxysilane et le PP-g-MA (5% en poids) sur les propriétés thermiques des composites. Plusieurs données thermiques ont été tirées de cette analyse et sont résumées sur le *tableau.13*.

Tableau.13 : Comparaison du comportement thermique des différents composites

<i>Echantillon</i>	<i>Température de début de décomposition (°C)</i>	<i>Gamme de température de la 1^{ière} phase de perte de masse (°C)</i>	<i>1^{ière} phase de perte de masse (%)</i>	<i>Température à 50 % de perte de masse (°C)</i>	<i>température et vitesse max de perte de masse (°C et %/min)</i>	<i>Taux de résidu (%)</i>
<i>F0</i>	305.7	305-424	93.3	385.2	V= 16.09 T= 394.4	7.5
<i>F10N</i>	304.7	304-447	90.53	411.2	V= 21.19 T= 423.0	9.07
<i>F10S</i>	344.6	344-494	75.88	417.4	V= 21.52 T= 422.9	12.21
<i>F10P</i>	342.0	342-457	89.84	418.5	V= 22.24 T= 421.6	10.22
<i>F20N</i>	275.6	275-455	90.08	395.6	V= 16.45 T= 406.5	10.13
<i>F20S</i>	267.4	267-463	90.04	407.1	V= 17.47 T= 414.5	10.09
<i>F20P</i>	317.1	317-447	72.58	408.6	V= 17.41 T= 414.2	12.96
<i>F30N</i>	258.2	258-470	87.06	413.5	V= 15.62 T= 421.9	12.3
<i>F30S</i>	283.6	283-478	84.58	415.6	V= 16.65 T= 422.0	15.21
<i>F30P</i>	267.0	267-540	86.76	397.6	V= 13.79 T= 398.4	12.4

a) Effet du taux de la FGONT sur le comportement thermique des composites

D'après les thermogrammes ATG représentés en *figure.42*, nous observons clairement que les profils de dégradation thermique des composites non traités sont similaires. En effet, nous enregistrons trois stades de dégradation pour les composites, alors qu'on observe qu'un seul stade de dégradation pour le polypropylène.

Le premier stade est situé dans un intervalle de température de 232-308 °C, cette dégradation est attribuée par de nombreux auteurs à la dégradation de l'hémicellulose, le deuxième est

localisé à 308-350 °C attribué à la dégradation de la cellulose, tandis que le troisième stade représente la dégradation du polymère (PP) et de la lignine qui est localisé entre 350- 454 °C. La *figure.42*, montre que l'incorporation de la FGONT dans le polypropène conduit à une diminution de la température de début de décomposition et cette diminution est d'autant plus grande au fur à mesure que l'on augmente le taux de la FGONT, elle est de 305.7 °C pour le PP, de 304.7 °C, 275.6 °C et 258.2 °C pour les formulations F10N, F20N et F30N respectivement. La diminution de la température de début de décomposition est probablement causée par la décomposition des constituants de la FGO. Par contre, en analysant les pics représentés en *figure.43*. On constate, que les vitesses de dégradation maximales enregistrées sont : 21.19, 16.45 et 15.62 (%/min) pour les formulations F10N, F20N et F30N respectivement, correspondant à des températures de dégradation maximales de 423.0 °C, 406.5 °C et 421.9 °C qui sont nettement supérieure à la température maximale du PP qui est de 394.4 °C. En dehors de ce point (T_d), on peut voir clairement que la charge lignocellulosique retarde d'une manière significative la dégradation du polypropylène. Autrement dit, elle joue le rôle d'inhibiteur de la dégradation thermique.

La dégradation thermique du polypropylène s'arrête à 460 °C et il se forme un résidu sec de 7.5 %. En revanche, au de là de cette température (460 °C), les échantillons composites élaborés continuent à subir une lente décomposition. On peut signaler également, que pour les mêmes taux de charge les composites modifiés donnent des taux de résidu plus élevés que les non modifiés (voir le *tableau.13*).

De plus, on peut observer que les composites modifiés par le vinyltriacétoxysilane donnent des taux de résidu plus élevés que ceux modifiés par le PP-g-MA et les non traités. Ceci peut être expliqué par la présence de la silice dans la structure moléculaire de la FGOTS qui possède un caractère minérale, ces résultats concordent avec ceux de A. *Aboulkas et al* [74].

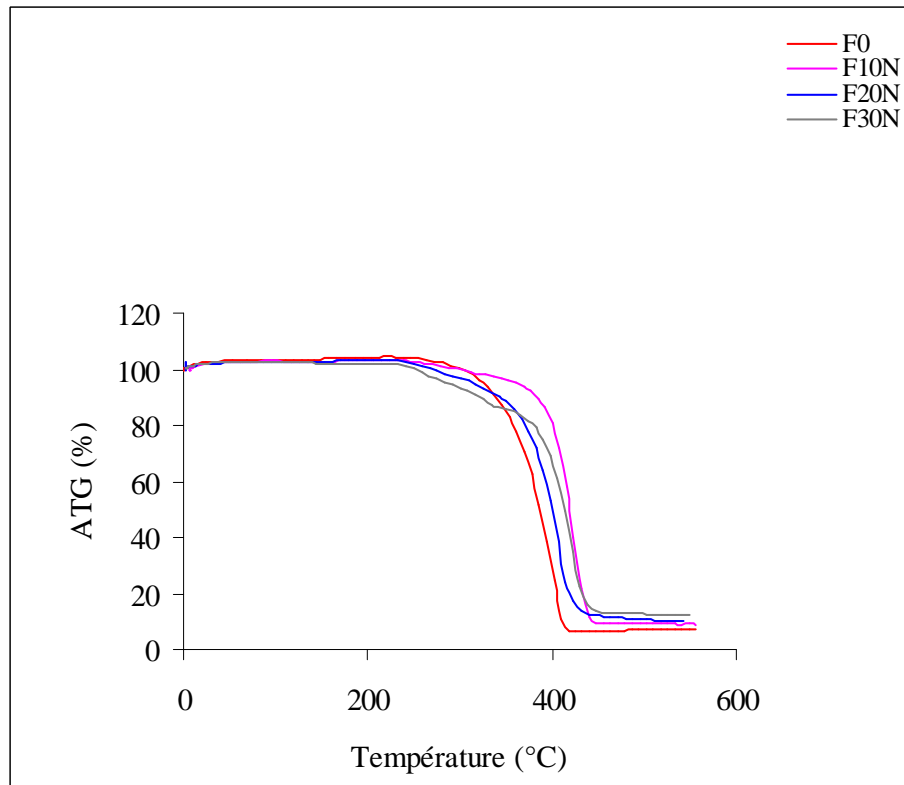


Figure.42 : Thermogrammes ATG des composites non traités.

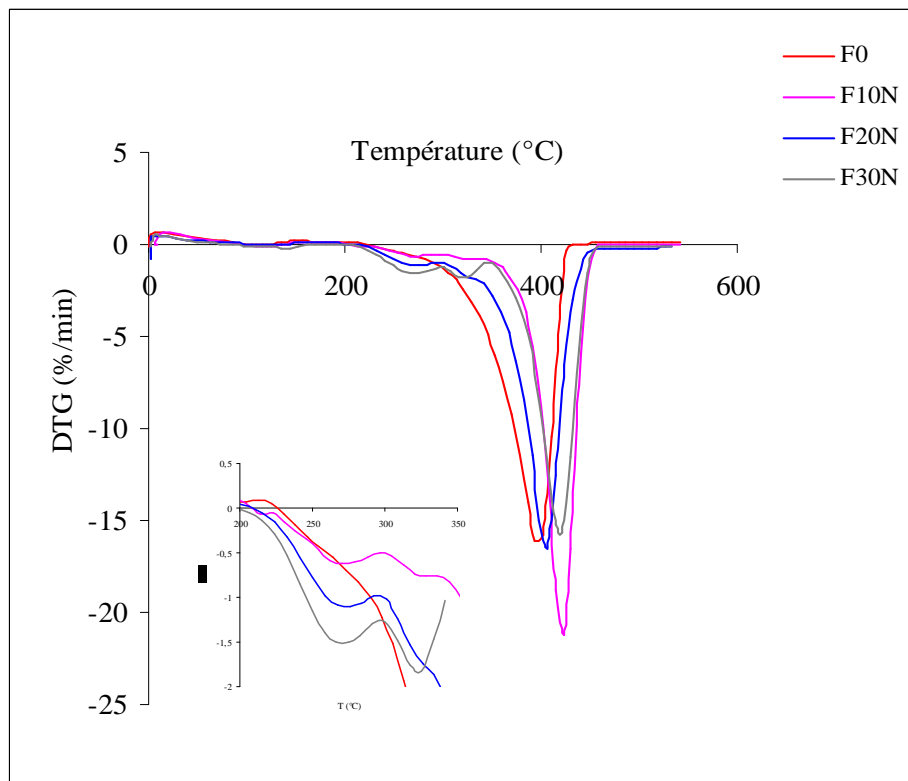


Figure.43 : Thermogrammes DTG des composites non traités.

b) Effet du traitement chimique sur le comportement thermique des composites

✦ Formulation F10

L'effet des différents traitements chimique sur le comportement thermique des composites élaborés est représenté sur *les figures (44 et 45)*.

A travers ces thermogrammes, nous pouvons constater clairement que les traitements chimique contribuent à l'amélioration de la stabilité thermique des composites. En effet, les températures de début de décomposition pour composites traités avec le vinyltriacétoxysilane et le PP-g-MA augmente, elle est de 344.6 °C et 342.0 °C pour les formulations F10S et F10P respectivement comparée à celle du F10N (304.7 °C) et celle du PP (305.7 °C). Ce résultat peut être expliqué par l'augmentation de liaisons hydrogène entre les différents constituants des composites, ces dernières consomment des énergies importantes pour leurs ruptures, conformément aux résultats de *Sonia M.B. Nachtigall [47]*.

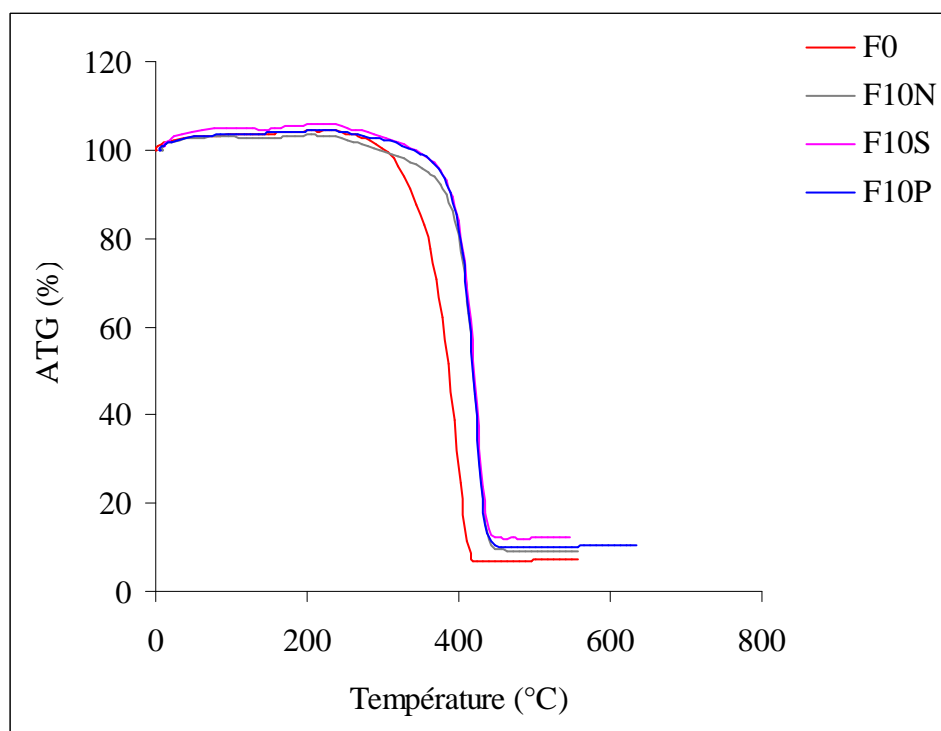


Figure.44 : Thermogrammes ATG des composites PP/FGONT et PP/FGOT obtenus avec 10 % de charge.

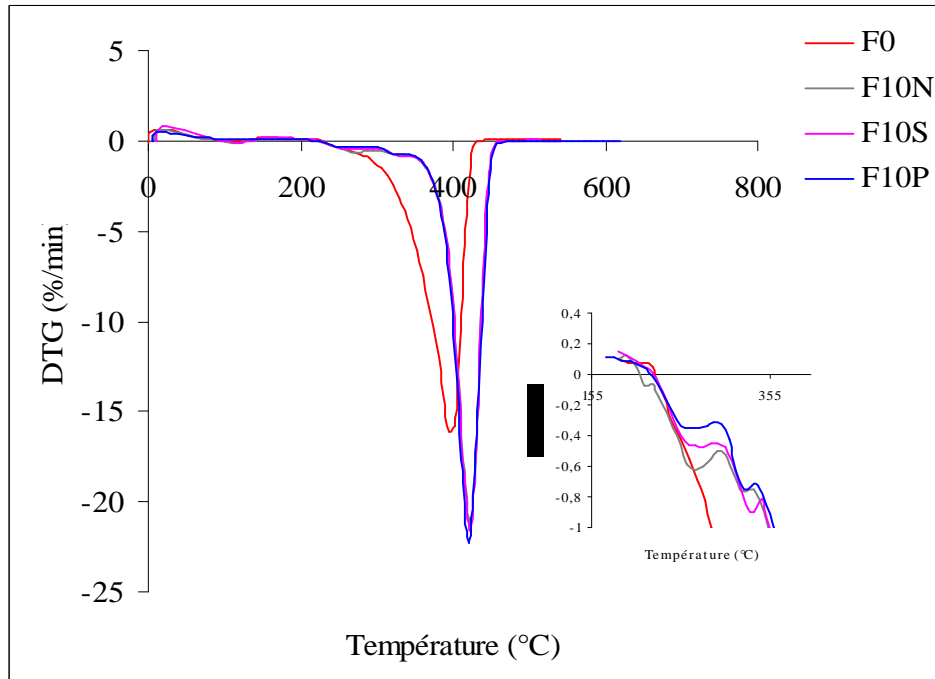


Figure.45 : Thermogrammes DTG des composites PP/FGONT et PP/FGOT obtenus avec 10 % de charge.

➤ **Formulation F20**

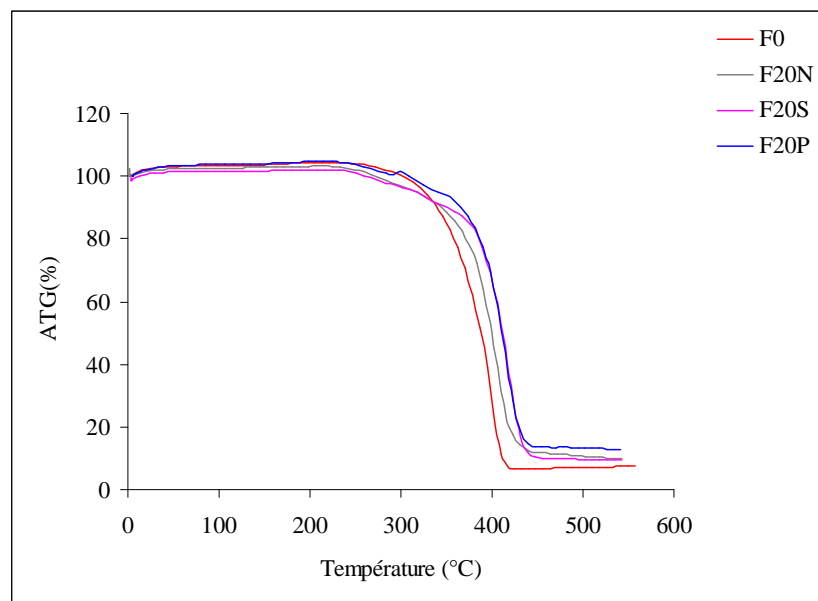


Figure.46 : Thermogrammes ATG des composites PP/FGONT et PP/FGOT obtenus avec 20 % de charge.

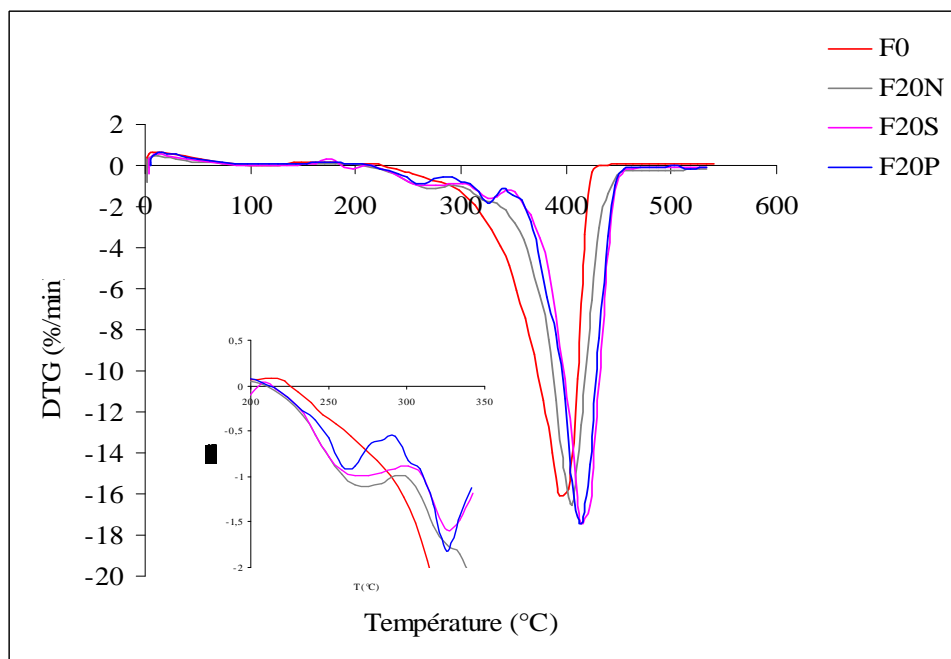


Figure.47 : Thermogrammes DTG des composites PP/FGONT et PP/FGOT obtenus avec 20 % de charge.

➤ **Formulation F30**

D'après les thermogrammes ATG-DTG représentés sur les figures (48 et 49). Nous enregistrons, une légère augmentation de la température de début de décomposition pour les composites traités avec le vinyltriacétoxysilane et le PP-g-MA comparé aux composites non traités, elle est de 283.6 °C et 267°C pour les formulation F30S et F30P respectivement, comparée à 258.2 °C pour la formulation F30N. En analysons les pics représentés sur la figure.49. On peut observer son déplacement vers les plus hautes températures pour les composites élaborés par rapport à la matrice PP. en effet, la vitesse de perte de masse maximale enregistrée pour la formulation F0 (PP vierge) est de 16.09 %/min correspondant à une température maximale de 394.4 °C. En revanche, les matériaux composites élaborés se dégradent à des vitesses inférieures à celle du PP .cela dit, elle est de 15.62, 16.65 et 13.79 %/min pour les formulations F30N, F30S et F30P respectivement, ces vitesses correspondent à des températures maximales de 421.9, 422.0 et 398.4 °C qui sont nettement supérieure à celle du PP.

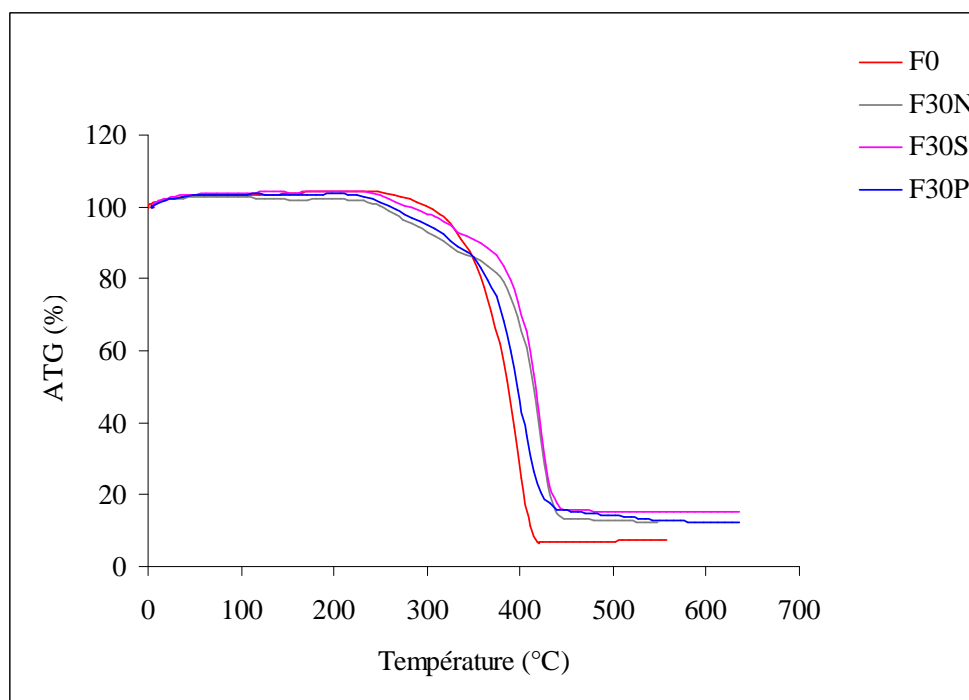


Figure.48 : Thermogrammes ATG des composites PP/FGONT et PP/FGOT obtenus avec 30 % de charge.

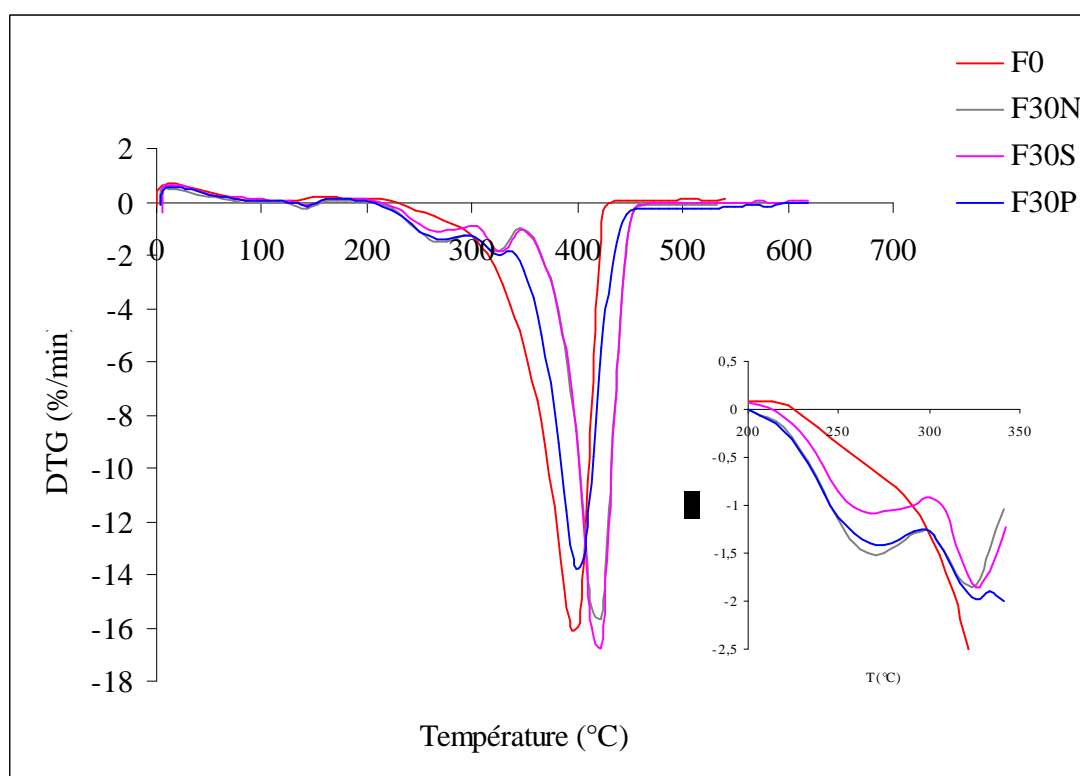


Figure.49 : Thermogrammes DTG des composites PP/FGONT et PP/FGOT obtenus avec 30 % de charge.

CONCLUSION GÉNÉRALE

Conclusion

Cette étude avait pour but d'élaborer et d'étudier des matériaux composites bois/plastique, produits par des procédés de transformation classique (injection suivi d'un moulage par compression). Ces composites sont constitués d'une matrice de polypropylène et de la farine de grignon d'olive de granulométrie inférieure à 100 μm et avec des taux de FGO variant entre 10 et 30 % en poids.

Afin d'améliorer les propriétés d'interface entre le polypropylène et la FGO, nous avons utilisé deux modes de traitement à savoir : le traitement de surface de la farine de grignon d'olive par le vinyltriacétoxysilane et le traitement par un agent compatibilisant (PP-g-MA). Cet agent compatibilisant a été synthétisé au niveau du Laboratoire des Matériaux Organiques de l'Université A. Mira de Béjaïa. Plusieurs techniques de caractérisation ont été utilisées afin de recueillir le maximum d'informations sur la FGO traitée et non traitée, le PP-g-MA et les différents composites élaborés.

Les résultats de la spectroscopie IRTF du PP-g-MA (0,3% de PBO, 25% de l'AM), révèlent que la réaction de greffage de l'AM sur le PP est confirmée par l'apparition des bandes d'absorption à 1785 et 1708 cm^{-1} caractéristique aux groupements carbonyles (C=O) dans le spectre du PP-g-MA. Par ailleurs, l'absence de la bande d'absorption à 1600-1500 cm^{-1} , caractéristique des doubles liaisons a amplement confirmé le greffage de l'AM sur le PP (élimination complète de l'AM non réagi par des lavages à l'acétone).

En outre, le résultat de l'IRTF de la FGO a montré que le caractère hydrophile de cette dernière a diminué, ce qui a été attribué à la substitution des groupements hydroxyles par les groupements de silanols. Ce résultat a été également confirmé par le test d'absorption d'eau des composites. En effet, nous avons observé que le taux d'absorption d'eau des composites traités est inférieur à celui des composites non traités. De plus, l'apparition des bandes d'absorption aux alentours de 950 et 1195 cm^{-1} attribuées aux vibrations asymétriques des liaisons Si-O-Si et Si-O-CH₃ est une signature de la réaction de silanisation.

Nous avons également étudié, le comportement mécanique des composites PP/FGO. Les résultats montrent que les propriétés mécaniques (Contrainte à la rupture,

Allongement à la rupture et Résistance aux chocs) diminuent au fur et à mesure que le taux de la FGONT augmente. Ceci est attribué à la mauvaise dispersion de la farine dans la matrice, formant ainsi des agrégats qui conduisent à la fragilisation du système composite.

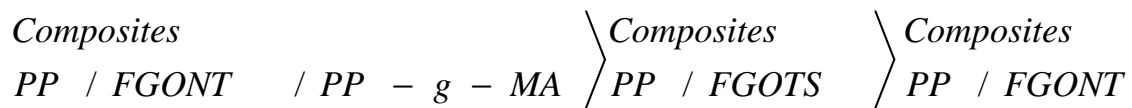
Nous constatons également que les composites traités par le PP-g-MA (F10 et F20) présentent de meilleures résistances à la traction comparée à ceux traités par le vinyltriacétoxy silane. Ceci peut être expliqué par la capacité du PP-g-MA à former de fortes liaisons interfaciales entre le PP et la FGO et par conséquent un meilleur transfert de contrainte entre les deux phases.

En conclusion, les deux traitements chimiques contribuent à l'amélioration des propriétés interfaciales PP-FGO. Cela se traduit par l'obtention de meilleures propriétés mécaniques (module d'Young plus important).

En revanche, l'allongement à la rupture subit une nette diminution quelque soit le taux de charge et la nature du traitement.

L'incorporation de la FGO traitée et non traitée améliore la stabilité thermique des composites. Toutefois, l'utilisation de l'agent compatibilisant PP-g-MA apporte une meilleure stabilité thermique par rapport au traitement de la FGO par le VTAS et la FGONT.

Stabilité thermique



PERSPECTIVE

Perspective

Pour compléter et développer mieux cette étude nous recommandons d'étudier l'effet du traitement chimique sur le vieillissement thermique et photochimique des composites.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques

[01]: *IBRAHIM Mohamed Haisam*, élaboration de matériaux composites modèles unifilamentaires à fibres longues SiC et matrice silice sol-gel et caractérisation micromécanique de l'interface, Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 1997.

[02]: *Young Kuk CHOI*, réalisation et caractérisation de composites hybrides verre/epoxy/Ni-Ti adaptatifs, Thèse de doctorat, Lyon, 2002.

[03]: *FRANCK MICHAUD*, rhéologie de panneaux composites Bois/thermoplastiques Sous chargement thermomécanique : Aptitude au postformage, Thèse de doctorat, université laval Québec, Canada et université Bordeaux, France, 2003.

[04]: *Maya Jacob John, Rajesh D. Anandjiwala*, Recent Developments in Chemical Modification and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Composites, Polymer Composites, (in press).

[05]: *D. Metin, F. Tihminliog, D. Balkose, S. U lku*, The effect of interfacial interactions on the mechanical properties of polypropylene/natural zeolite composites, Composites: Part A 35, 23–32, 2004.

[06]: *Gay, Daniel*, Matériaux Composites, 4ème Edition, Paris, Hermès 1997.

[07]: *Alireza Ashori*, Wood–plastic composites as promising green-composites for automotive industries, Bioresource Technology, 2008.

[08]: *Geoff Pritchard*, Two technologies merge: wood plastic composites, Plastics Additives & Compounding, Elsevier, 2004.

[09]: *Barun S. Gupta, Isabela Reiniati, Marie-Pierre G. Laborie*, Surface properties and adhesion of wood fiber reinforced thermoplastic composites, Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects, 302, 388–395, 2007.

[10]: *S. Panthapulakkal, A. Zereshkian, M. Sain*, Preparation and characterization of wheat straw fibers for reinforcing application in injection molded thermoplastic composites, Bioresource Technology, 97, 265–272, 2006.

[11]: *Gi Young Jeong*, fracture behavior of wood plastic composite (WPC), Louisiana state University, 2005.

[12]: *Marcelo HERNANDEZ AVILA*, étude de mélange ternaires epoxy/PMMA/Montmorillonite. Elaboration, contrôle de la morphologie et des propriétés, Thèse de doctorat, Institut National des sciences appliquées de Lyon, 2007.

[13]: *A. Negrier, j.c. Rigal*, présentation des matériaux composites, technique de L'ingénieur, traité généralités, A7790, 1993.

[14] : *David SEDAN*, Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite, Thèse de doctorat, l'Université de Limoges, 2007.

[15] : *Stéphane HUGUET*, Application de classificateurs aux données d'émission acoustique : identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement dans les composites à matrice polymère, Thèse de doctorat, Institut national des sciences appliquées de Lyon, 2002.

[16] : *Gilles OLIVE*, Chimie des Matériaux, Ecole Industrielle et Commerciale de la ville de NAMUR, 3^{ème} Edition, 2005.

[17] : *Hans-Henning Kausch, Nicole Heymans, Christopher John Plummer, Pierre Decroly*, Matériaux polymères : Propriétés mécaniques et physiques, Traité des Matériaux, Presses Polytechniques et Université ROMANDES, 2001.

[18] : *S. Ch. Turmanova, S. D. Genieva*, Non-isothermal degradation kinetics of filled with rise husk ash polypropylene composites, eXPRESS Polymer Letters, 133–146, 2008.

[19] : *Sandor FÜZESEERY*, Polypropylènes, Techniques de l'Ingénieur, traité plastiques, A3320.

[20] : *Ian Hamerton*, Polymers, the Environment and Sustainable Development, Wiley Editorial Offices, HANDBOOK, 2003.

[21] : *Dr. Gilles OLIVE*, Chimie des Matériaux, 3^{ème} Edition, Techniques de l'ingénieur traité généralités, 2005.

[22] : *Mariano Pracella, Donatella Chionna, Irene Anguillesi, Zbigniew Kulinski, Ewa Piorkowska*, Functionalization, compatibilization and properties of polypropylene composites with Hemp fibres, Composites Science and Technology, 66, 2218–2230, 2006.

[23] : *Céline GENEAU*, procédé d'élaboration d'agromatériau composite naturel par extrusion bivis et injection moulage de tourteau de tournesol, Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2006.

[24] : *Georgios Taralas, Michael G. Kontominas*, Pyrolysis of solid residues commencing from the olive oil food industry for potential hydrogen production, J. Anal. Appl. Pyrolysis, 76, 109–116, 2006.

[25] : *Ana M. Anselmo, Lina Baeta-Hall, M. Lourdes Bartolomeu, M. Fernanda Rosa*, Bio-degradation of olive oil husks in composting aerated piles, Bioresource Technology, 96, 69–78, 2005.

[26] : *G. Alfano, C. Belli, G. Lustrato, G. Ranalli*, Pile composting of two-phase centrifuged olive husk residues: Technical solutions and quality of cured compost, Bioresource Technology, (in press).

- [27] : *A. Taurino, S. Capone, C. Distante, M. Epifani, R. Rella, P. Siciliano*, Recognition of olive oils by means of an integrated sol-gel SnO₂ Electronic Nose, *Thin Solid Films*, 418, 59–65, 2002.
- [28] : *Antonio López-Piñeiro, Sergio Murillo, Carla Barreto, Ana Muñoz José M. Rato, Angel Albarrán, Arturo García*, Changes in organic matter and residual effect of amendment with two-phase olive-mill waste on degraded agricultural soils, *Science of the Total Environment* 378, 84–89, 2007.
- [29] : *R. Derriche, K.S. Berrahmoune*, Valorisation of olive oil cake by extraction of hemicelluloses, *Journal of Food Engineering*, 78, 1149–1154, 2007.
- [30] : *Maurizio Canetti, Fabio Bertini, Aurelio De Chirico, Guido Audisio*, thermal degradation behaviour of isotactic polypropylene blended with lignin, *Polymer Degradation and Stability*, 91, 494-498, 2006.
- [31] : *N.E. Zafeiropoulos, D.R. Williams, C.A. Baillie, F.L. Matthews*, Engineering and characterisation of the interface in flax fibre/polypropylene composite materials. Part I. Development and investigation of surface treatments, *Composites, Part A* 33, 1083–1093, 2002.
- [32] : *B.F. Abu-Sharkh, H. Hamid*, Degradation study of date palm fibre/polypropylene composites in natural and artificial weathering: mechanical and thermal analysis, *Polymer Degradation and Stability*, 85, 967-973, 2004.
- [33] : *Andrzej K. Bledzki, Omar Faruk*, Creep and impact properties of wood fibre/polypropylene composites: influence of temperature and moisture content, *Composites Science and Technology*, 64, 693–700, 2004.
- [34] : *Rosilei Aparecida Garcia*, amélioration de la stabilité dimensionnelle des panneaux de fibre de bois MDF par traitement physique- chimiques, Thèse de doctorat, décembre 2005.
- [35] : *A. K. Bledzki, V. Speber, S. Theris, J. Gassan, S. Nichiboni*, wood filler thermoplastique as an alternative to naturel wood, *Polym.Sci.Tech*, 26, 1999.
- [36] : *L. Podgorki, B. Chevet, L. Onic*, modification of wood wettability by plasma and corona treatments, *J. Adhesion*, 2000.
- [37] : *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*, 467–473, 2007.
- [38] : *Claude Bathias*, matériau composite, Dunod, Paris 2005.
- [39] : *V. Tserki, N.E. Zafeiropoulos, F. Simon, C. Panayiotou*, A study of the effect of acetylation and propionylation surface treatments on natural fibres, *Composites, Part A* 36, 1110–1118, 2005.

- [40] : *H.D. Rozman , M.J. Saad, Z.A. Mohd Ishak*, Flexural and impact properties of oil palm empty fruit bunch (EFB)–polypropylene composites—the effect of maleic anhydride chemical modification of EFB, *Polymer Testing*, 22, 335–341, 2003.
- [41] : *Hee-Soo Kim, Sumin Kim, Hyun-Joong Kim, Han-Seung Yang*, Thermal properties of bio-flour-filled polyolefin composites with different compatibilizing agent type and content, *Thermochimica Acta*, 451, 181–188, 2006.
- [42] : *Ajay Karmarkar, S.S. Chauhan, Jayant M. Modak, Manas Chanda*, Mechanical properties of wood–fiber reinforced polypropylene composites: Effect of a novel compatibilizer with isocyanate functional group, *Composites, Part A* 38, 227–233, 2007.
- [43] : *P.V. Joseph, Marcelo S. Rabello, L.H.C. Mattoso, Kuruvilla Joseph, Sabu Thomas*, Environmental effects on the degradation behaviour of sisal fibre reinforced polypropylene composites, *Composites Science and Technology*, 62, 1357–1372, 2002.
- [44] : *H. Demir, U. Atikler, D. Balkose, F. Tihminlioglu*, The effect of fiber surface treatments on the tensile and water sorption properties of polypropylene–luffa fiber composites, *Composites, Part A* 37, 447–456, 2006.
- [45] : *M. Abdelmouleh, S. Boufi, M.N. Belgacem, A. Dufresne*, Short natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites: Effect of silane coupling agents and fibres loading, *Composites Science and Technology*, 67, b1627–1639, 2007.
- [46] : *A. K. Bledzki, A. A. Mamun, O. Faruk*, Abaca fibre reinforced PP composites and comparison with jute and flax fibre PP composites, *eXPRESS Polymer Letters*, 755–762, 2007.
- [47] : *Sonia M.B. Nachtigall, Graziela S. Cerveira, Simone M.L. Rosa*, New polymeric-coupling agent for polypropylene/wood-flour composites, *Polymer Testing*, 26, 619–628, 2007.
- [48] : *Livia Danyadi, Tunde Janecska, Zoltan Szabo, Gabor Nagy, Janos Moczó, Bela Pukanszky*, Wood flour filled PP composites: Compatibilization and adhesion, *Composites Science and Technology*, 67, 2838–2846, 2007.
- [49] : *Wulin Qiu, Takashi Endo, Takahiro Hirotsu*, Structure and properties of composites of highly crystalline cellulose with polypropylene: Effects of polypropylene molecular weight, *European Polymer Journal*, 42, 1059–1068, 2006.
- [50] : *Zita Dominkovics, Livia Danyadi, Bela Pukanszky*, Surface modification of wood flour and its effect on the properties of PP/wood composites, *Composites, Part A* 38, 1893–1901, 2007.
- [51] : *P.J. Herrera-Franco, A. Valadez-Gonzalez*, Mechanical properties of continuous natural fibre-reinforced polymer composites. *Composites, Part A* 35, 339–345, 2004.
- [52] : *C. Panayiotou*, Novel biodegradable composites based on treated lignocellulosic waste flour as filler. Part I. Surface chemical modification and characterization of waste flour, *Composites, Part A* 36, 965–974, 2005.

- [53]: *H. Djidjelli, D. Benachour, A. Boukerrou, O. Zefouni, J. Martinez-Véga, J. Farenc, M. Kaci*, Thermal, dielectric and mechanical study of poly(vinyl chloride)/olive pomace composites, *eXPRESS Polymer Letters*, 846–852, 2007.
- [54]: *Magnus Bengtsson, Kristiina Oksman*, The use of silane technology in cross linking polyethylene/wood flour composites, *Composites, Part A* 37, 752–765, 2006.
- [55]: *C. Nah, C.K. Hong, I. Hwang, N. Kim, D.H. Park, B.S. Hwang*, Mechanical properties of silanized jute–polypropylene composites, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 14, 71–76, 2008.
- [56]: *Hee-Soo Kim, Byoung-Ho Lee, Seung-Woo Choi, Sumin Kim, Hyun-Joong Kim*, The effect of types of maleic anhydride-grafted polypropylene (MAPP) on the interfacial adhesion properties of bio-flour-filled polypropylene composites, *Hyun-Joong Kim, Composites, Part A* 38, 1473–1482, 2007.
- [57]: *X. Y. Liu, G. C. Dai*, Surface modification and micromechanical properties of jute fiber mat reinforced polypropylene composites, *express Polymer Letters*, 299–307, 2007.
- [58]: *J.M. Garcia Martinez, Laguna et E.P collar*, *J. Poly. Scie*, 483-495, 1998.
- [59]: *Nouara DJILALI*, étude et valorisation du grignon d’olive dans le domaine des composites, Mémoire de Magister, Université A. Mira de Béjaïa, 2008.
- [60]: *G. Gardea-Hernandez, R. Ibarra-Gomez, S.G. Flores-Gallardo, C.A. Hernandez-Escobar, P.Perez-Romo, E.A. Zaragoza-Contreras*, Fast wood fiber esterification. I. Reaction with oxalic acid and cetyl alcohol, *Carbohydrate Polymers*, 71, 1–8, 2008.
- [61]: *Wei Wang*, *Handbook of polymers in drug delivery*, *Polymer Characterization Techniques*, Taylor & Francis Group, LLC, 2006.
- [62]: *Edith Mader, Thi-Thu-Loan Doan, Hanna Brodowsky*, Jute fibre/polypropylene composites II. Thermal, hydrothermal and dynamic mechanical behaviour, *Composites Science and Technology*, 67, 2707–2714, 2007.
- [63]: *K.L. Fung, X.S. Xing, R.K.Y. Li, S.C. Tjong, Y.-W. Mai*, An investigation on the processing of sisal fibre reinforced polypropylene composites, *Composites Science and Technology*, 63, 1255–1258, 2003.
- [64]: *S. Saikrasun, S. Saengsuwan*, Thermal decomposition kinetics of in situ reinforcing composite based on polypropylene and liquid crystalline polymer, *Journal of Materials Processing Technology*, 209, 3490-3500, 2009.
- [65]: *Md. Rezaur Rahman, Md. Monimul Huque, Md. Nazrul Islam, Mahbub Hasan*, Mechanical properties of polypropylene composites reinforced with chemically treated abaca, *Composites, Part A* 40, 511–517, 2009.

- [66]: *S. Th. Georgopoulos, P.A. Tarantili, E. Avgerinos, A.G. Andreopoulos, E.G. Koukios*, Thermoplastic polymers reinforced with fibrous agricultural residues, *Polymer Degradation and Stability*, 90, 303-312, 2005.
- [67]: *Andrzej K. Bledzki, Omar Faruk*, Injection moulded microcellular wood fibre-polypropylene composites, *Composites, Part A* 37, 1358–1367, 2006.
- [68]: *K.Y. Lin, M. Xanthos, K.K. Sirkar*, Novel polypropylene-based microporous membranes via spherulitic deformation, *Journal of Membrane Science*, 330, 267–278, 2009.
- [69]: *X. L. Jiang, K. Sun, Y. X. Zhang*, Effects of dynamical cure and compatibilization on the morphology and properties of the PP/epoxy blends, *eXPRESS Polymer Letters*, 283–291, 2007.
- [70]: *A.K. Bledzki, M. Letman, A. Viksne, L. Rence*, A comparison of compounding processes and wood type for wood fibre-PP composites, *Composites, Part A* 36, 789–797, 2005.
- [71]: *M. Khalid, C.T. Ratnam, T.G. Chuah, Salmiaton Ali, Thomas S.Y. Choong*, Comparative study of polypropylene composites reinforced with oil palm empty fruit bunch fiber and oil palm derived cellulose, *Materials and Design*, 29, 173–178, 2008.
- [72]: *J. Martinez Urreaga, M.U. de la Orden, C. Gonzalez Sanchez, M. Gonzalez Quesada*, Novel polypropylene–cellulose composites using polyethylenimine as coupling agent, *Composites, Part A* 38, 2005–2012, 2007.
- [73]: *L. Dobircau, P.A. Sreekumar, R. Saiah, N. Leblanc, C. Terrié, R. Gattin, J.M. Saiter*, Wheat flour thermoplastic matrix reinforced by waste cotton fibre: Agro-green-composites, *Composites, Part A* 40, 329–334, 2009.
- [74]: *A. Aboulkas, K. El harfi, A. El bouadili, M. Nadifiyine, M. Benchanaa, A. Mokhlisse*, Pyrolysis kinetics of olive residue/plastic mixtures by non-isothermal thermogravimetry, *Fuel Processing Technology* (in press)

ANNEXE

➤ **Résultats d'analyse thermique (ATG-DTG) de la farine de grignon d'olive**

<i>FGO non traité</i>			<i>FGO traité par les silanes</i>		
<i>(%) TG</i>	<i>(°C) T</i>	<i>(%/min) DTG</i>	<i>(%) TG</i>	<i>(°C) T</i>	<i>(%/min) DTG</i>
99,529	7,7		99,846	7,1	
99,579	7,9	-0,008	99,846	7,1	-0,0088
99,579	8	-0,0116	99,846	7,1	-0,0059
99,529	8,4	0,0011	99,846	7,1	0,0398
99,529	8,5	0,0926	99,884	7,2	0,1465
99,728	8,9	0,2845	100,077	8,4	0,2647
100,025	10,6	0,4716	100,347	11	0,3513
100,471	14,7	0,5686	100,655	15,7	0,3871
100,966	22,1	0,5124	101,002	23,4	0,346
101,362	33,6	0,307	101,234	34,4	0,2077
101,56	47,9	-0,0029	101,349	48	-0,0099
101,362	63,6	-0,2994	101,272	62,8	-0,2192
101,015	80,1	-0,4173	100,964	78,5	-0,3129
100,619	94,4	-0,3378	100,655	92,5	-0,272
100,421	107,2	-0,192	100,501	105,2	-0,1739
100,322	117,7	-0,0867	100,386	116,2	-0,0867
100,272	126	-0,0152	100,347	125,2	-0,0274
100,322	133,1	0,032	100,386	133	0,0057
100,371	140,1	0,0646	100,347	140,6	0,0249
100,471	147,1	0,0849	100,424	148,1	0,0294
100,52	154,8	0,0773	100,424	155,9	0,0105
100,57	163,2	0,0414	100,424	164,2	-0,0257
100,57	172,7	-0,0268	100,386	173,2	-0,0811
100,52	182,4	-0,1332	100,27	182,6	-0,1616
100,371	192,1	-0,2827	100,154	191,9	-0,2818
100,074	201,7	-0,4688	99,846	201,3	-0,4899
99,629	210,9	-0,6499	99,345	210,6	-0,856
98,935	219,4	-0,8418	98,419	219,2	-1,4449
98,242	227,7	-1,2264	96,993	227,7	-2,2441
97,053	235,7	-1,9507	94,719	235,8	-3,0897
94,973	243,9	-3,0012	91,789	244,1	-3,7415
92,001	252,1	-4,1119	88,396	252	-4,0398
88,138	260,6	-4,8811	84,965	260,3	-4,0174
83,829	269,1	-5,1413	81,727	268,7	-3,8505
79,47	277,2	-5,0317	78,566	277,1	-3,7138
75,409	285,4	-4,7817	75,52	285,5	-3,6856
71,446	293,6	-4,6042	72,475	293,9	-3,7616
67,781	301,8	-4,7291	69,314	302	-3,9844

63,72	310	-5,4018	65,883	309,9	-4,5888
58,866	318,1	-6,6373	61,796	317,9	-5,9339
52,675	326,2	-7,4849	56,13	325,8	-7,6257
45,939	334,2	-6,2857	48,728	333,7	-7,6406
41,778	342,2	-3,5179	42,753	341,9	-5,0697
40,292	350,2	-1,5697	40,247	350,2	-2,3122
39,5	358,1	-0,9819	39,283	358,4	-1,1486
38,757	366,2	-0,8701	38,512	366,4	-0,9269
38,063	374,3	-0,828	37,741	374,5	-0,8893
37,32	382,4	-0,7888	37,008	382,3	-0,8653
36,677	390,3	-0,7315	36,315	390,3	-0,8295
36,181	398,2	-0,6626	35,621	398,1	-0,7693
35,636	405,9	-0,5918	35,004	406	-0,6911
35,191	413,7	-0,5229	34,464	413,8	-0,6086
34,794	421,6	-0,4634	34,002	421,7	-0,5301
34,448	429,6	-0,4216	33,616	429,5	-0,468
34,052	437,4	-0,3817	33,269	437,2	-0,4265
33,754	445,2	-0,3491	32,922	445,1	-0,3889
33,457	452,9	-0,3193	32,614	452,9	-0,3522
33,21	460,6	-0,2946	32,305	460,7	-0,3287
32,912	468,3	-0,2779	31,997	468,6	-0,3149
32,714	476,1	-0,2638	31,804	476,6	-0,3022
32,566	483,8	-0,2529	31,573	484,3	-0,2875
32,368	491,6	-0,2446	31,38	492,1	-0,2785
32,169	499,4	-0,2362	31,149	499,9	-0,2714
31,971	507,1	-0,2322	30,84	507,7	-0,2624
31,773	514,9	-0,2228	30,648	515,4	-0,2542
31,625	522,7	-0,2141	30,493	522,9	-0,242
31,426	530,5	-0,2046	30,301	530,4	-0,2268
31,278	538,4	-0,1967	30,069	538,1	-0,2189
31,08	546,2	-0,1869	29,877	545,9	-0,209
30,981	553,9	-0,1742	29,761	553,6	-0,1974
30,832	561,7	-0,1604	29,568	561,5	-0,1833
30,684	569,6	-0,1506	29,414	569,4	-0,1748
30,584	577,3	-0,1437	29,298	577,3	-0,168
30,436	584,9	-0,127	29,183	585,1	-0,1565
30,238	592,6	-0,1125	28,99	592,9	-0,1418
30,139	600,3	-0,0994	28,951	600,6	-0,1276
30,089	608	-0,0907	28,836	608,3	-0,1197
30,04	616	-0,0845	28,682	616,2	-0,1107
30,04	623,7	-0,0791	28,643	623,9	-0,1039
29,99	631,6	-0,0805	28,527	631,8	-0,1028
29,891	639,3	-0,0882	28,489	639,7	-0,109
29,792	646,9	-0,0896	28,296	647,6	-0,1183

29,693	654,7	-0,0973	28,296	655,6	-0,1164
29,643	662,5	-0,0987	28,103	663,4	-0,1124
29,594	670,3	-0,1012	28,103	670,9	-0,1158
29,495	678,1	-0,1052	27,949	678,5	-0,1135
29,396	686	-0,1121	27,911	686,5	-0,1124
29,198	693,8	-0,119	27,756	694,1	-0,1164
29,148	701,5	-0,1205	27,718	701,9	-0,12
29,099	709,3	-0,1219	27,564	709,8	-0,1175
29	717,1	-0,1219	27,525	717,5	-0,1141
28,9	725,1	-0,1205	27,371	725,3	-0,111
28,801	733		27,332	733,2	
28,702	740,8		27,178	740,8	

➤ **Résultats d'analyse thermique (ATG-DTG) du PP et le PP-g-MA**

<i>Polypropylène</i>			<i>PP-g-MA</i>		
<i>TG (%)</i>	<i>T (°C)</i>	<i>DTG (%/min)</i>	<i>TG (%)</i>	<i>T (°C)</i>	<i>DTG (%/min)</i>
99,994	12,7		99,987	13,1	
99,971	12,7	-0,0019	99,987	13,1	-0,0094
99,971	12,6	-0,0003	99,936	13,1	-0,0007
99,971	12,6	0,0093	99,936	13,1	0,0513
99,971	12,6	0,0482	99,987	13,1	0,1579
100,04	13,1	0,1103	100,192	13,9	0,2841
100,156	14,4	0,1733	100,498	15,8	0,401
100,317	17,6	0,2217	100,907	19,7	0,4889
100,525	22,9	0,246	101,316	26	0,517
100,756	31,4	0,2403	101,725	35,4	0,4769
100,94	43,1	0,2006	102,184	47,5	0,3811
101,079	56,5	0,1415	102,338	61,5	0,261
101,171	71,9	0,0837	102,542	76,7	0,1344
101,217	87,2	0,0382	102,644	91	-0,0098
101,24	101,1	0,0106	102,491	104	-0,2703
101,24	113,6	0,001	102,184	115,4	-0,8801
101,217	123,9	0,0052	101,214	124,7	-1,8942
101,263	132,6	0,0157	99,914	132,6	-2,312
101,24	140,2	0,0301	97,024	140,1	-1,3949
101,286	147,2	0,0433	96,666	147,6	-0,3811
101,332	154,4	0,0524	96,615	155,9	-0,0565
101,379	162,9	0,0565	96,564	164,2	-0,0124
101,425	171,7	0,0582	96,564	173,3	-0,0161
101,471	181	0,0535	96,564	182,7	-0,0247
101,517	190,3	0,0463	96,564	192	-0,0266
101,54	199,7	0,0382	96,564	201,3	-0,0337

101,609	209,1	0,0342	96,461	210,3	-0,0333
101,632	218	0,0338	96,461	219	-0,0295
101,632	226,4	0,0322	96,41	227,2	-0,0243
101,656	234,8	0,0323	96,41	235,4	-0,0157
101,679	243	0,0331	96,359	243,6	-0,0071
101,725	251,1	0,0335	96,41	251,8	-0,006
101,748	259,3	0,0325	96,41	260,1	-0,0079
101,794	267,7	0,0293	96,359	268,6	-0,0097
101,817	276	0,0231	96,41	277	-0,0202
101,817	284,3	0,0176	96,308	285,2	-0,0105
101,84	292,6	0,0095	96,359	293,2	-0,0135
101,84	301	-0,0014	96,308	301,4	-0,0348
101,817	309	-0,0149	96,206	309,4	-0,0359
101,817	317,2	-0,0343	96,308	317,4	-0,0535
101,771	325,2	-0,0556	96,206	325,6	-0,0947
101,702	333,2	-0,082	96,155	333,6	-0,1576
101,609	341,1	-0,1283	95,899	341,7	-0,2549
101,517	349,1	-0,206	95,746	349,8	-0,3703
101,263	357,2	-0,3344	95,337	357,9	-0,511
100,963	365,1	-0,6085	94,826	365,9	-0,7536
100,34	373	-1,1748	94,162	373,9	-1,1916
99,094	380,8	-2,1435	92,936	381,7	-1,7924
96,879	388,4	-3,7095	91,198	389,5	-2,68
93,118	396,1	-6,4458	88,592	397,3	-4,3533
86,496	403,6	-11,4146	84,198	405	-7,5836
71,544	411,1	-18,801	76,277	412,6	-13,2392
55,186	418,6	-25,09	62,481	420,2	-20,6064
31,605	426,1	-24,7909	41,684	427,9	-24,795
12,015	434,6	-16,6194	19,251	436,1	-19,7705
3,501	443,8	-6,4602	7,448	444,7	-8,9353
2,463	452	-1,1072	5,353	452,8	-1,9167
2,417	460	-0,0353	5,301	460,6	-0,1265
2,44	468	0,0184	5,301	468,4	0,0314
2,486	476,1	0,0184	5,28	476,3	0,0359
2,486	484,1	0,0191	5,404	484	0,0367
2,509	491,9	0,0181	5,455	491,7	0,0378
2,486	499,7	0,0176	5,455	499,6	0,0356
2,555	507,5	0,0161	5,506	507,4	0,0225
2,532	515,2	0,0169	5,506	515,4	0,0206
2,555	522,8	0,0157	5,506	523,1	0,0277
2,602	530,5	0,0135	5,557	530,9	0,0247
2,578	538,5	0,0167	5,608	538,7	0,0262
2,602	546,4	0,0196	5,557	546,4	0,0285
2,602	554,2	0,0223	5,608	554,1	0,0292

2,648	562	0,0166	5,608	562	0,0247
2,671	569,8	0,0142	5,659	570	0,0176
2,625	577,4	0,0169	5,659	577,9	0,024
2,694	585,2	0,0162	5,71	585,8	0,0251
2,671	593	0,0152	5,71	593,5	0,0236
2,671	600,8	0,0242	5,71	601,1	0,0221
2,74	608,5	0,0264	5,608	608,9	0,0255
2,717	616,2	0,0184	5,659	616,6	0,0232
2,74	623,9	0,0112	5,761	624,4	0,0191
2,786	631,7	0,0059	5,812	632,3	0,027
2,763	639,7	0,0098	5,761	640,1	0,0232
2,74	647,5	0,0223	5,812	647,6	0,0176
2,832	655,3	0,0248	5,864	655,3	0,009
2,832	663,1	0,0164	5,864	663	0,0079
2,809	670,9	0,0101	5,864	670,8	0,0168
2,786	678,6	0,013	5,915	678,5	0,0172
2,855	686,6	0,0115	5,915	686,5	0,0168
2,855	694,4	0,013	5,915	694,3	0,0112
2,901	702,1	0,0122	5,915	702,1	-0,009
2,855	709,9	0,0125	5,864	709,9	-1,151E+306
2,878	717,7	0,0112	5,812	717,6	0,0034
2,855	725,4	0,014	5,864	725,4	-0,0026
2,925	733,4		5,864	733,3	
2,948	741,2		5,761	741	

➤ **Résultats du test de la dureté Shore D (méthode d'essai MTD-DSM)**

Formulations	Dureté					Dureté moy
	1	2	3	4	5	
F0	74	73	73	73	73	73,2
F10N	74	74	75	74	73	74
F10S	74	73	74	74	73	73,6
F10P	74	75	73	74	73	73,8
F20N	75	75	75	74	75	74,8
F20S	74	74	75	75	74	74,4
F20P	74	74	75	75	74	74,4
F30N	75	75	75	75	74	74,8
F30S	74	74	75	75	74	74,4
F30P	74	75	75	74	75	74,6

➤ **Résultats du test de densité (Norme ISO 1183)**

<i>Formulations</i>	<i>Densité</i>
F0	0,9162
F10N	0,987
F10S	0,9477
F10P	0,9169
F20N	0,9744
F20S	0,9765
F20P	0,9717
F30N	0,9485
F30S	0,9745
F30P	0,9523

➤ **Résultats du test d'absorption d'eau**

<i>Formulations</i>	<i>Temps</i>	<i>Mi</i>	<i>Mf</i>	<i>Abs (%)</i>
<i>F0</i>	0			0
	24	0,5281	0,5282	0,0189
	51	0,4675	0,4676	0,0214
	74	0,5165	0,5167	0,0387
	96	0,5173	0,5175	0,0387
	120	0,4790	0,4792	0,0418
	146	0,4848	0,4850	0,0413
	<i>F10N</i>	0		
24		0,6374	0,6383	0,1412
51		0,5342	0,5358	0,2995
74		0,6509	0,6532	0,3534
96		0,6199	0,6218	0,3065
120		0,5828	0,5846	0,3089
146		0,6821	0,6844	0,3372
<i>F10S</i>		0		
	24	0,7173	0,7181	0,1115
	51	0,6388	0,6407	0,2974
	74	0,5918	0,5937	0,3211
	96	0,5972	0,5987	0,2512
	120	0,6090	0,6106	0,2627
	146	0,7175	0,7194	0,2648
	<i>F10P</i>	0		
24		0,5170	0,5176	0,1161

	51	0,5144	0,5158	0,2722
	74	0,5043	0,5057	0,2776
	96	0,5481	0,5493	0,2189
	120	0,5342	0,5352	0,1872
	146	0,5339	0,5351	0,2248
F20N	0			0
	24	0,6860	0,6876	0,2332
	51	0,6861	0,6894	0,4810
	74	0,7481	0,7516	0,4679
	96	0,7423	0,7455	0,4311
	120	0,6927	0,6961	0,4908
	146	0,6750	0,6785	0,5185
F20S	0			0
	24	0,6349	0,6363	0,2205
	51	0,7009	0,7034	0,3567
	74	0,7054	0,7085	0,4395
	96	0,6232	0,6257	0,4012
	120	0,6278	0,6308	0,4779
	146	0,6356	0,6382	0,4091
F20P	0			0
	24	0,5513	0,5523	0,1814
	51	0,5301	0,5319	0,3396
	74	0,5628	0,5646	0,3198
	96	0,5776	0,5792	0,2770
	120	0,6177	0,6200	0,3723
	146	0,5073	0,5093	0,3942
F30N	0			0
	24	0,7603	0,7639	0,4735
	51	0,8173	0,8254	0,9911
	74	0,7482	0,7577	1,2697
	96	0,6732	0,6815	1,2329
	120	0,7030	0,7182	2,1622
	146	0,7630	0,7766	1,7824
F30S	0			0
	24	0,8547	0,8573	0,3042
	51	0,8182	0,8229	0,5744
	74	0,7061	0,7102	0,5807
	96	0,7849	0,7886	0,4714

	120	0,7695	0,7746	0,6628
	146	0,7304	0,7368	0,8762
F30P	0			0
	24	0,8849	0,8886	0,4181
	51	0,8854	0,8930	0,8584
	74	0,9039	0,9138	1,0953
	96	0,8694	0,8790	1,1042
	120	0,8503	0,8610	1,2584
	146	0,7635	0,7710	0,9823

➤ **Résultats de l'indice de fluidité (Norme ISO 1133)**

Formulations	F0	F10N	F10S	F10P	F20N	F20S	F20P	F30N	F30S	F30P
IF (gr/10min)	3,5	4,131	4,162	3,48	4,156	3,442	3,258	4,156	5,21	3,806

➤ **Résultats de la caractérisation mécanique**

Formulations	Résistance à la rupture (Mpa)				
	Essais				Moy
F0	34,34	33,65	33,7	32,85	33,63
F10N	31,63	30,66	33,12	32,54	31,99
F10S	31,68	30,63	30,73	30,9	30,99
F10P	33,48	32,57	32,5	33,27	32,96
F20N	29,31	23,43	27,02	27,61	26,84
F20S	28,07	27,7	26,57	26,14	27,12
F20P	34,01	30,48	31,35	30,04	31,47
F30N	19,66	14,73	18,22	20,88	18,37
F30S	24,71	25,74	25,29	22,96	24,68
F30P	20,44	16,07	21,39	19,29	19,3
Formulations	Allongement à la rupture (%)				
	Essais				Moy
F0	11,89	13,03	13,68	15,95	13,64
F10N	6,57	6,93	7,88	7,9	7,32
F10S	6,25	5,64	6,86	8,23	6,74
F10P	7,24	7,31	6,16	6,46	6,79
F20N	7,07	6,41	5,96	6,65	6,52
F20S	5,34	6,66	6,71	5,87	6,15
F20P	5,76	5,18	5,18	5,35	5,37
F30N	4,03	3,27	3,75	4,84	3,97
F30S	4,59	5,76	4,25	4,36	4,74
F30P	4,8	2,71	3,76	3,69	3,74

Formulations	Module d'Young (Mpa)	
	Essais	Moy

F0	1055,65	913,67	1032,74	1107,82	1027,47
F10N	1137,86	1502,04	1425,97	1039,18	1276,26
F10S	1306,8	1187,33	1348,52	1342,29	1296,23
F10P	1098,28	1148,39	1046,08	827,97	1030,18
F20N	1346,21	1358,62	1289,65	1257,03	1312,87
F20S	1255,21	1266,05	1198,92	1091,11	1202,82
F20P	1054,29	1428,94	1390,7	1002,89	1219,20
F30N	1387,9	1378,4	1299,2	1258,50	1331,00
F30S	758,14	708,32	1056,09	819,71	835,56
F30P	758,14	708,32	1056,09	819,71	760,57

➤ **Résultats d'analyse thermique (ATG-DTG) des composites**

F0			F10N			F10S			F10P		
T (°C)	TG	DTG	T (°C)	TG	DTG	T (°C)	TG	DTG	T (°C)	TG	DTG
0,9	100,37		7,6	100,03		11,6	100,75		5	100,061	
0,9	99,887	-0,122	7,6	100,000	-0,0158	11,3	100,75	-0,0599	5	100,061	-0,0102
0,9	99,944	0,1015	7,5	100,000	-0,0075	11,0	100,679	0,0083	5,1	100,061	0,0268
0,9	100,06	0,2504	7,4	100,000	0,0361	10,8	100,75	0,119	5,3	100,129	0,1244
0,9	100,31	0,383	7,4	100,050	0,1612	10,8	100,91	0,2668	5,6	100,304	0,281
3	100,68	0,5221	7,9	100,25	0,3447	11,6	101,13	0,4335	7,1	100,609	0,4205
7,5	101,18	0,628	9,9	100,630	0,5161	13,8	101,62	0,6219	9,7	100,974	0,5127
14,5	101,75	0,6548	14,2	101,16	0,6138	17,8	102,19	0,7704	14,2	101,400	0,5418
24,8	102,31	0,591	21,7	101,69	0,6158	24,3	102,941	0,8199	20,8	101,885	0,5132
38,3	102,76	0,462	33	102,17	0,5290	34,1	103,620	0,7531	29,4	102,313	0,4503
53,4	103,1	0,3089	47,5	102,57	0,3826	47,1	104,19	0,5959	40	102,617	0,3617
69,5	103,33	0,1673	63,7	102,77	0,2133	61,9	104,600	0,3853	51	102,921	0,2661
85	103,33	0,0582	80,8	102,9	0,0699	78,2	104,83	0,1761	62,7	103,043	0,2006
98,4	103,38	0,0174	96,1	102,92	-0,0221	93,3	104,9	0,0218	74,6	103,226	0,1565
110,2	103,38	-0,0025	109,5	102,87	-0,0744	107,0	104,86	-0,0652	85,8	103,348	0,1182
119,8	103,38	-0,0067	120,4	102,77	-0,0899	118,8	104,75	-0,0912	96,5	103,408	0,099
127,7	103,38	0,0135	128,9	102,77	-0,0609	128,1	104,75	-0,0662	106,9	103,53	0,0852
134,7	103,44	0,0599	136	102,77	-0,0176	135,9	104,68	-0,0045	116,8	103,53	0,0745
141,5	103,44	0,1264	142,3	102,7	0,0170	142,9	104,600	0,0649	126,1	103,652	0,0771
148,8	103,61	0,1732	148,8	102,67	0,0679	149,9	104,68	0,1448	135,1	103,713	0,0767
157,1	103,78	0,1747	156,3	102,82	0,1170	157,5	104,9	0,188	143,8	103,774	0,0651
166	103,89	0,1479	164,7	102,87	0,1349	165,6	105,05	0,2216	152,8	103,834	0,0699
175,7	104,03	0,1243	174,1	103,02	0,1342	174,7	105,35	0,1969	161,7	103,895	0,0971
185,4	104,12	0,101	184,1	103,18	0,1061	184,5	105,430	0,1556	170,6	103,956	0,1159
195,1	104,17	0,0791	194,3	103,2	0,1265	194,3	105,58	0,1288	179,6	104,078	0,1079
204,6	104,29	0,0732	204,2	103,43	0,0493	204,0	105,66	0,0912	188,5	104,139	0,0932
213,5	104,26	0,0809	213,8	103,25	-0,0692	213,4	105,73	0,0499	197,5	104,200	0,0848
222,1	104,4	0,0468	222,5	103,23	-0,0598	222,1	105,73	0,0076	206,3	104,321	0,0638
230,3	104,34	-0,0627	230,6	103,13	-0,1499	230,5	105,73	-0,068	215,2	104,382	0,0335
238,4	104,29	-0,1855	238,5	102,97	-0,2505	238,6	105,66	-0,1807	224,0	104,382	-0,017
246,5	104,06	-0,32	246,1	102,75	-0,3528	246,6	105,43	-0,2929	232,6	104,321	-0,0977
254,8	103,78	-0,4285	254	102,42	-0,4678	254,6	105,05	-0,4039	241,4	104,200	-0,206
263,7	103,36	-0,5536	262,3	101,97	-0,5824	262,8	104,71	-0,4623	249,9	104,017	-0,3049
272,6	102,82	-0,6913	270,9	101,46	-0,6263	271,2	104,3	-0,4634	258,3	103,652	-0,3515
281,4	102,2	-0,8228	279,3	100,91	-0,5957	279,5	103,92	-0,4692	266,8	103,408	-0,3513
289,9	101,41	-0,9954	287,9	100,45	-0,5463	287,8	103,54	-0,4545	275,2	103,104	-0,3441

298	100,56	-1,2206	296,4	100,03	-0,5043	296,2	103,24	-0,4447	283,4	102,800	-0,3327
305,7	99,492	-1,5111	304,7	99,597	-0,5269	304,4	102,87	-0,48	291,9	102,556	-0,3161
313,5	98,082	-1,924	312,7	99,143	-0,6460	312,5	102,41	-0,5665	300,2	102,313	-0,3246
321,3	96,277	-2,4693	320,6	98,488	-0,7476	320,6	101,81	-0,7277	308,6	102,009	-0,4196
329,2	93,937	-3,1214	328,5	97,883	-0,7625	328,6	101,21	-0,8775	317,1	101,643	-0,6197
337,1	91,089	-3,8952	336,4	97,278	-0,7536	336,6	100,38	-0,9009	325,5	100,974	-0,7527
345,3	87,507	-4,8576	344,4	96,623	-0,8278	344,6	99,736	-0,8098	333,8	100,365	-0,7251
353,5	82,967	-6,042	352,5	95,917	-1,0021	352,7	99,095	-0,9696	342,0	99,757	-0,7202
361,5	77,496	-7,4622	360,6	94,960	-1,2654	360,6	98,265	-1,1919	350,1	99,148	-0,8472
369,7	70,615	-9,2056	368,7	93,800	-1,7291	368,5	97,134	-1,7166	358,2	98,357	-1,0177
378	62,183	-11,431	376,7	92,162	-2,476	376,5	95,551	-2,4792	366,2	97,383	-1,5058
386,3	51,664	-14,004	384,6	89,718	-3,6225	384,3	93,062	-3,6499	374,5	95,861	-2,2272
394,4	38,861	-16,096	392,4	86,215	-5,5412	392,2	89,48	-5,5737	382,4	93,731	-3,3705
402,3	24,591	-15,788	400,1	80,746	-8,7660	399,9	84,012	-8,822	390,4	90,444	-5,2932
410	11,252	-10,432	407,6	71,951	-13,513	407,5	75,038	-13,705	398,3	85,149	-8,5268
418,3	6,881	-3,3451	415,3	58,367	-18,822	415,2	61,463	-19,191	406,0	76,506	-13,317
424,9	6,712	-0,3424	423	40,121	-21,194	422,9	42,647	-21,521	413,7	63,177	-18,983
432,5	6,655	-0,0338	431	21,623	-16,532	430,8	23,906	-16,479	421,6	44,614	-22,248
440,3	6,684	0,0179	439,5	11,668	-7,6901	438,9	14,291	-7,5003	429,8	24,589	-18,206
448,2	6,712	0,0485	447,5	9,476	-1,8794	446,9	12,217	-1,8113	438,3	13,025	-8,9192
456	6,768	0,0623	455,4	9,375	-0,2354	454,8	12,217	-0,2324	446,7	10,408	-2,2932
463,8	6,825	0,0722	463,2	9,274	-0,0490	462,8	12,066	-0,0572	454,7	10,164	-0,2809
471,5	6,881	0,0689	471,1	9,274	-0,0502	470,8	12,104	-0,0255	462,6	10,164	-0,0812
479,2	6,881	0,0648	479,1	9,274	-0,0439	478,6	11,991	-0,0286	470,4	10,164	-0,0111
486,9	6,994	0,0627	487	9,199	-0,0366	486,4	11,953	-0,0208	478,3	10,164	-0,004
494,7	7,05	0,0712	494,9	9,173	-0,0263	494,0	12,066	0,0125	486,3	10,164	0,0004
502,6	7,107	0,0732	502,7	9,148	-0,0169	501,7	12,142	0,0442	494,2	10,164	0,0022
510,3	7,163	0,0735	510,3	9,173	-0,0131	509,5	12,142	0,0505	502,2	10,164	0,0022
517,9	7,248	0,0727	518	9,173	-0,0106	517,3	12,179	0,0311	510,2	10,164	0,0054
525,5	7,332	0,0689	525,6	9,123	-0,0060	525,2	12,142	0,0201	518,1	10,164	0,0161
533,2	7,332	0,0714	533,3	9,173	0,0016	532,9	12,104	0,0208	525,9	10,225	0,0259
541	7,389	0,0735	541,2	9,073	-0,0012	540,3	12,217	0,0125	533,8	10,164	0,0183
548,8	7,445		549,1	9,123		547,8	12,142		541,7	10,225	0,0076
556,6	7,501		556,8	9,073					549,6	10,225	0,0183

<i>F20N</i>			<i>F20S</i>			<i>F20P</i>		
<i>T (°C)</i>	<i>TG</i>	<i>DTG</i>	<i>T (°C)</i>	<i>TG</i>	<i>DTG</i>	<i>T (°C)</i>	<i>TG</i>	<i>DTG</i>
2,1	100,78		2,9	99,511		4,3	100	
2,2	100,39	0,3087	2,9	98,654	-0,3893	4,5	100	0,0455
2,2	102,423	-0,8256	3	98,654	-0,0808	4,5	100	0,0332
2,2	99,944	-0,5546	3,2	98,654	0,1218	4,8	100,075	0,1448
2,9	100,111	0,2829	3,7	98,807	0,291	5,5	100,298	0,3247
4,6	100,446	0,4008	5	99,144	0,4397	7,1	100,671	0,4535
7,7	100,78	0,4598	8	99,572	0,5254	9,7	101,08	0,5559
12,7	101,226	0,4701	12,7	100,061	0,5378	14	101,565	0,6023
19,6	101,616	0,4288	19,8	100,489	0,4947	20,3	102,086	0,5818
28,5	101,894	0,3525	28,9	100,856	0,4021	28,6	102,534	0,5303
39	102,173	0,2602	39,6	101,131	0,2957	38,9	102,981	0,4333
50,3	102,396	0,184	51	101,346	0,2142	49,8	103,279	0,3012
61,8	102,507	0,1286	62,8	101,529	0,1368	61,7	103,465	0,207
73,8	102,618	0,0944	74,9	101,59	0,0747	73,8	103,577	0,1453
85,3	102,618	0,0749	86,2	101,651	0,0377	85,4	103,726	0,0879
95,9	102,674	0,0229	96,9	101,651	0,0112	96,4	103,8	0,0565
106,4	102,674	-0,01	107,2	101,651	0,0107	106,7	103,8	0,0532
116,4	102,674	0,0058	117,1	101,713	0,0218	116,8	103,8	0,0666
125,8	102,674	0,0329	126,2	101,713	0,0292	126	103,949	0,0709
134,8	102,73	0,0445	135,2	101,713	0,0163	135,1	103,949	0,0694
143,6	102,758	0,0473	144,1	101,713	0,0105	143,9	104,024	0,0836
153,1	102,841	0,0654	153,5	101,713	0,058	153,4	104,098	0,1077
162,2	102,869	0,0854	162,7	101,774	0,108	162,4	104,21	0,1326
171,3	102,953	0,0898	171,7	101,896	0,295	171,3	104,322	0,137
180,3	103,008	0,0846	180,8	101,988	0,2746	180,3	104,471	0,1257
189,1	103,12	0,0757	189,6	102,08	-0,1146	189,1	104,471	0,1029
197,8	103,148	0,055	198,5	102,141	-0,1266	197,9	104,62	0,0783
206,5	103,175	0,0175	207,5	102,141	0,0344	206,7	104,694	0,0415
215,1	103,175	-0,0434	216,3	102,141	-0,031	215,4	104,694	-0,0259
223,8	103,12	-0,1523	224,9	102,08	-0,1438	224	104,694	-0,1223
232,6	102,953	-0,3222	233,5	101,957	-0,3105	232,6	104,471	-0,2778
241,3	102,618	-0,5453	241,9	101,59	-0,5368	241,1	104,173	-0,3789
249,9	102,061	-0,774	250,3	101,04	-0,7787	249,6	103,651	-0,5651
258,5	101,281	-0,9769	258,8	100,306	-0,9348	258,2	102,906	-0,8867
267,1	100,334	-1,0916	267,4	99,511	-0,985	266,7	102,31	-0,8779
275,6	99,499	-1,1119	275,9	98,593	-0,9837	275,2	101,714	-0,6624
284,1	98,496	-1,0720	284,3	97,859	-0,952	283,6	100,969	-0,5946
292,6	97,66	-0,9838	292,8	97,064	-0,9159	292,1	100,373	-0,5595
301,0	96,88	-1,0150	301,0	96,3	-0,8822	300,5	101,714	-0,8295
309,2	95,989	-1,2328	309,2	95,596	-0,9710	308,8	100,224	-0,9172
317,3	94,875	-1,5355	317,4	94,771	-1,2731	317,1	98,77	-1,308
325,6	93,426	-1,7491	325,7	93,517	-1,5777	325,4	97,168	-1,8277
334	91,922	-1,8551	334,0	92,049	-1,4819	333,6	95,678	-1,4292
342,5	90,362	-2,1482	342,4	91,009	-1,1867	341,7	94,784	-1,1284
350,9	88,44	-2,7697	350,5	90,153	-1,2682	350	93,703	-1,4194
359,2	85,794	-3,6273	358,6	88,93	-1,7401	358,1	92,474	-1,708
367,1	82,396	-4,7516	366,7	87,248	-2,4373	366,2	90,313	-2,7047

375	77,939	-6,2879	374,8	84,954	-3,5226	374,2	87,481	-4,6538
382,8	72,033	-8,4529	382,8	81,498	-5,1268	382,3	83,271	-6,4228
390,6	64,011	-11,4734	390,7	76,453	-7,341	390,3	77,496	-8,2342
398,4	53,036	-15,0021	398,7	69,419	-10,4202	398,3	69,635	-11,3557
406,5	38,774	-16,4543	406,7	59,266	-14,2751	406,3	58,42	-15,3569
414,9	24,29	-12,6061	414,5	45,566	-17,4731	414,2	43,852	-17,4138
423,6	17,437	-6,5837	422,4	29,419	-16,5907	422,4	28,54	-14,5462
431,9	14,123	-3,0536	430,9	16,881	-10,6016	430,8	18,852	-8,396
440,3	12,479	-1,3453	439,1	11,743	-4,3534	439	14,829	-3,4117
448	12,033	-0,4797	447,1	10,275	-1,197	447	13,86	-0,9344
455,9	11,811	-0,2654	455,2	10,092	-0,257	454,9	13,711	-0,1779
463,8	11,588	-0,2494	463,3	9,969	-0,1214	462,7	13,562	-0,0996
471,6	11,421	-0,2361	471,2	9,908	-0,100	470,6	13,487	-0,0729
479,4	11,198	-0,2299	479	9,817	-0,0883	478,5	13,525	-0,072
487,3	11,031	-0,2334	486,9	9,725	-0,0765	486,6	13,338	-0,1091
495	10,808	-0,2306	494,5	9,664	-0,0696	494,5	13,264	-0,1111
502,8	10,641	-0,2192	502,2	9,664	-0,0689	502,4	13,189	-0,0102
510,7	10,474	-0,2052	510,1	9,572	-0,0638	510,3	13,413	-0,0501
518,5	10,306	-0,1852	518,3	9,541	-0,0591	518,2	13,115	-0,1311
526,4	10,139	-0,1547	526,3	9,48	-0,0555	525,9	13,04	-0,0996
534,3	10,028	-0,140	534,3	9,419	-0,0558	533,8	12,966	-0,0609
542,1	9,916		542,2	9,388		541,5	12,966	

F30N			F30S			F30P		
T (°C)	TG	DTG	T (°C)	TG	DTG	T (°C)	TG	DTG
2,7	100,062		4,6	100,429		3,7	99,930	
2,9	100,062	-0,0966	4,6	100,071	-0,3851	3,7	99,861	-0,0801
3,0	100,062	-0,0049	4,8	100,071	0,0272	3,7	99,861	0,0623
3,0	100,062	0,0747	4,8	100,071	0,1344	3,8	100,000	0,1711
3,3	100,123	0,2488	5,1	100,286	0,3390	4,6	100,209	0,3032
4,5	100,431	0,4391	6,4	100,643	0,5306	6,1	100,488	0,4329
7,1	100,892	0,5387	9,2	101,214	0,6206	8,9	100,906	0,5284
11,8	101,415	0,4471	13,9	101,714	0,6505	13,4	101,394	0,5784
18,6	101,814	0,4832	20,7	102,214	0,6164	19,7	101,882	0,5713
27,5	102,153	0,3785	29,4	102,786	0,5196	28,0	102,369	0,5018
38,4	102,491	0,2654	40,0	103,143	0,3929	38,3	102,718	0,3993
49,8	102,645	0,1602	51,0	103,357	0,2779	49,4	103,066	0,2812
61,7	102,737	0,0746	62,7	103,571	0,2157	61,2	103,206	0,1832
73,8	102,768	0,0069	74,4	103,786	0,1575	73,1	103,345	0,1088
85,5	102,706	-0,0454	85,7	103,857	0,1009	84,8	103,345	0,0602
96,2	102,645	-0,0582	96,2	103,929	0,0780	95,7	103,415	0,0433
106,7	102,645	-0,0637	106,3	104,000	0,0601	106,1	103,484	0,0311
116,7	102,522	-0,0707	116,3	104,000	0,0470	116,2	103,554	0,0138
125,8	102,491	-0,0718	125,6	104,071	0,0387	125,4	103,484	0,0000
134,8	102,460	-0,1882	134,4	104,071	-0,0407	134,6	103,484	-0,0673

143,5	102,122	-0,2519	143,2	104,071	-0,1224	143,3	103,415	-0,1541
152,9	102,030	-0,0973	152,6	103,857	-0,0277	152,8	103,275	-0,0389
162,0	102,030	0,0201	161,7	103,929	0,0926	162,0	103,275	0,0771
170,9	102,030	0,0346	170,8	104,071	0,1052	171,1	103,345	0,0827
180,1	102,091	0,0355	180,0	104,143	0,1047	180,3	103,484	0,0801
188,8	102,091	0,0211	188,9	104,214	0,1009	189,0	103,484	0,0551
197,6	102,122	-0,0033	197,7	104,286	0,0806	197,8	103,554	0,0143
206,5	102,153	-0,0539	206,6	104,286	0,0408	206,7	103,554	-0,0531
215,3	101,999	-0,1343	215,4	104,357	-0,0278	215,6	103,484	-0,1541
224,1	101,845	-0,2872	224,1	104,286	-0,1459	224,3	103,275	-0,3150
232,7	101,599	-0,5386	232,7	104,143	-0,3437	233,0	102,927	-0,5713
241,4	100,984	-0,8503	241,4	103,714	-0,6013	241,7	102,369	-0,8664
249,8	100,154	-1,1515	249,8	103,143	-0,8477	250,0	101,463	-1,1160
258,2	99,077	-1,3966	258,3	102,357	-1,0235	258,5	100,488	-1,2855
266,5	97,786	-1,5083	266,8	101,357	-1,0910	267,0	99,373	-1,3984
274,8	96,494	-1,5063	275,3	100,500	-1,0643	275,3	98,049	-1,4218
283,1	95,295	-1,4227	283,6	99,643	-1,0387	283,5	96,934	-1,3625
291,7	94,219	-1,2942	292,0	98,714	-1,0078	292,0	95,888	-1,2712
300,1	93,143	-1,2769	300,4	97,929	-0,9210	300,3	94,843	-1,2789
308,5	92,066	-1,4757	308,7	97,286	-1,0586	308,5	93,728	-1,4790
316,9	90,713	-1,7647	317,1	96,071	-1,5290	316,8	92,404	-1,8027
325,3	89,114	-1,8325	325,4	94,714	-1,8493	325,2	90,732	-1,9696
333,5	87,546	-1,4685	333,6	93,000	-1,6933	333,5	89,059	-1,8859
341,6	86,654	-1,0416	341,8	91,786	-1,2349	341,7	87,596	-1,9982
349,7	85,916	-1,0234	349,9	91,071	-1,0780	349,9	85,854	-2,6134
357,7	84,932	-1,3743	358,0	90,143	-1,4280	358,1	83,345	-3,6268
365,8	83,672	-1,9892	366,1	88,714	-2,0806	366,1	79,861	-5,0169
374,0	81,734	-2,8836	374,3	86,714	-2,9770	374,1	75,122	-6,8282
382,3	78,936	-4,1245	382,4	83,786	-4,2308	382,2	68,502	-9,0327
390,4	74,969	-5,8874	390,5	79,714	-6,0283	390,3	60,000	-11,5664
398,3	69,250	-8,4457	398,4	73,929	-8,6478	398,4	49,268	-13,7923
406,2	61,009	-11,8783	406,4	65,500	-12,2554	406,6	36,516	-13,3568
414,0	49,447	-15,2134	414,1	53,571	-15,9393	414,9	26,341	-9,5539
421,9	35,179	-15,6264	422,0	38,500	-16,6557	423,2	20,627	-5,5045
430,1	22,540	-11,5004	430,2	24,643	-12,1350	431,2	17,491	-2,8880
438,3	15,683	-5,6607	438,5	17,857	-5,6457	439,3	15,958	-1,2411
446,4	13,469	-1,5359	446,5	15,857	-1,6091	447,1	15,540	-0,4610
454,5	13,284	-0,3346	454,4	15,643	-0,2868	454,9	15,331	-0,2793
462,5	13,161	-0,1365	462,4	15,571	-0,0911	462,8	15,122	-0,2491
470,5	13,038	-0,1290	470,3	15,500	-0,0670	470,6	14,843	-0,2374
478,4	12,946	-0,1216	478,4	15,429	-0,0586	478,6	14,704	-0,2532
486,4	12,854	-0,1064	486,4	15,357	-0,0560	486,5	14,495	-0,2583

494,1	12,792	-0,0929	494,2	15,357	-0,0403	494,4	14,216	-0,2578
501,9	12,669	-0,0813	502,1	15,357	-0,0330	502,6	14,077	-0,2593
509,8	12,608	-0,0744	510,0	15,286	-0,0298	510,8	13,798	-0,2614
517,7	12,546	-0,0743	517,8	15,286	-0,0199	518,7	13,589	-0,2502
525,7	12,485	-0,0798	525,5	15,286	-0,0246	526,4	13,380	-0,2404
533,7	12,423	-0,0838	533,3	15,214	-0,0288	534,3	13,240	-0,2267
541,1	12,362		541,3	15,214	-0,0147	542,1	13,031	-0,1955
548,5	12,300		549,3	15,214	-0,0073	549,8	12,892	-0,1623

Résumé

Durant ces dernières années, une attention considérable des chercheurs est portée sur l'utilisation des fibres naturelles comme renfort dans la conception des matériaux composites permettant d'associer un matériau résistant, léger, non abrasif, structuré et à faible coût. Notre travail est axé sur l'élaboration des matériaux composites à base de polypropylène chargé avec la farine de grignon d'olive. Cependant, malgré tous ces avantages les fibres naturelles soulèvent un désagrément majeur lorsqu'on les associe avec les matières thermoplastiques en particulier les polyoléfines (telles que : PP, PE, PS...). En effet la matière ligneuse possède un caractère hydrophile fort, ce qui crée une incompatibilité d'interface entre les matériaux lignocellulosiques et les thermoplastiques à caractère hydrophobe. Cette incompatibilité interfaciale affecte la synergie entre les constituants du composite sachant que l'interface est le lieu privilégié du transfert des contraintes entre le renfort et la matrice. Afin de pallier à ce problème d'incompatibilité interfaciale, deux méthodes sont proposées dans cette étude, la première consiste à utiliser un agent compatibilisant PP-g-MA que nous avons synthétisé au laboratoire et la deuxième porte sur la modification de la surface des fibres de grignons d'olive avec le vinyltriacétoxysilane. Les fibres lignocellulosiques modifiées et le PP-g-MA obtenus ont servi pour la préparation des composites à matrice de polypropylène. Ces derniers ont été caractérisés par diverses techniques : tests mécaniques, rhéologiques, morphologiques et thermiques.

Mots clés: Composites, polypropylène, fibres végétales, modifications chimiques.