

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE 20 AOÛT 1955 SKIKDA

FACULTE DE TECHNOLOGIE

DÉPARTEMENT DE GÉNIE DES PROCÉDÉS



# Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

## **MASTER**

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie des Polymères

***ÉTUDE DU COMPORTEMENT MORPHOLOGIQUE ET  
MÉCANIQUE DES MÉLANGES DE PEHD CONTENANT DE  
GRIGNONS D'OLIVÉ ET D'AMIDON***

Soutenu le 30/06/2024

Réalisé par :

- ❖ BRAHMIA Basma
- ❖ BEKKOUCHE Nedjm Eddine

Encadré par :

Dr. Z. DJETOUI

Année Universitaire 2023- 2024

# *Remerciement*

*Tout d'abord, nous rendons grâce à Dieu le Tout-Puissant pour nous avoir donné la santé, la force, le savoir et surtout la patience nécessaires à la réalisation de ce modeste travail.*

*Nous remercions vivement nos parents pour leur soutien et les sacrifices qu'ils ont consentis pour que nous puissions achever nos études.*

*Nous exprimons notre profonde gratitude à nos familles Brahmia et Bekkouche pour tous les sacrifices qu'elles ont faits pour nous.*

*À ce titre, nous tenons à remercier chaleureusement notre encadrante, Mme Djetoui Zohra, qui grâce à ses conseils constants, nous a permis de préparer ce modeste travail.*

*Nous exprimons également nos profonds remerciements à l'ensemble des membres du jury pour avoir accepté d'évaluer notre travail*

*Enfin, nous tenons à remercier tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

## *Dédicace*

*Grâce a dieu tout puissant qui m'adonné le*

*Courage, la volonté et la force*

*Pour réaliser ce mémoire*

*Je dédie ce travail à :*

*A celle qui inséré le gout de la vie et le sens de la  
responsabilité ....merci MERE*

*A ce lui qui a été toujours la source d'inscription  
et de courage....merci PERE*

*A mes frères*

*A toute ma famille.*

*A ma binôme basma*

*A mon encadreur Eme Djatoui*

*A mes amies sans exception*

*Nedjm Eddine*

## **Dédicaces**

**Ce travail est dédié à:**

**A**

**Mes très chers parents**

**A**

**Mes chers frères)Abdou ,Mehdi , Aymen )**

**A**

**Mes sœurs (Hassina ,Nedjoua ,Meriem )**

**A**

**Toute ma famille**

**A**

**Tous mes amis et mes collègues**

**A**

**Mes encadreur, Mme Djetoui Zohra**

**A**

**Mon binôme, Nedjm eddine**

**A**

**Toute la promotion Génie des Polymères 2023/2024**

**Et à tous ceux qui me sont chers.**

**BASMA**

Remerciement .....	i
Dédicace .....	ii
Sommaire .....	iv
Liste des tableaux .....	ix
Liste des figures.....	x
Introduction général.....	01
Références .....	03

## **Chapitre I: Matériaux composites**

I.1 Introduction .....	04
I.2 Définition .....	04
I.3 Classification des matériaux composites .....	04
I.3.1 Classification selon la forme des constituantes .....	04
a) Composites à fibres.....	04
b) Composites à particules .....	05
I.3.2 Classification selon la nature des constituants .....	05
a) Composites à matrice organique.....	05
b) Composites à matrice métallique .....	05
I.4 Propriétés des matériaux composites.....	06
I.5 Application des matériaux composites .....	06
I.6 Mise en œuvre des matériaux composites.....	07
I.6.1 Les technologies en moule ouvert .....	07
I.6.1.1 Moulage au contact.....	07
I.6.1.2 Moulage par projection simultané .....	08
I.6.2 La technologie en moule fermé .....	09
I.6.2.1 Moulage sous vide .....	09
I.6.2.2 Moulage par injection basse pression de résine (RTM).....	10

I.6.2.3 Moulage à froid.....	10
I.6.2.4 Moulage par injection de compound BMC .....	11
I.6.2.5Compression de mat pré imprégné SMC .....	11
I.6.2.6 Moulage par enroulement filamentaire .....	12
I.7 Conclusion.....	12
Références .....	13

## **Chapitre II: Polyéthylène haut densité**

II.1 Introduction.....	15
II.2 Définition.....	15
II.3 Structure moléculaire.....	15
II.4 Propriétés des polyéthylènes à haute densité.....	16
II.4.1 Les propriétés mécaniques .....	16
II.4.2 Les propriétés physiques.....	17
II.4.3 Les propriétés chimiques .....	17
II.4.4 Les propriétés thermiques .....	18
II.4.5 Les propriétés électriques.....	18
II.5 Avantages et inconvénients du PEHD.....	18
II.5.1Avantages.....	18
II.5.2 Inconvénients .....	19
II.6 Applications du polyéthylène à haute densité(PEHD) .....	19
II.7 Mise en œuvre du PEHD .....	20
II.7.1 Injection .....	20
1) L'injection simple.....	20
2) L'injection bi matière .....	20
3) la Co-injection de gaz .....	20
II.7.2 Extrusion-soufflage .....	21

# Sommaire

---

II .7.3 Extrusion de tubes .....	22
II .7.4 Moulage par rotation .....	22
II .8 Conclusion .....	23
Références .....	24

## **Chapitre III: Généralités sur l'amidon et grignon d'olive**

### **III .A Amidon**

III.A.1 Introduction.....	26
III.A.2 Définition.....	26
III.A.3 Structure et morphologie de l'amidon.....	26
III.A.3.1 Amylose.....	28
III.A.3.2 Amylopectine .....	28
III .A.4 Procédé d'obtention de l'amidon.....	28
III .A.5 Structure semi-cristalline des grains d'amidon.....	28
III .A.6 Différents types de l'amidon.....	29
III.A.6.1 L'amidon natif.....	29
III.A.6.2 L'amidon modifié.....	29
III .A.7 Propriétés de l'amidon.....	29
III.A.7.1 Propriétés physiques.....	30
III.A.7.2 Propriétés chimiques.....	30
III .A.7 .3Propriétés rhéologiques.....	30
III .A.7 .4 Propriétés hydrothermiques.....	30
III .A.8 Les applications.....	31
<b>III .B Grignon d'olive</b>	
III .B.1 Introduction.....	32
III .B.2 Définition .....	32

III .B.3 Caractéristiques physicochimique de grignon d'olive .....	33
III .B.3.1 Caractéristique physiques.....	33
III .B.3.2 Caractéristique chimiques .....	34
III .B.4 Valorisation des grignons d'olive.....	35
Références .....	38

## **Chapitre IV: Matériaux et Méthodes**

IV.1 Introduction .....	41
IV.2 Matériaux utilisés.....	41
IV .2 .1 Polyéthylène haute densité .....	41
IV .2 .2 Les charges utilisées.....	42
a) Grignons d'olive (GO) .....	42
b) L'amidon.....	43
IV .3 Préparation des mélanges .....	44
IV .4 Plastographe Brabender.....	44
IV .5 Préparation d'éprouvettes.....	45
IV.5.1 La presse hydraulique.....	45
IV.5.2 Entailleuse (Notch Vis) .....	46
IV .6 Caractérisation des mélanges PEGA .....	47
IV .6.1 Essai de résistance au choc (résilience izod) .....	47
1) Principe des essais.....	
2) Méthode pendulaire .....	
3) Méthode Izod .....	
IV .6.2 Dureté SHOR D.....	48
1)Protocole expérimentale.....	
IV .6.3 Caractérisation par spectroscopie infrarouge.....	49
IV .6.4 Etude de la morphologie.....	50

# Sommaire

---

IV .7 Conclusion.....	51
Références .....	52
<b>Chapitre V: Résultant et discussion</b>	
V.1 Introduction.....	53
V.2 Propriétés mécanique .....	53
V. 2.1 Dureté shore D.....	53
V. 2.2 Résistance au choc Izod.....	54
V. 3 Caractérisation par spectroscopie infrarouge.....	55
V. 4 Etude de la morphologie par microscopie optique.....	59
Références .....	60
<b>Conclusion générale.....</b>	<b>61</b>
<b>Résumé</b>	

**Liste des tableaux**

<b>Tableaux II.1</b> : Propriétés mécanique du PEHD .....	17
<b>Tableaux II.2</b> : Propriétés physiques du PEHD .....	17
<b>Tableaux II.3</b> : Propriétés thermique de polyéthylène à haute densité .....	18
<b>Tableaux II.4</b> : Propriétés électrique du polyéthylène à haute densité .....	18
<b>Tableau. III.1.A</b> : Teneur en amylose et amylopectine des amidons de différentes sources .....	27
<b>Tableau. III.2.B</b> : Les différents composants du grignon d'olive .....	33
<b>Tableau. III.2.B</b> : Composition chimique de différents types de grignon .....	34
<b>Tableaux II.3.B</b> : Caractéristique de grignon d'olive.....	35
<b>Tableau. IV. 1</b> : Les caractéristiques du polyéthylène Haut Densité (PEHD).....	41
<b>Tableau. IV. 2</b> : Les taux incorporés sont donnés usuellement En parties massiques pour cent Parties de résine (pcr) .....	44
<b>Tableau. IV. 3</b> : Différentes éprouvettes préparées .....	47
<b>Tableau. V.1</b> : Valeurs de dureté shore D des mélanges .....	53
<b>Tableau. V.2</b> : Valeurs de l'énergie absorbée pour les mélanges .....	54
<b>Tableau. V.3</b> : Principales vibration de PEHD .....	57

# Liste des figures

---

## Listes des figures

<b>Figure. I.1</b> : Matériau composite.....	04
<b>Figure I.2</b> : Principe de moulage au contact .....	07
<b>Figure I.3</b> : Principe de moulage par projection simultanée .....	09
<b>Figure I.4</b> : Moulage sous vide .....	09
<b>Figure I.5</b> : principe de moulage par injection de résine.....	10
<b>Figure I.6</b> : Principe de moulage à la presse à froid.....	11
<b>Figure I.7</b> : Principe de moulage par compression .....	12
<b>Figure .I.8</b> : Enroulement filamentaire.....	12
<b>Figure II.1</b> : Code d'identification de la résine PEHD .....	15
<b>Figure II.2</b> : Polymérisation du PEHD avec le catalyseur Ziegler-Natta.....	16
<b>Figure II.3</b> : Schéma de procédés d'injection .....	21
<b>Figure II.4</b> : Schéma de procédés d'extrusion-soufflage .....	21
<b>Figure II.5</b> : schéma de procédés d'extrusion.....	22
<b>Figure II.6</b> : Schéma de procédés du rotomoulage .....	23
<b>Figure III.1.A</b> : Principales sources naturelles d'amidon.....	26
<b>Figure III.2.A</b> : Structure moléculaire de l'amylose et de l'amylopectine.....	27
<b>Figure III.3.A</b> : Représentation schématique de la structure du granule d'amidon.....	29
<b>Figure. III.1.B</b> : les grignons d'olive.....	32
<b>Figure III.2.B</b> : composition physique de l'olive .....	33
<b>Figure. III.3.B</b> : Schéma de valorisation des grignons .....	37
<b>Figure IV.1</b> : Photo représentatif du PEHD .....	41
<b>Figure IV.2</b> : Grignon d'olive .....	42

## Liste des figures

---

<b>Figure IV.3 :</b> Lavage du grignon d'olive .....	42
<b>Figure IV.4 :</b> Photo de grignon d'olive séché .....	43
<b>Figure IV.5 :</b> Broyage du grignon d'olive .....	43
<b>Figure IV.6 :</b> Tamisage du grignon d'olive.....	43
<b>Figure IV.7 :</b> Représentation de l'amidon de maïs .....	44
<b>Figure IV.8 :</b> Dispositif expérimentale de mélangeur interne Brabender .....	45
<b>Figure IV.9:</b> photo représentative d'un échantillon de PEGA .....	45
<b>Figure IV.10 :</b> Photo représentatif d'une presse hydraulique manuelle.....	46
<b>Figure IV.11 :</b> Entailleuse de marque CEAST type 6951 .....	46
<b>Figure IV.12 :</b> Equipement pour le calcul de la résilience .....	48
<b>Figure IV.13 :</b> Eprouvette pour l'essai de choc IZOD (avant et après le test de résilience .....	48
<b>Figure IV.14 :</b> Appareillage de mesure de la dureté SHOR D.....	49
<b>Figure IV .15 :</b> Image du micro optique .....	51
<b>Figure V .1 :</b> Variation de la résilience Izod en fonction du taux de charge.....	54
<b>Figure V.2 :</b> Spectre d'amidon obtenu par IR .....	55
<b>Figure V.3 :</b> Spectre du grignon d'olive obtenu par IR.....	56
<b>Figure V.4 :</b> Spectre infrarouge du PEHD pur .....	56
<b>Figure V.5 :</b> Spectre infrarouge expérimentale du mélange EVGA 1 .....	57
<b>Figure V.6 :</b> Spectre infrarouge expérimentale du mélange EVGA 2 .....	57
<b>Figure V.7 :</b> Spectre infrarouge expérimentale du mélange EVGA 3 .....	58
<b>Figure V.8 :</b> Spectre infrarouge des mélanges : PEGA 1, PEGA 2, PEGA 3.....	58
<b>Figure V.9 :</b> La morphologie des échantillons : a) EVGA1, b) EVGA2, c)EVGA3 .....	59

## Liste des figures

---

## Liste des figures

---

# **INTRODUCTION GENERALE**

### Introduction

L'utilisation de matériaux composites dans diverses applications industrielles et commerciales a connu une croissance significative ces dernières années, découlant de la recherche constante de matériaux plus durables, plus légers et plus écologiques. Cette tendance découle notamment de la recherche constante de matériaux plus durables, plus légers et plus respectueux de l'environnement. Parmi ces matériaux composites, ceux à base de polymères se distinguent particulièrement en raison de leur polyvalence et de leur facilité de fabrication.

Dans ce contexte, les mélanges de polyéthylène haute densité (PEHD) offrent un potentiel intéressant en tant que matrices polymériques pour la création de composites. L'utilisation des charges végétales comme renfort de matériaux composites présente plusieurs avantages, notamment en tant que matières premières renouvelables, biodégradables, et économiques.

Le PEHD est largement utilisé dans de nombreux secteurs en raison de sa résistance chimique, de sa durabilité et de sa facilité de mise en forme. Cependant, pour répondre aux exigences croissantes en termes de durabilité et de performances, il est de plus en plus courant d'enrichir le PEHD avec des charges naturelles telles que les grignons d'olive et l'amidon.

Les grignons d'olive, résidus solides de l'extraction de l'huile d'olive, sont abondants dans le bassin méditerranéen [1], tandis que l'amidon, provenant de diverses plantes botaniques telles que les légumineuses, les tubercules et d'autres céréales [2], offrent une ressource renouvelable largement disponible, et sont des candidats attrayants pour renforcer les propriétés des composites à base de PEHD. Leur incorporation peut non seulement améliorer les caractéristiques mécaniques des matériaux, mais aussi réduire leur empreinte environnementale en utilisant des ressources naturelles et renouvelables.

Cette étude est une continuité du travail de mémoire de master déjà réalisé [3] pour l'évaluation du comportement mécanique des mélanges de PEHD contenant des grignons d'olive et de l'amidon. En examinant la structure et les propriétés mécaniques de ces composites, nous cherchons à mieux comprendre leur compatibilité, leur dispersion et leur influence sur les performances finales du matériau. Ces connaissances permettent d'optimiser la formulation des composites en vue d'applications spécifiques, telles que l'emballage durable, les pièces automobiles légères et d'autres applications dans divers secteurs industriels. L'objectif de notre travail est de contribuer à la conception et au développement de nouveaux matériaux composites respectueux de l'environnement en exploitant les ressources

renouvelables telles que les grignons d'olive et l'amidon, tout en améliorant les propriétés et les performances du polyéthylène haute densité.

L'étude se divise en deux parties distinctes : théorique et expérimentale. La partie théorique comprend trois chapitres de synthèse bibliographique. Le premier chapitre aborde les généralités sur les matériaux composites, incluant leur définition, méthodes d'obtention, structure et applications. Le deuxième chapitre se concentre sur le PEHD, détaillant sa définition, structure, propriétés, ainsi que quelques-unes de ses applications et avantages. Le troisième chapitre est consacré à l'amidon et aux grignons d'olive, mettant en lumière leurs propriétés, caractéristiques différentes et applications.

La partie expérimentale est constituée de deux chapitres : le premier expose les matériaux et les techniques de préparation, tandis que le deuxième présente les résultats expérimentaux et leur discussion. Enfin, l'étude se conclut par une synthèse générale des résultats obtenus.

### Références

- [1]. S. Meziane, «Modélisation de la cinétique du séchage du grignon d'olive», Revue des Energies Renouvelables, Vol.16, N°2, 2013, pp.379–387.
- [2]. L. Avérous. «Polymères biodégradables et biosourcés : des matériaux pour un futur durable», Actualité Chimique, N°375-376, 2013, p. 88.
- [3]. N. Ahmed Said et S. Nekakaa, Préparation et étude du comportement rhéologiques des mélanges de PEHD contenant de grignon d'olive et d'amidon, Mémoire de master, Université 20 Août 1955 Skikda, 2022.

**CHAPITRE I :**  
**MATERIAUX COMPOSITES**

## I.1. Introduction

Pour l'utilisation intensive de matériaux composites, nous présentons dans ce chapitre ces matériaux ainsi que leurs classifications et leurs propriétés ensuite, leurs domaines d'application. Enfin, les procédés de fabrication des composites.

## I.2. Définition

Un matériau composite est constitué de l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux de natures différentes. Leur association permet d'aboutir à un matériau dont les performances recherchées seront supérieures à celles des composants pris séparément. Un matériau composite est constitué dans le cas le plus général d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. La phase discontinue, appelée renfort ou matériau renforçant, est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue appelée matrice voir la figure I.1 [1].

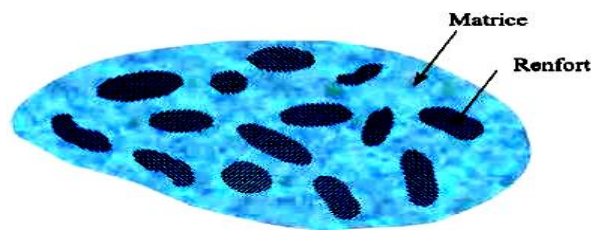


Figure I.1 : Matériau composite [2].

## I.3. Classification des matériaux composites

Les composites peuvent être classés suivant la forme des composants ou suivant la nature des composants [3].

### I.3.1. Classification selon la forme des constituants

En fonction de la forme des constituants, les composites sont classés en deux grandes classes : les matériaux composites à fibres et les matériaux composites à particules.

#### ➤ Composites à fibres

Un matériau composite est un composite à fibres si le renfort se trouve sous forme de fibres. Les fibres utilisées se présentent soit sous forme de fibres continues, soit sous forme de fibres discontinues : fibres coupées, fibres courtes etc. L'arrangement des fibres, leur orientation permettent de moduler les propriétés mécaniques des matériaux composites,

pour obtenir des matériaux allant de matériaux fortement anisotropes à des matériaux isotropes dans un plan. Le concepteur possède donc là un type de matériau dont il peut modifier et moduler à volonté les comportements mécanique et physique en jouant sur :

- ✓ La nature des constituants,
- ✓ La proportion des constituants,
- ✓ L'orientation des fibres.

#### ➤ **Composites à particules**

Un matériau composite est un composite à particules lorsque le renfort se trouve sous forme de particules. Une particule, par opposition aux fibres, ne possède pas de dimension privilégiée. Les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait, etc. Dans de nombreux cas, les particules sont simplement utilisées comme charges pour réduire le coût du matériau, sans en diminuer les caractéristiques.

### **I.3.2. Classification selon la nature des constituants**

Selon la nature de la matrice, les matériaux composites sont classés suivant des composites à matrice organique, minérale ou métalliques.

Divers renforts sont associés à ces matrices. Seuls certains couples d'associations ont actuellement un usage industriel, d'autres faisant l'objet d'un développement dans les laboratoires de recherche. Parmi ces composites, nous pouvons citer :

#### ➤ **Composites à matrice organique (résine, charges), avec :**

- ✓ Des fibres organiques : Kevlar, polyamides, etc.,
- ✓ Des fibres minérales : verre, carbone etc.,
- ✓ Des fibres métalliques : bore, aluminium, etc.

#### ➤ **Composites à matrice métallique (alliages légers et ultralégers d'aluminium, de magnésium, de titane), avec :**

- ✓ Des fibres minérales : carbone, carbure de silicium (SiC),
- ✓ Des fibres métalliques : bore,
- ✓ Des fibres métallo-minérales : fibres de bore revêtues de carbure de silicium.

#### ➤ **Composites à matrice minérale (céramique), avec :**

- ✓ Des fibres métalliques : bore,

- ✓ Des particules métalliques : cermets,
- ✓ Des particules minérales : carbures, nitrures, etc.

Les matériaux composites à matrice organique ne peuvent être utilisés que dans le domaine des températures ne dépassant pas 200 à 300 °C, alors que les matériaux composites à matrices métallique ou minérale sont utilisés au-delà : jusqu'à 600 °C pour une matrice métallique, jusqu'à 1000 °C pour une matrice céramique.

#### **I.4. Propriétés des matériaux composites**

Les propriétés des matériaux composites dépendent de plusieurs facteurs et sont différentes selon les divers types de matériaux composites. Ces propriétés résultent [2] :

- ✓ Des propriétés, de la nature et de la quantité des matériaux constitutifs,
- ✓ Des constituants, de la géométrie et de la distribution du renfort,
- ✓ De leurs interactions, de la nature de l'interface matrice-renfort, etc.

Les principales caractéristiques des pièces fabriquées en matériaux composites sont :

- ✓ Le gain de masse,
- ✓ La bonne tenue en fatigue (durée de vie augmentée),
- ✓ L'absence de corrosion,
- ✓ L'absence de plasticité (leur limite élastique correspond à la limite de rupture),
- ✓ Le vieillissement sous l'action de l'humidité et de la chaleur,
- ✓ L'insensibilité à certains produits chimiques courants (solvants, peinture, huiles, Pétroles...)
- ✓ Tenue aux impacts et aux chocs très moyenne, très forte anisotropie.

#### **I.5. Application des matériaux composites**

Les excellentes performances mécaniques des matériaux composites fibres résine en terme de caractéristiques spécifiques en font des matériaux attrayants pour l'utilisation dans les structures. En outre, l'intérêt de ces matériaux réside dans leur anisotropie aisément contrôlable par le concepteur qui peut ainsi ajuster la rigidité et la résistance en fonction des sollicitations extérieures. Ainsi l'immense avantage des matériaux composites est de pouvoir être optimisé pour chaque application : on peut placer le renfort exactement où il est nécessaire. Cette optimisation résulte en une grande performance de ces matériaux, qui sont souvent de loin les plus légers pour une résistance mécanique spécifiée. Les domaines d'application des matériaux composites sont [4] :

- ✓ Electricité et électronique,

- ✓ Bâtiment et travaux publics,
- ✓ Transports routiers, ferroviaires, maritimes, aériens et spatiaux (notamment militaire)
- ✓ Santé (instrumentation médicale),
- ✓ Sports et loisirs (skis, raquette de tennis, planche à voile, surf, club de golf, ...).

Ainsi, on note que les matériaux composites sont surtout utilisés pour des applications où une haute performance est recherchée et où le prix n'est pas le facteur primordial.

## I.6. La mise en œuvre des matériaux composites

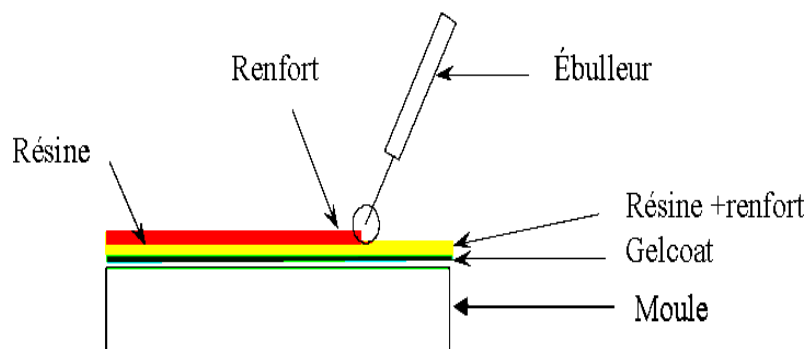
De nombreuses méthodes de fabrication ont été développées pour répondre aux besoins de l'industrie, leurs choix dépendent surtout des caractéristiques mécaniques et de la géométrie du produit [5].

### I.6.1. Les technologies en moule ouvert

#### I.6.1.1. Moulage au contact

On procède à la réalisation de pièces à partir de résines thermodurcissables, à température ambiante et sans pression.

Les renforts sont déposés sur le moule et imprégnés de résine liquide, accélérée et catalysée. Après durcissement de la résine, la pièce est démoulée.



**Figure I.2 :** Principe de moulage au contact [5].

Ce type de moulage représente des avantages tels que :

- Très larges possibilités de formes,
- Pas de limite dimensionnelle,
- Une surface lisse et présente une tenue à la corrosion,

- Propriété mécanique moyennes à bonnes,
- Moule simples, peu onéreux, rapide à réaliser en interne.

Mais aussi il se limite à :

- Une seule face lisse,
- Nécessité de finition (détourage, perçage, etc.),
- Qualité tribulaire de la main d'œuvre,
- Faible cadence de production par moule,
- Espace de travail important,
- Conditions de travail médiocres,

### **I.6.1.2. Moulage par projection simultané**

Les matières premières sont mises en œuvre à l'aide d'une machines de projection

Comprenant :

- ✓ Un dispositif de coupe,
- ✓ Projection du renfort (roving),
- ✓ Un ou deux pistolets projetant simultanément la résine.

Les fils coupés et la résine sont projetés sur la surface du moule puis compactés et bullés à l'aide de rouleaux et d'ébulleurs. La résine pré accélérée est catalysée en continu lors de sa projection.

Parmi les avantages associés à ce type de moulage on retrouve :

- ✓ Très larges possibilités de forme et dimensions,
- ✓ Travail simplifié, suppression de la mise en forme obtenue directement par la projection,
- ✓ Investissements très modérés,
- ✓ Moules simples, peu onéreux, rapides à réaliser en interne.

En plus des limites rencontrées par le moulage au contact, celui-ci se limite à des propriétés mécaniques moyennes.

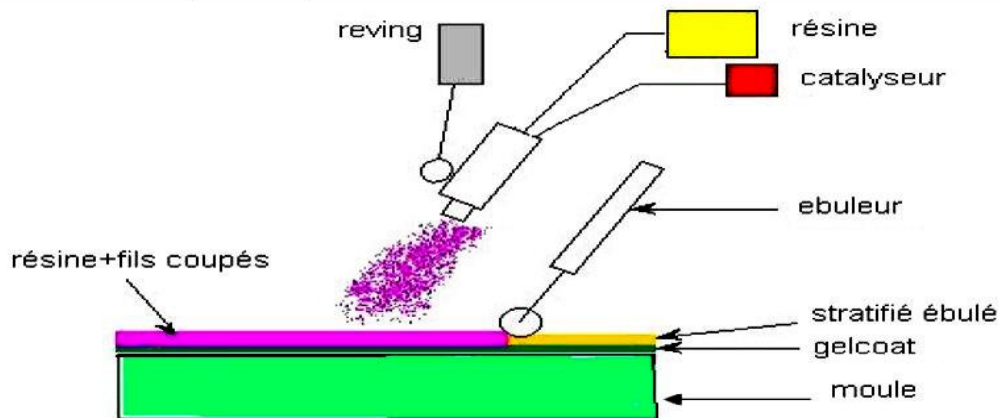


Figure I.3 : Principe de moulage par projection simultanée [5].

## I.6.2. La technologie en moule fermé

### I.6.2.1. Moulage sous vide

Le moulage sous vide s'effectue en utilisant un moule ouvert sur lequel on pose les couches de renfort imprégné.

Le renfort est placé à l'intérieur du moule et la résine catalysée est versée sur ce dernier, une feuille de plastique vient le couvrir, l'étanchéité est assurée au moyen d'un joint placé sur le périmètre. Le vide est fait sous la feuille de plastique des bulles d'air, fluage de l'excédent de résine qui est absorbé par un tissu de pompage. L'ensemble est ensuite soumis à polymérisation en étuve ou en autoclave. La résine peut également être injectée par l'aspiration consécutive au vide. On utilise ce type de moulage dans le cas d'une production en petites séries de pièces nécessitant deux faces lisses.

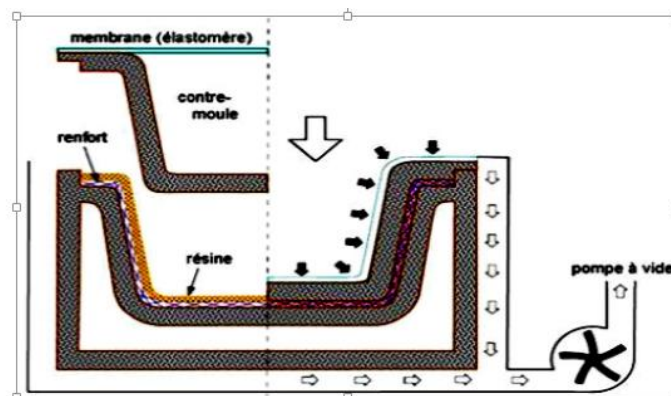


Figure I.4 : Moulage sous vide [2].

### I.6.2.2. Moulage par injection basse pression de résine (RTM)

Le moulage par injection de résine liquide RTM (Résine Transfert Molding) s'effectue en tremoule et contre-moule rigides. Le renfort (mats, préforme, éventuellement tissus) est mis en place dans le moule, ensuite, la résine, accélérée et catalysée, est injectée sous faible pression (1.5 à 4 bars) à travers le renfort jusqu'au remplissage complet de l'empreinte. La pression de moulage est faible et le procédé convient pour des cadences jusqu'à 30 pièces par jour.

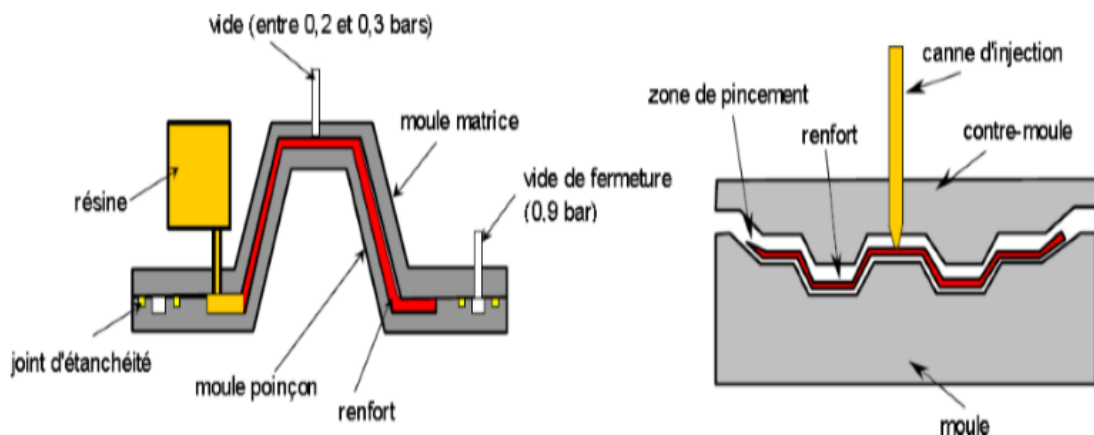


Figure I.5 : principe de moulage par injection de résine [5].

### I.6.2.3. Moulage à froid

C'est un moulage dans lequel on se sert d'une presse à compression entre moule est contre moule rigides initialement sans apport thermique extérieur. Le renfort (mat) est posé sur la partie inférieure du moule, la résine dotée d'un système catalytique très réactif, est tout de suite versée en vrac. La fermeture du moule sous pression (2 à 4 bars) entraîne la répartition de la résine dans l'empreinte et l'imprégnation du renfort. Le durcissement de la résine est accéléré progressivement par l'élévation de température du moule.

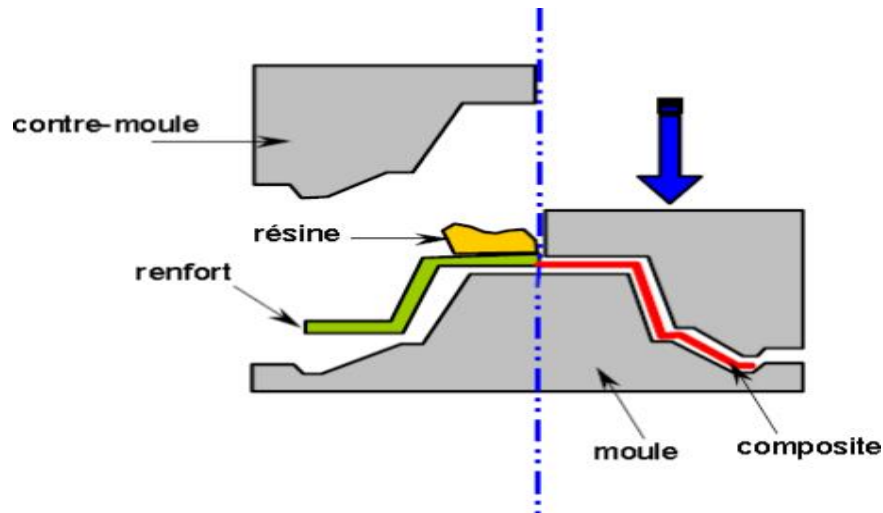


Figure I.6 : Principe de moulage à la presse à froid [5].

#### I.6.2.4. Moulage par injection de compound BMC

Le compound (Bulk Molding Compound), est une masse à mouler constituée de résine, de charges et d'adjuvants divers, renforcé par des fils de verre coupés. Cette masse est préparée dans un malaxeur. Le moulage se fait à chaud (130-150 °C) par injection (principalement) entre moule et contre moule en acier usiné. La pression (50 à 100 bars) de fermeture du moule entraîne le fluage de la matière préalablement dosée et le remplissage de l'empreinte. Le temps de durcissement très court permet un démoulage rapide. On utilise ce type de moulage pour une production en grandes séries, et pour des pièces de taille petite et moyenne, plus ou moins épaisses.

#### I.6.2.5. Moulage par compression de mat pré imprégné SMC

Le mat pré imprégné (Sheet Molding Compound) est une nappe de fils coupés ou continus, imprégné par un mélange de résine polyester, de charges et d'adjuvants spécifiques divers. Découpé en flans de masse et dimensions déterminées, le mat pré imprégné est moulé à chaud (140 à 160 °C) par compression entre un moule et un contre moule en acier usiné.

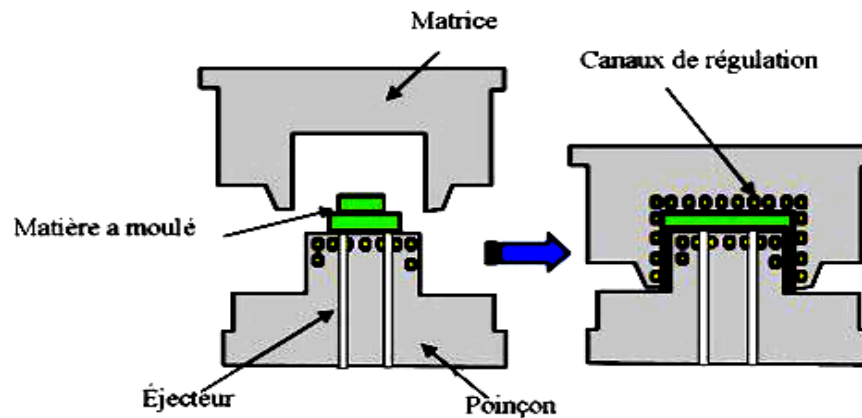


Figure I.7 : Principe de moulage par compression [5].

#### I.6.2.6. Moulage par enroulement filamentaire

Suivant le schéma ci-après, il peut être intégré dans une chaîne de fabrication en continu, et ainsi autoriser l'obtention de tubes de grande longueur [6]. Pour des pièces de révolution à méridienne quelconque, l'enroulement est réalisé sur un mandrin de forme démontable, puis polymérisé en étuve ou en autoclave. Ce procédé est utilisé pour la fabrication de pièces devant résister aux pressions internes, (réservoirs, corps de propulseur etc.)

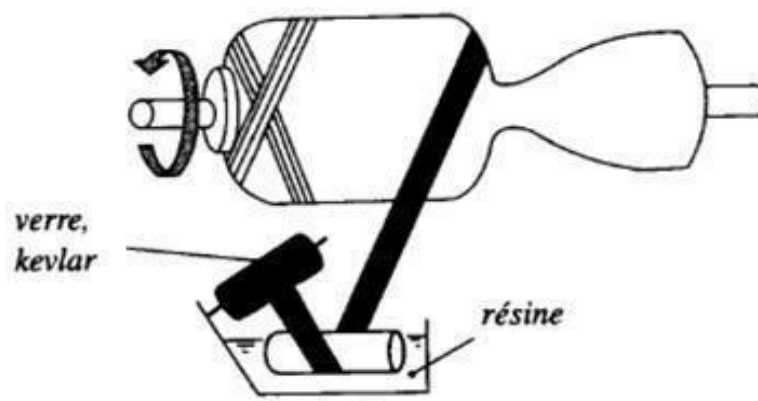


Figure I.8 : Enroulement filamentaire [7].

### I.7. Conclusion

Les matériaux composites offrent un potentiel considérable dans une large gamme d'applications, rassemblant la légèreté, la résistance et la durabilité. Leur conception sur

mesure permet de répondre à des besoins spécifiques dans divers secteurs tels que l'aérospatiale, l'automobile, le sport et la construction. Toutefois, leur fabrication complexe et leur coût élevé peuvent représenter des défis à surmonter. Les matériaux composites promettent d'apporter des innovations significatives et de jouer un rôle important dans l'évolution des technologies et des industries.

**Références**

- [1]. N. Bahlouli, « Comportement mécanique en température du pli élémentaire d'un stratifié carbone/époxy », Thèse doctorat, Cachan, Ecole Normale Supérieure, 1994.
- [2]. J. M. Berthelot, « Matériaux composites, comportement mécanique et analyse des structures », 4<sup>ème</sup> édition, DOC, Le Mans, 2010.
- [3]. B. N. Jang, M. Costache et C. A. Wilkie, The relationship between thermal degradation behavior of polymer and the fire retardancy of polymer/clay nanocomposites, Polymer, Vol. 46, 2005, pp. 10678–10687.
- [4]. J-M. Gloaguen et J-M. Lefebvre. L'expertise technique et scientifique de référence, Technique de l'Ingénieur, N° 2615, 2007.
- [5]. « Glossaire des matériaux composites » -Carma-Actualisation octobre 2006.
- [6]. F. Bourouis, « Etude du comportement mécanique de structure sandwiches à différents matériaux de revêtements », Mémoire de Magister, Université Mentouri, Constantine, 2016.
- [7]. D. Gay, « Matériaux composites », 5<sup>ème</sup> édition, 2005.

**CHAPITRE II :**  
**POLYETHYLENE HAUT DENSITE**

## II.1. Introduction

Le polyéthylène joue un rôle prépondérant dans notre quotidien, étant largement utilisé dans une multitude de domaines, notamment dans les réseaux de distribution d'eau potable et de gaz (figure II.1). Le polyéthylène haut densité (PEHD) est le plastique le plus courant, utilisé comme matière première dans plusieurs domaines d'application. Il se caractérise par sa rigidité et présente une excellente résistance aux chocs, à la pression, à l'abrasion et aux variations de température. La connaissance des diverses propriétés de ce matériau est essentielle, compte tenu de la forte augmentation de sa consommation à l'échelle mondiale [1].



**Figure II.1** : Code d'identification de la résine PEHD [2].

## II.2. Définition

Le PEHD est un polymère thermoplastique répandu, appartenant à la famille des polyoléfinés. Il se distingue par sa résilience, sa résistance chimique, sa faible sensibilité à l'eau, son imperméabilité à la vapeur d'eau et ses excellentes propriétés électriques. Ces caractéristiques en font un matériau de choix pour diverses applications telles que l'extrusion-soufflage de corps creux, l'injection d'articles divers, l'extrusion de films, de tubes et de câbles, entre autres [1].

## II.3. Structure moléculaire

Le PEHD se compose d'un long assemblage linéaire de 500 à 1000 molécules d'éthylène pratiquement sans ramification, ce qui lui confère une rigidité accrue lorsqu'il cristallise pour former un solide rigide. Sa masse volumique varie entre 0.955 et 0.970 g/cm<sup>3</sup>. Le PEHD est moins translucide et plus rigide que le polyéthylène basse densité (PEBD). Le PEHD est fabriqué par polymérisation cationique catalysée de l'éthylène, principalement avec des catalyseurs Ziegler-Natta (voir la figure II.2) [3].

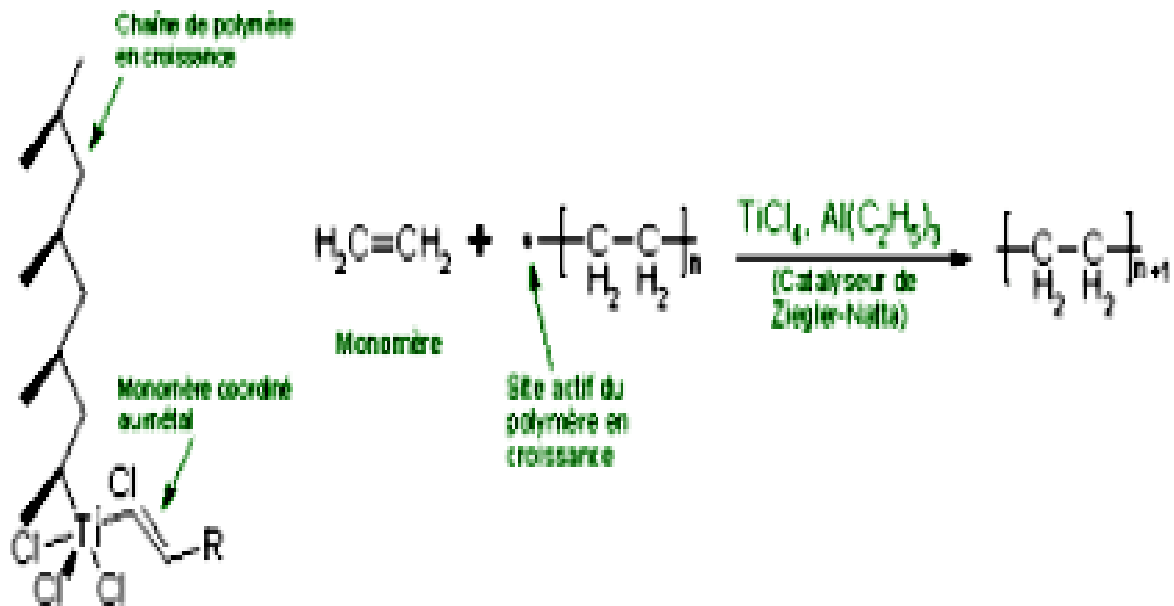


Figure II.02 : Polymérisation du PEHD avec le catalyseur Ziegler-Natta [4].

## II.4. Propriétés des polyéthylènes à haute densité

### II.4.1. Les propriétés mécaniques

Le PEHD présente d'excellentes propriétés mécaniques. A la température ambiante, le polymère est en phase amorphe, au-dessus de sa température de transition vitreuse égale à -100 °C, ce qui le rend souple dans sa phase caoutchouteuse et impacte significativement ses propriétés mécaniques. La nature paraffinique du PEHD lui confère de bonnes propriétés de friction, surtout sous forme injectée.

En outre, le polyéthylène haut densité présente une haute résistance mécanique, le rendant adapté aux applications nécessitant des matériaux forts et durables. Il possède également une élasticité acceptable, lui permettant de supporter des charges et de maintenir sa forme sous charge. Sa durabilité le rend adapté à une utilisation dans des environnements extrêmes ou sujets à la corrosion. De plus, il montre une bonne résistance à la rupture, ce qui renforce son utilisation dans des applications nécessitant une résistance à la rupture ou à la corrosion [5]. Le tableau II.1 récapitule les différentes caractéristiques de ce matériau.

**Tableau II. 1 :** Propriétés mécanique du PEHD) [5].

Propriétés	Unités	PEHD
Masse volumique	g/cm <sup>3</sup>	≥0,955
Indic de fluidité (190°C)	g/10min	0.3-18
Contrainte au seuil d'écoulement (traction)	MPa	25-30
Résistance à la rupture	MPa	30-35
Allongement rupture	%	500-1100
Module d'élasticité en traction	MPa	800-1100

#### II.4.2. Les propriétés physiques

- Le polyéthylène haut densité est solide dans les films épais,
- Il montre une transparence excellente lorsqu'il est utilisé dans les films,
- L'augmentation du niveau de cristallinité entraîne une diminution de la stabilité et de la vitesse de transfert des substances chimiques,
- La cristallinité améliore la transparence mais réduit la capacité du polyéthylène à transporter des substances dans la phase non cristalline [6].

**Tableau II.2 :** Propriétés physiques du PEHD [6].

Transmission lumineuse	Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )	Absorption d'eau (%)	Taux de cristallinité (%)
Mauvais	0.95	0.01	70 à 80

#### II.4.3. Les propriétés chimiques

Les polyéthylènes à haute densité sont chimiquement stables, résistant aux acides (sauf les oxydants), bases, et solutions salines à des températures inférieures à 60 °C. Ils sont sensibles aux ultraviolets en présence d'oxygène, nécessitant l'ajout de poudres de carbone ou de stabilisants. De plus, ils peuvent être sensibles au feu et à la fissuration sous contrainte en présence de savon, alcool, etc. [7].

#### II.4.4. Les propriétés thermiques

Le polyéthylène à haute densité présente des propriétés thermiques spécifiques. En absence de contraintes, il peut supporter des températures allant de 110 °C à 120 °C, comme dans le processus de stérilisation. Cependant, cette plage de température peut varier en fonction de la charge, diminuant avec une charge inférieure ou égale à 100 °C, et augmentant avec le taux de réticulation. De plus, la sensibilité du polyéthylène à haute densité au passage de la température de transition vitreuse est réduite lorsque sa cristallinité est plus élevée, et sa température de fusion est proche de 137 °C (tableau II.3) [8].

**Tableau II.3 :** Propriétés thermique de polyéthylène à haute densité [8]

Coefficient de dilatation $10^{-5}/^{\circ}\text{C}$	Conductivité $10^{-4}$ cal/s.cm	Chaleur spécifique Cal/g. °C	Fléchissement sous charge 0.186h	Température de fusion °C	Comportement au froid
11 à 13	11 à 12	0.55	42 à 54	137°C	Bon

#### II.4.5. Les propriétés électriques

Les polyéthylènes à haute densité se distinguent par leurs excellentes propriétés électriques, ce qui en fait des isolants efficaces en raison de leur densité élevée. Leur résistance élevée et leur rigidité électrique en font des matériaux largement utilisés dans les applications électriques et électroniques [9].

**Tableau II.04 :** Propriétés électrique du polyéthylène à haute densité [9].

Résistivité ( $\Omega$ .cm)	Rigidité diélectrique (kv/mm)	Constante diélectrique	Facteur de pert	Résistivité à l'air( $\Omega$ )
$10^8$	18 à 24	2,3	3 à 5	190

### II.5. Avantages et inconvénients du PEHD

#### II.5.1. Avantages

Les principaux avantages du HDPE sont :

- ✓ Flexibilité et souplesse, adapté aux installations nécessitant des courbures serrées,
- ✓ Stabilité chimique, résistance à la corrosion,

- ✓ Rapport force/densité élevé, offrant une grande résistance mécanique malgré sa légèreté,
- ✓ Assemblages par fusion, garantissant une étanchéité efficace et durable [9].

### II.5.2 .Inconvénients

- ✓ Moins adapté aux applications nécessitant une rigidité élevée, comme les installations sans tranchée,
- ✓ Capacité de résistance à la pression limitée, mieux adapté pour les tuyaux à faible pression,
- ✓ Possibilité de déformation sous certaines conditions de température et de charge [9].

### II.6. Applications du polyéthylène à haute densité (PEHD)

- **Industrie du plastique et emballage** : Fabrication de bouteilles et d'emballages plastiques pour l'eau et les boissons. Production de couvercles et de récipients pour les aliments et les boissons. Fabrication de sacs plastiques solides et durables pour l'emballage.
- **Bâtiment et travaux publics** : Fabrication de tuyaux pour les réseaux de distribution d'eau potable. Production de réservoirs de stockage pour l'eau et les produits chimiques. Fabrication de plaques et de tubes plastiques pour des usages structurels et mécaniques.
- **Agriculture et environnement** : Fabrication de réservoirs de stockage pour les produits chimiques agricoles. Fabrication de couvercles et de récipients pour le recyclage et l'amélioration du sol.
- **Industrie maritime et marine** : Fabrication de bouées et de balises pour la signalisation maritime. Production de tuyaux et de couvercles pour des applications sous-marines.
- **Automobile et transport** : Fabrication de pièces intérieures et extérieures pour les véhicules, comme les panneaux de porte et les caisses. Production de pièces pour les systèmes de carburant et de ventilation des véhicules. Fabrication de tuyaux et de couvercles pour le transport de carburant et de liquides.
- **Chimie et pétrochimie** : Fabrication de réservoirs de stockage pour les produits chimiques et les produits pétrochimiques. Production de tuyaux et de vannes pour le transport et la distribution de produits chimiques.
- **Énergie et pétrole** : Fabrication de tuyaux et d'équipements pour les applications dans le domaine de l'énergie et du pétrole, tels que le transport du gaz et du pétrole.
- **Santé et médical** : Fabrication de tuyaux et de couvercles pour les applications de soins de santé, comme les tuyaux pour les perfusions.

- Production de pièces pour les dispositifs médicaux et les instruments chirurgicaux.
- **Mines et exploitation minière** : Fabrication de tuyaux et de flexibles pour le transport de l'eau et des produits chimiques dans les opérations minières.
- **Production de tuyaux** : pour les applications d'irrigation et de drainage dans les mines [10,11].

## II.7. Mise en œuvre du PEHD

Le polyéthylène haut densité adopte les techniques de mise en œuvre suivantes [12] :

### II.7.1. Injection

On peut distinguer :

#### 1. L'injection simple ;

**2. L'injection bi matière** : produisant des pièces dont la peau donne l'aspect et les caractéristiques, et le cœur est fait de matière allégée ou recyclée ;

**3. la Co-injection de gaz** : dans le PEHD, cette technique présente un certain nombre d'avantages : pièces creuses plus légères, retrait moins important, meilleur aspect de surface, moindre distorsion, tensions internes diminuées, force de fermeture réduite et refroidissement plus court, mais aussi des inconvénients : impossibilité d'utiliser un moule multi empreinte, trou – à boucher – dans la pièce au niveau du point d'injection du gaz.

En général, les températures d'injection du polyéthylène haute densité varient entre 200 à 280 °C et le retrait, de l'ordre de 1.5 à 3 %, qui s'opère essentiellement pendant la phase de cristallisation du polymère, dépend des conditions de mise en œuvre (températures de la matière et du moule, vitesse d'injection, pression et temps de maintien en pression), des caractéristiques du polymère (fluidité à chaud) et de l'épaisseur de la pièce (voir la figure II.3).

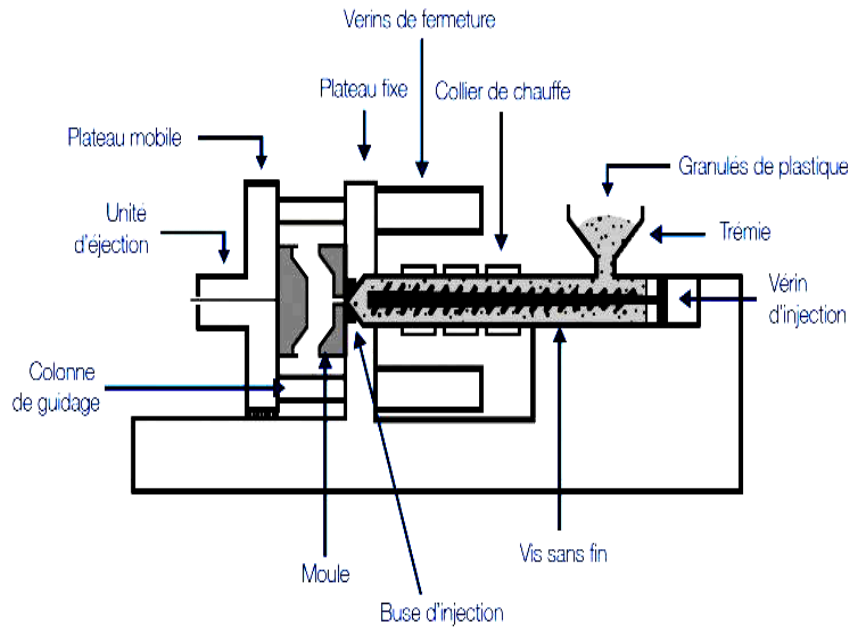


Figure II.3 : Schéma de procédés d'injection [13].

**II.7.2. Extrusion-soufflage**

Cette technique permet d'obtenir, en grandes séries, à coût intéressant, les corps creux les plus divers dont le volume peut aller de quelques millilitres (flacons pharmaceutiques) à plusieurs mètres cubes (réservoirs à mazout, fosses septiques), voir la figure II.4.

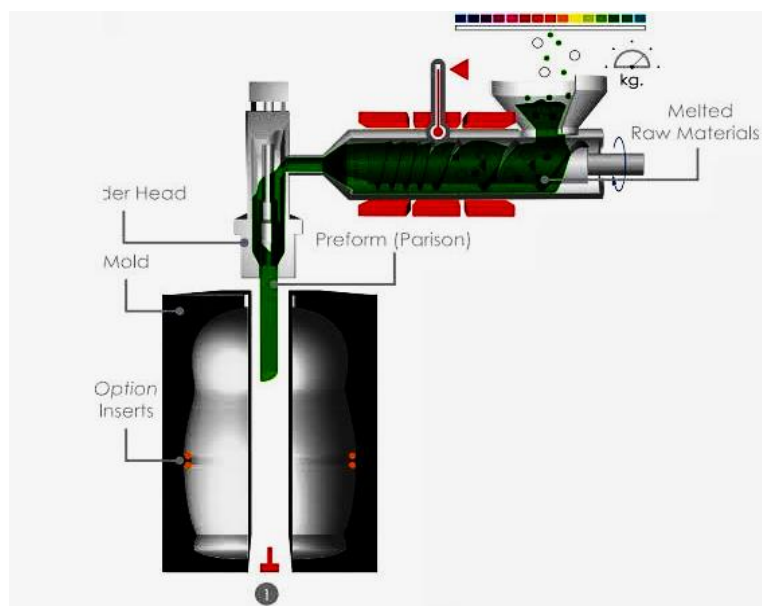


Figure.II.4 : Schéma de procédés d'extrusion-soufflage [14].

**II.7.3. Extrusion de tubes**

- Il s'agit d'une des applications les plus techniques du polyéthylène haute densité,
- On distingue les applications « pression » pour la distribution du gaz, l'adduction d'eau potable, l'irrigation, les applications industrielles et les applications sans pression pour le gainage de câbles, l'évacuation, etc., voir la figure II.5.

Les polyéthylènes sont classés, selon des désignations normalisées, en fonction de leurs Performances.

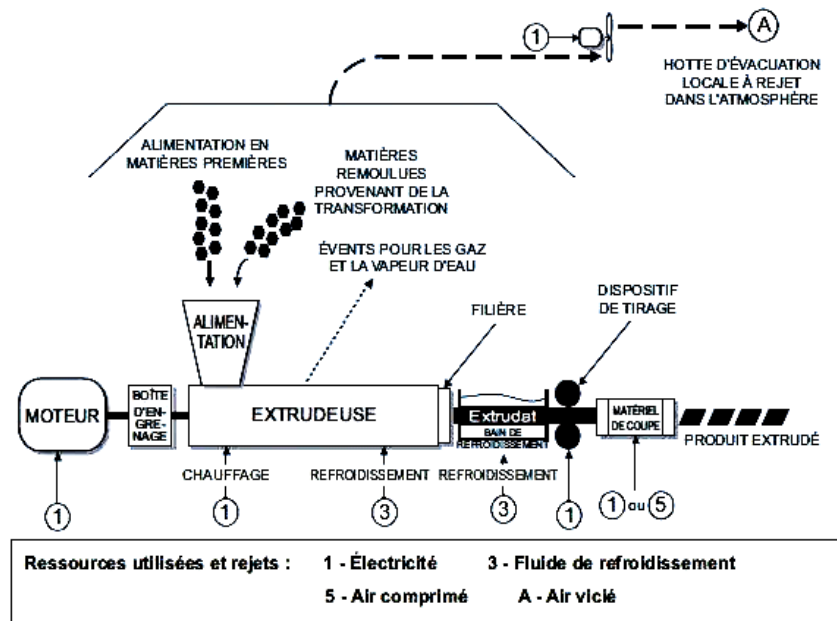
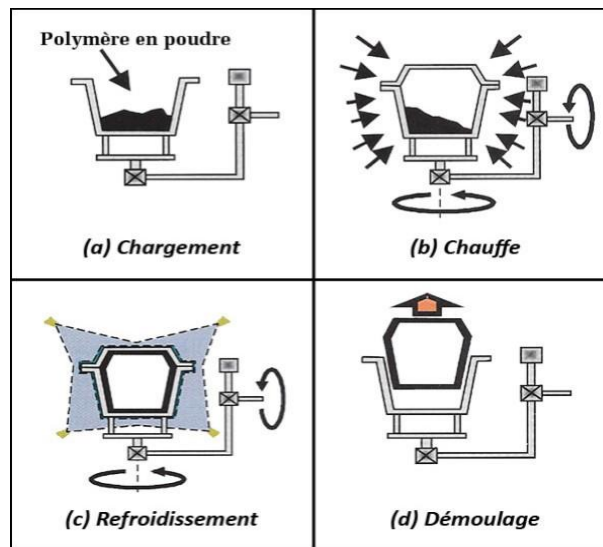


Figure.II.5 : Schéma de procédés d'extrusion [15].

#### II.7.4. Moulage par rotation

- ✓ Son principe est simple (figure II.6) : il consiste à faire tourner, dans deux plans perpendiculaires, un moule chaud rempli de poudre de polyéthylène.
- ✓ Après fusion, le moule est refroidi pour permettre le démoulage de l'objet.
- ✓ Les poudres utilisées sont issues du broyage mécanique de granulés.
- ✓ Une répartition granulométrique étroite est nécessaire pour assurer aux objets transformés le niveau de qualité optimal.
- ✓ Le roto moulage est particulièrement bien adapté à la production de pièces creuses, ouvertes ou fermées, de grand volume, ou bien de pièces plus petites mais dont les séries ne peuvent justifier l'investissement d'un moule d'extrusion-soufflage. Les applications sont assez nombreuses dans les domaines les plus variés : fosses septiques, cuves à engrais, conteneurs à produits chimiques, poubelles, bateaux, articles de signalisation

routière (par exemple délinéateurs), réservoirs à carburants, etc. [16].



**Figure.II.6** : Schéma de procédés du rotomolage [16].

## II.8. Conclusion

Le polyéthylène haut densité offre des opportunités durables intéressantes. Il est intéressant de maintenir un équilibre entre son utilisation et de minimiser les déchets dans l'environnement en favorisant le recyclage et d'avoir un matériau biodégradable. L'innovation continue dans ce domaine est essentielle pour relever les défis environnementaux tout en exploitant les avantages du polyéthylène.

**Références**

- [1]. R. Dossogne, «Polyéthylène haute densité PEHD», Technique d'Ingénieur, N° A3315, 1996, pp .1-10.
- [2]. Shutterstock, «PEHD 02 recycling code symbol plastic stock vector (royalty free)», [en ligne] : Récupéré de <https://www.shutterstock.com/image-vector/pehd-02-recycling-code-symbol-plastic-791070934>, (Consulté le : 16/04/2024).
- [3]. PlasticSchool. «Polyéthylène haute densité», [en ligne] ; Récupéré de <https://www.pslc.ws/french/pe.htm>. (Consulté le : 18/04/2024).
- [4]. Google Images, Récupéré de <https://www.google.com/imgres?imgurl=https%3A%2F%2Fwww.chemphys.fr%2Fmpb%2Fteach%2FPEhd%2FImage4.gif&imgrefurl=https%3A%2F%2Fwww.chemphys.fr%2Fmpb%2Fteach%2FPEhd%2Findex.html&docid=5A3muvkIT1C17M&tbnid=BRiyP6ppoq--4M&vet=1&source=sh%2Fx%2Fim%2Fite%2Fm1%2F2>, (consulté le : 20/04/2024).
- [5]. G. Ehrenstein, et F. Montagne, « Matériaux polymères : structure, propriétés et applications », Hermès science publications, Paris, 2000.
- [6]. Groupe CHIALI. «Caractéristiques de la matière PE », Catalogue du Groupe CHIALI, Siège et Direction Générale, Zone Industrielle B.P 160,Sidi Belabes, 22000 Algérie, p. 3.
- [7]. M. Bouterfa, «Etude de la détermination du paramètre d'interaction entre deux polymères par voie mécanique "effet du compatibilisant sur ce paramètre"», Thèse de magister, Université Ferhat Abbas Sétif-1, 2011.
- [8]. Bausano. «Avantages et inconvénients du PEHD». Récupéré de <https://www.bausano.com/fr/presse-et-actualite%20C3%A9/avantages-et-inconv%20C3%A9nients-du-pehd-lequel-du-pvc-ou-du-poly%20C3%A9thyl%20C3%A8ne-est-il-le-plus-r%20C3%A9sistant%20> ? (Consulté le : 25/04/2023).
- [9]. M. Fontanille et Y. Gnanou, « Chimie et Physico-chimie Des Polymères », Dunod, Paris, 2005, pp. 4-8.
- [10]. «Tout ce qu'il faut savoir sur le PEHD en industrie», Récupéré de <https://www.artis-groupe.fr/blog/pehd>, (Consulté le 05/05/2024).
- [11]. «Les avantages et les applications du PEHD». Récupéré de <https://blogue.polyalto.com/les-avantages-et-les-applications-du-hdpe>, (Consulté le : 03/05/2024) .
- [12]. C.Vincent, «Etude de l'extrusion du polyéthylène téréphtalate et de ses mélanges non compatibilisés avec le polyéthylène haute densité», Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines Paris, 2002.
- [13]. «Principe de l'injection plastique, APA Injection», Récupéré de <https://www.apa-injection.com/principe-de-l-injection-plastique>, (Consulté le : 25/05/2024).

[14]. «MTS - Moulage Technique Soufflage. Extrusion-soufflage», Récupéré de <https://mts-france.com/extrusion-soufflage>, (Consulté le : 25/05/2024).

[15]. Ressources naturelles Canada, «Descriptions des procédés génériques et des systèmes auxiliaires», Récupéré de <https://ressources-naturelles.canada.ca/table-des-matieres/5-descriptions-des-procedes-generiques-et-des-systemes-auxiliaires>, (Consulté le : 27/05/2024).

[16]. Plastipol, «Guide du Rotomoulage», Récupéré de <https://plastipol.pl/Strona-glowna/Blog>, (Consulté le : 28/04/2024).

# **CHAPITRE III: GENERALITES SUR L'AMIDON ET GRIGNON D'OLIVE**

### III.A. Amidon

#### III.A.1. Introduction

Après la cellulose, l'amidon est la principale substance glucidique renouvelable fabriquée par les végétaux supérieurs à partir de l'énergie solaire. L'amidon a de nombreuses applications en tant que matériau brut dans l'industrie. Il est indispensable pour nourrir les êtres vivants, et en particulier l'homme.

#### III.A.2. Définition

L'amidon est un polysaccharide végétal contenant des unités de glucose  $C_6H_{12}O_6$ . Il est la principale source de glucides pour les plantes supérieures. Il constitue une part significative des matières premières agricoles. Il est stocké dans les parties souterraines des végétaux comme les céréales (30 % de la matière sèche), les tubercules (60-90 %) et les légumineuses (25 à 50 %). L'amidon est la principale source d'énergie pour les animaux, et la moitié de l'amidon fabriqué industriellement est destinée à être consommée par les humains [1].

L'amidon se présentant sous la forme d'entités granulaires. Abondant et peu coûteux, il peut être extrait du blé, de la pomme de terre, de l'orge, du manioc, du riz, du maïs, etc. Les amidons de céréales représentent la source d'amidon la plus importante [2].



Figure III.A.1 : Principales sources naturelles d'amidon [3].

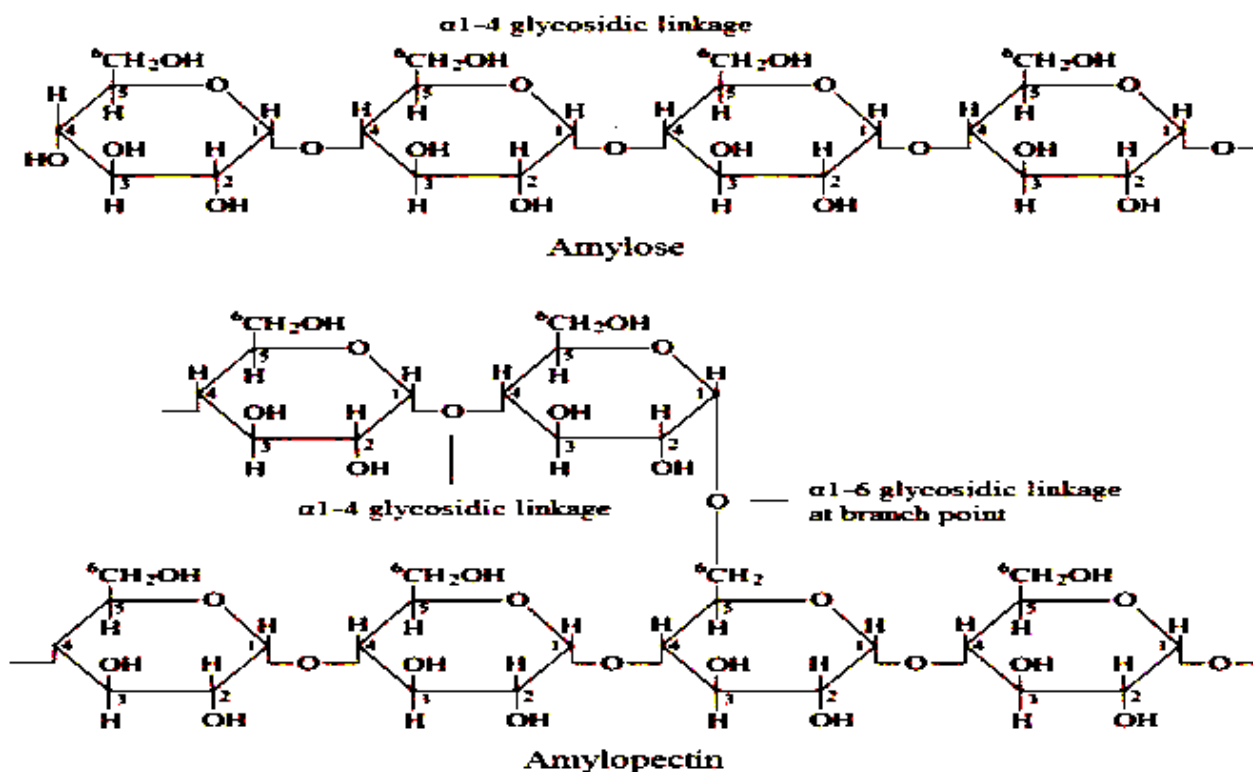
#### III.A.3. Structure et morphologie de l'amidon

La composition chimique de l'amidon varie suivant son origine végétale. Les amidons sont constitués de D-glycopyranose en chaînes linéaires avec la liaison  $\alpha$  (1-4) dans l'amylose, ou en chaînes ramifiées (environ 5 % de ramifications) par la liaison  $\alpha$  (1-6) sur des chaînes  $\alpha$  (1-4) dans l'amylopectine [4]. La teneur en chacun des constituants est différente suivant l'origine de l'amidon (tableau II.A.1).

**Tableau III.A.1 :** Teneur en amylose et amylopectine des amidons de différentes sources [5].

Source botanique	Amylose (%)	Amylopectine (%)
Maïs	28	72
Pomme de terre	21	79
Blé	28	72
Maïs cireux	0	100
Amylomaïs	50-80	50-20
Riz	17	83
Pois	35	65
Manioc	17	83

Les granules d'amidon contiennent deux types de polymères. L'amylose est un polymère non ramifié de glucose dont résidus, entre 200 et 500 par chaîne, sont associés des liaisons glucidiques A (1→4). L'amylopectine possède le même type de liaison mais présente, en plus, des ramifications, liées en position 1→6 tous les 25 ou 30 de résidu [6]. La structure moléculaire est représentée sur la figure III.A.2.



**Figure III.A.2 :** Structure moléculaire de l'amylose et de l'amylopectine [7].

### III.A.3.1. Amylose

Elle constitue environ 25 % de l'amidon. C'est une molécule formée d'environ 600 à 1000 molécules de glucose en chaînes linéaires et des degrés de polymérisation ( $\Delta P_n$ ) de 300-5000 [4].

#### **III.A.3.2. Amylopectine**

Elle constitue environ 75 % de l'amidon. C'est une molécule qui a un aspect buissonnant du fait de ramifications qui se branchent sur une fonction  $\text{CH}_2\text{OH}$ , Approximativement tous les 25 motifs .La chaîne totale peut contenir entre 10000 et 100000 résidus glucoses et le degré de polymérisation varie entre 9600 et 15900 [8].

#### **III.A.4. Procédé d'obtention de l'amidon**

La fabrication d'amidon commence par la séparation des constituants de la plante : l'amidon, la protéine, l'enveloppe cellulosique, les fractions solubles... Cette première phase fait intervenir une série d'étapes simples de la séparation physique des constituants : broyage, tamisage, centrifugation... A noter que les procédés de fabrication sont spécifiques à chaque plante. Dans un deuxième temps, l'amidon ainsi extrait sous sa forme La plus sure sera valorisé après séchage en tant qu'amidon natif ou bien sera transformé afin d'améliorer ses performances (amidons modifiés) [8].

#### **III.A.5. Structure semi-cristalline des grains d'amidon**

A l'état natif, l'amidon est sous forme de grains semi-cristallins, dont la taille (1 à 100  $\mu\text{m}$ ) et la morphologie (sphérique, lenticulaire, polyédrique...) sont sous contrôle génétiques, en conséquence, fonction de leur origine botanique. Les zones semi-cristallines sont séparées les unes des autres par des régions complètement désordonnées appelées amorphes. L'amidon donne un polymère caractérisé par des propriétés mécaniques faibles, une mauvaise tenue à l'eau, un vieillissement important et une densité élevée (~1,4). Pour atténuer ces défauts, de l'amidon granulaire ou fondu est souvent mélangé à un autre polymère [9].

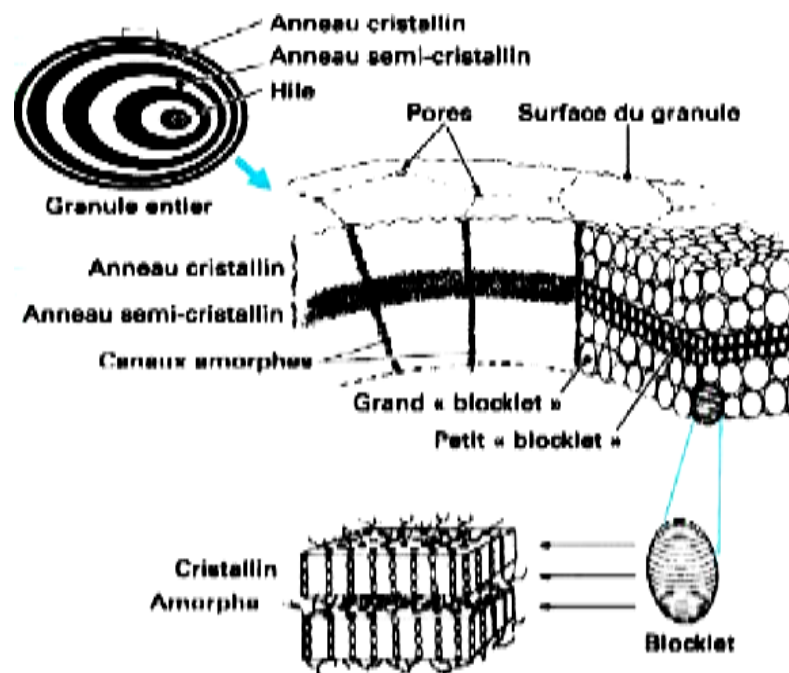


Figure III.A.3 : Représentation schématique de la structure du granule d'amidon [10].

### III.A.6. Différents types de l'amidon

#### III.A.6.1. L'amidon natif

L'amidon natif correspond au produit brut extrait sans modification de la molécule. Il a des propriétés alimentaires et technologiques. On le retrouve dans les graines (de céréales et de légumineuses) ainsi que dans les tubercules, les racines, les bulbes et les fruits [11].

#### III.B.6.2. L'amidon modifié

Diverses technologies permettent d'obtenir des amidons modifiés en modifiant leur structure de base. Ces amidons modifiés subissent divers traitements chimiques, physiques ou enzymatique.

Des modifications sont apportées pour changer les propriétés de l'amidon natif, relativement à :

- L'action mécanique (forces de cisaillement),
- La stabilité eu égard à la chaleur, au froid, à l'acide une meilleure solubilité,
- La viscosité (liaison plus forte, liaison plus faible),
- Une réduction de la rétrogradation [10].

### III.A.7. Propriétés de l'amidon

#### III.A.7.1. Propriétés physiques

Plusieurs facteurs physiques influent sur les amidons tel que :

- Influence de la température : l'amidon est insoluble dans l'eau. La gélification commence graduellement à partir de 50 °C, elle dépend de la nature de l'amidon, de la taille des grains, de l'agitation moléculaire, et de l'eau employée. Il forme une solution colloïdale à chaud (70 °C) qui épaissit en donnant un gel couramment Appelé empois.
- Effet stabilisant : l'épaississement ayant lieu à une température inférieure à celle de la coagulation du jaune d'œuf, les crèmes aux œufs contenant de l'amidon peuvent Être portées à ébullition [12].

### III.A.7.2. Propriétés chimiques

Il y a trois types d'action qui sont influencée sur les amidons : chimique, thermique, enzymatique.

- Action thermique : elle change le goût et la couleur de l'amidon par dextrinisation,
- Action chimique et enzymatique : une hydrolyse partielle de l'amidon par les acides conduit à la formation de dextrans. Le gel formé est moins épais. Cette hydrolyse est accélérée par un accroissement de température,
- L'amidon peut aussi subir l'action d'enzymes comme des enzymes Animale (amylase), microbiennes ou végétales [12].

### III.A.7.3. Propriétés rhéologiques

Sous l'effet de la température, on note une augmentation consécutive de la viscosité lors du gonflement des granules. Le maximum est atteint lorsque les granules sont en limite d'éclatement. Ceci s'explique par le fait que les grains volumineux se touchent les uns les autres ce qui crée de fortes contraintes mécaniques. Lors de l'éclatement des grains par la température, la viscosité diminue. Le caractère gélifié réapparaît jusqu'à sa stabilisation du fait du processus de synérèse et de rétrogradation. Cet effet gel étant attribué à la réorganisation des chaînes d'amylose [13].

### III.A.7.4. Propriétés hydrothermiques

Les grains d'amidon sont insolubles dans l'eau, à température ambiante. A une température supérieure à 60 °C et en présence d'un excès d'eau, le grain d'amidon passe par trois phases successives :

- **Phase 1** : la sorption

Phase stationnaire à 20 °C puis montée en température jusqu'à 60 °C environ : le grain d'amidon capte l'eau et commence à gonfler.

- **Phase 2 :** l'empesage (gonflement + dispersion)

Phase de montée en température de 60 à 100 °C : l'eau présente dans les lamelles amorphes crée une désorganisation locale des chaînes d'amylose. L'amylose est alors libérée dans l'eau.

- **Phase 3 :** la retrogradation/ gelification

Phase de descente en température de 100 à 20 °C : sous l'effet de la température, le grain d'amidon éclate libérant les chaînes d'amylopectine. Un regroupement spontané de ces chaînes d'amylose et d'amylopectine et la formation d'un gel physique au cours du refroidissement (rétrogradation) s'effectue en chassant les molécules d'eau autour d'elles (processus de synérèse) et créant par conséquent les propriétés visqueuses bien connu des suspensions d'amidon. Plus l'amidon est riche en amylose plus sa structure aura tendance à la rétrogradation [14].

### III.A.8. Les applications

L'amidon est un polymère naturel renouvelable utilisé industriellement sous plusieurs formes. Parmi les applications de l'amidon qui peut être soit à l'état naturel sous forme de poudre, en film, cuit en milieu aqueux ou à l'état modifié chimiquement ou physiquement pour obtenir des propriétés désirées [15, 16], on peut citer son utilisation dans différents domaines :

- Dans l'industrie des composites et des nano composites, l'amidon peut être utilisé comme charge renforçant et/ou comme résine. A cause de sa biodégradabilité et de sa renouvelabilité,
- Dans l'industrie alimentaire, l'amidon est la principale source d'énergie pour les emballages plastiques, qu'ils soient destinés à l'alimentation humaine ou animale. C'est un composé nutritionnel abondant, renouvelable et peu coûteux.
- L'amidon, avec des propriétés fonctionnelles souhaitées, pourrait contribuer à améliorer la qualité de divers produits alimentaires en remplacement de l'amidon chimiquement modifié qui est largement utilisé dans de nombreux produits tels que l'épaississant, le gélifiant, le liant et les matières sucrantes.
- Dans l'industrie agronomique, les résultats d'études sur les amidons permettent de cultiver des espèces qui produisent l'amidon avec des propriétés souhaitées.

- L'amidon est utilisé dans de nombreux secteurs industriels tels que la production papetière, l'industrie pharmaceutique, cosmétique, textile, etc.
- L'amidon est un candidat potentiel pour la fabrication de biocarburants [17].
- L'amidon peut t'être considéré comme un ingrédient multifonctionnel dans l'industrie alimentaire. A l'état natif ou modifié, il est surtout employé comme agent épaississant, gélifiant ou stabilisant, comme rétenteur d'eau ou encore comme agent d'encapsulation [18].

## III.B. Grignon d'olive

### III.B.1.Introduction

Les grignons d'olive, qui sont les résidus de la production d'huile d'olive, sont une ressource naturelle renouvelable de plus en plus appréciée et un produit émergent qui a de nombreuses applications.



**Figure II.B.1** : Photo représentatif des grignons d'olive [19].

### III.B.2. Définition

Le grignon d'olive est le résidu solide de l'extraction de l'huile d'olive, Il représente environ 25 % des olives traitées. Il est composé de la coque du noyau réduite en morceaux, de la peau et de la pulpe broyée de l'olive [20]. Il contient également une certaine quantité de matières grasses (3 à 7 %) et une importante quantité d'eau (la margine), variables selon la variété des olives et surtout du procédé d'extraction [21]. Le tableau ci-dessous (tableau III.1) présente les différents composants du grignon d'olive [22].

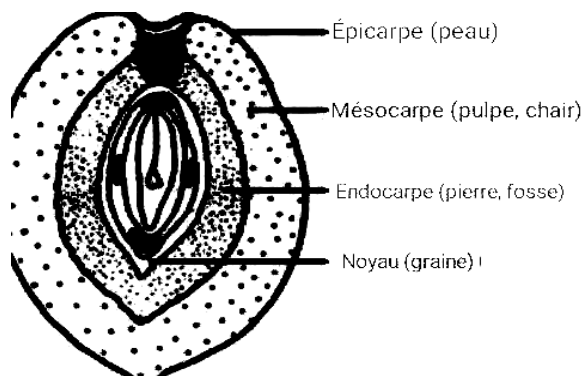
Différents types de grignons d'olive sont distingués en fonction du traitement technologique appliqué, notamment le grignon brut, le grignon épuisé et le grignon partiellement dénoyauté.

**Tableau III.1** : Les différents composants du grignon d'olive [22].

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

### III.B.3. Caractéristiques physicochimique de grignon d'olive

Les méthodes technologiques utilisées dans le traitement des grignons d'olive peuvent effectivement altérer les proportions relatives des différents composés tels que l'épicarpe, le mésocarpe et l'andocarpe (figure II.B.2), en raison de leurs compositions physicochimiques différentes. Les procédés de broyage, d'extraction et de filtration peuvent influencer la répartition des composants et donc la qualité finale de l'huile d'olive obtenue [23].

**Figure III.B.2** : composition physique de l'olive [23].

#### III.B.3.1. Caractéristique physiques

La variation des caractéristiques physiques des grignons en fonction de leur type illustre l'importance de la diversité dans la composition physique de ces résidus, mettant en évidence l'impact significatif que chaque variété peut avoir sur les propriétés physiques globales :

- **Le grignon brut** résultant de la première pression des olives entières, possède des niveaux élevés d'eau (24 %) et d'huile (9 %), ce qui le rend sujet à une détérioration

rapide lorsqu'il est exposé à l'air,

- **Le grignon épuisé** est obtenu après l'extraction de l'huile du grignon brut à l'aide d'un solvant, comme l'hexane,
- **Le grignon partiellement dénoyauté** est le produit de la séparation partielle du noyau de la pulpe par tamisage ou ventilation. Il est qualifié de "gras" s'il n'est pas dégraissé par solvant et "dégraissé" ou "épuisé" s'il l'est,
- **La pulpe d'olive** est la substance obtenue après la séparation du noyau de la pulpe avant l'extraction de l'huile. Elle présente une teneur élevée en eau (60 %) et est extrêmement difficile à conserver [24].

### III.B.3.2. Caractéristique chimiques

La composition chimique des grignons d'olive subit des variations en fonction du niveau de maturité, de la méthode d'extraction de l'huile et de l'épuisement par les solvants.

Voici un résumé des principaux éléments :

- **Cellulose brute** : Le taux de cellulose brute est élevé pour les grignons non dénoyautés, mais le dénoyautage partiel réduit cette teneur, bien que la pulpe pure contienne encore environ 20 % de cellulose brute [22].
- **Matières azotées** : Leurs taux varient selon le type de grignon, mais restent relativement modestes, En moyenne, elles représentent environ 10 %, mais la plus grande partie est liée à la fraction pariétale, et dès lors moins disponible pour l'animal [25].
- **Cendres** : Leur teneur est normalement faible, entre 3 et 5 % [26].
- **Matières grasses** : La teneur en matières grasses des différents tourteaux vierges ou de pression est très élevée, environ 15 à 20 % en moyenne. L'extraction de l'huile par des solvants permet d'abaisser ce taux à environ 4-5 % de matières grasses [27].

Les tableaux III.B.2 et 3 présentent la composition chimique de différents types de grignon et de la matière sèche.

**Tableau III.B.2** : Composition chimique de différents types de grignon [28].

Type	Matière Sèche (%)	Matière Minérales (%)	Matière Totales (%)	Cellulose Brut (%)	Matières Grasses
Grignon brut	75-80	3-5	5-10	35-50	8-15
Gr.Gras part. dénoyauté	80-95	6-7	9-12	20-30	15-30

Grignon épuisé	85-90	7-10	8-10	35-40	4-6
Gr.épuisé part. dénoyauté	85-90	6-8	9-14	15-35	4-6
Pulpe grasse	35-40	5-8	9-13	16-25	26-33

**Tableau III.B.3** : Caractéristique de grignon d'olive [24].

Matière Organique (%)	Humidité (%)	Hémicellulose (%)	Cellulose (%)	Lignin (%)
2.6	4.8	30.7	36.9	18.5

La composition chimique des grignons d'olive varie en fonction de plusieurs facteurs, notamment :

**Méthodes d'extraction** : Les méthodes de pression mécanique ou d'utilisation de solvants chimiques peuvent influencer les caractéristiques chimiques des grignons d'olive.

**Méthodes de stockage** : Le stockage à long terme, surtout dans des conditions défavorables telles que la chaleur élevée ou l'humidité, peut entraîner des changements dans leur composition chimique.

**Méthodes de préparation** : Le broyage et le chauffage peuvent modifier les propriétés chimiques des grignons d'olive, provoquant des changements dans le contenu des composés lipidiques, protéiques et glucidiques.

#### III.B.4. Valorisation des grignons d'olive

Voici quelques-unes des principales applications de grignons d'olive et leur importance dans la vie quotidienne et l'économie.

- Comme matériaux de renforcement dans les composites en raison de leur composition lignocellulosique par exemple : matériaux composites à base d'acide poly-lactique et
- de farine de grignon d'olive [29].
- **Extraction de l'huile de grignon** : Le grignon est utilisé comme source pour extraire de l'huile, qui peut être utilisée dans diverses industries telles que l'alimentation et la chimie.

L'huile de grignon obtenue à partir d'une extraction à hexane retenue dans la fabrication du savon et de glycérine [30].

➤ **Distribution comme amendement sur les terres agricoles**

Le grignon peut être utilisé comme amendement pour les sols agricoles afin d'améliorer leur qualité, leur fertilité et de fournir les éléments nutritifs nécessaires à la croissance des plantes. Cependant, l'utilisation du grignon d'olives comme fertilisant nécessite des précautions. L'épandage direct du grignon comme fertilisant est à éviter car le grignon est un sous-produit difficilement dégradable à cause de sa richesse en lignine et de sa phytotoxicité. Pour pouvoir l'utiliser comme fertilisant, il est recommandé de lui faire subir un compostage qui génère une matière organique stabilisée et non phytotoxique [31].

➤ **l'utilisation des grignons comme combustible**

Dans de nombreux pays producteurs d'huile d'olive, les grignons sont principalement utilisés comme combustible pour produire de la chaleur. Traditionnellement, les grignons sont utilisés à domicile et dans les usines d'extraction d'huile pour produire de la chaleur pendant le processus d'extraction. De plus, on trouve des applications modernes des grignons comme combustible dans les chaudières industrielles et les systèmes de désalinisation pour générer de l'électricité et répondre aux besoins en chaleur élevée.

Le grignon peut également être utilisé pour produire de l'énergie thermique, que ce soit par combustion directe ou par conversion en biogaz ou autre biocarburant [31].

➤ **Alimentation du bétail après délignification**

Les études scientifiques démontrent que la consommation des grignons d'olives bruts peut entraîner chez les animaux un ralentissement de la croissance, en raison d'une mauvaise utilisation digestive et métabolique. Cependant, une fois délignifiés, ces résidus peuvent être utilisés comme aliment pour le bétail après un traitement visant à éliminer les fibres solides, offrant ainsi une alternative viable pour valoriser ces déchets tout en minimisant les risques pour la santé animale [31].

➤ **Utilisation du grignon d'olive comme absorbant**

La matière première pour la préparation du charbon actif est le grignon d'olive [30]. Cette matière première a fait l'objet de plusieurs recherches pour son pouvoir de biosorption des métaux lourds et du phénol. C'est une technologie alternative dans le traitement des eaux usées et de la margine [32].

➤ **La production de furfural**

A partir des grignons implique la transformation des pentoses qu'ils contiennent en furfural par une hydrolyse suivie d'une déshydratation [30]. Ce processus permet de

convertir les composants de la biomasse lignocellulosique en furfural, qui peut ensuite être utilisé dans l'industrie des plastiques et des alcools, tandis que les composés phénoliques récupérés par extraction par solvants offrent une voie de valorisation supplémentaire pour les sous-produits de la biomasse [28].

Comme illustré dans la figure III.B.4 de l'étude [30], la valeur des tourteaux est estimée en utilisant le schéma de valorisation pour obtenir les produits finaux.

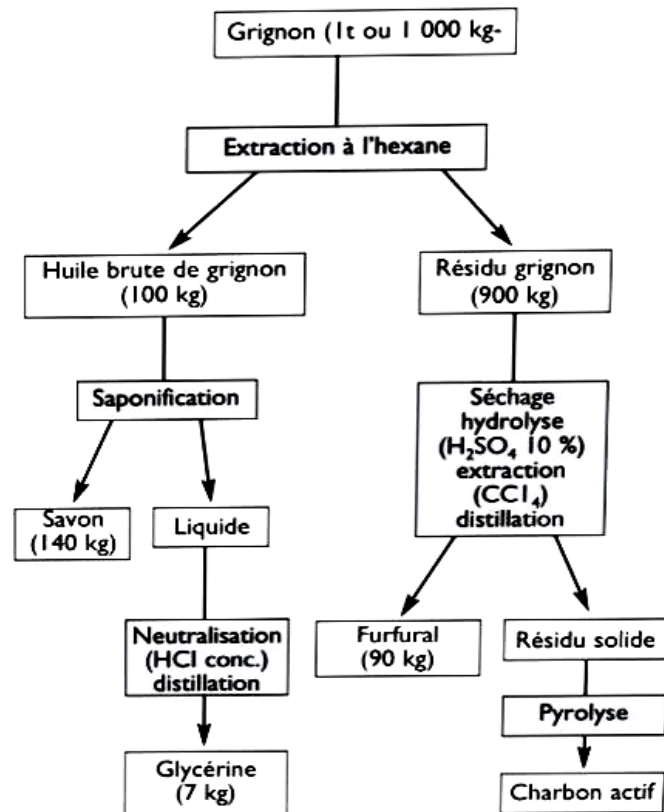


Figure III.B.4 : Schéma de valorisation des grignons [30].

**Références**

- [1]. N. Chenikhar, «Etude des propriétés mécaniques d'un matériau à base d'amidon, polymère et argile préparé par mélange à l'état fondu », Mémoire master, Université Mohamed Khider Biskra, 2016.
- [2]. G. Linden et D. Lorient, « Biochimie agro-industrielle : valorisation alimentaire de la production agricole », Masson, Paris, 1994.
- [3]. amixon. «Amidon et production d'amidon ». Récupéré de <https://www.amixon.com/fr/blog/amidon-et-production-damidon>, (Consulté le : 11/04/2024).
- [4]. L. Avérous, «Starch-Based Sustainable Materials», In: Y. Habibi et L. A. Lucia, «Polysaccharide building blocks : a sustainable approach to the development of renewable biomaterials», John Wiley; Sons, 2012, pp. 307-330.
- [5]. J. L. Wertz, « L'amidon et le PLA, deux bio-polymères sur le marché », Note de synthèse, Document FARR-Wal, 2011.
- [6]. J. j. Perry, T J. Staley et S. Lory, «Microbiologie : cours et questions de révision», Dunod, Paris 2004.
- [7]. [https://www.researchgate.net/figure/Structure-of-amylose-and-amylopectin-in-starch\\_fig1\\_339887938](https://www.researchgate.net/figure/Structure-of-amylose-and-amylopectin-in-starch_fig1_339887938).
- [8]. N. T. Dunford, « Biopolymers » In; N. T. Dunford, «Food and industrial bioproducts and bioprocessing» John Wiley and Sons, 2012, pp. 267-293.
- [9]. Média chimie. «L'amidon et les matériaux : où en est?» Récupéré de <https://www.mediachimie.org/ressource/1%E2%80%99amidon-et-les-mat%C3%A9riaux-o%C3%B9-en-est>, (Consulté le : 13/05/2024).
- [10]. E. Lévêque, B. Haye et A. Belarbi, L'amidon et ses dérivés, Application industrielle, Paris: Elsevier, 2000.
- [11]. C. D. H. Cuq, J. L. Malewiak et al. «Amidon et nutrition humaine », Paris, ESF éditeur, 1992, pp.127-135.
- [12]. F. Duprat, D. Gallant, A. Guilbot, C. Mercier et J. P. Robin, L'amidon, In: B. Monties, A. M. Catesson, J. C. Roland, F. Barnoud, J. P. Joselea, M. T. Tollier, C. Mercier, J. F. Thibaut, M. Metche, G. de Lestang-Bremont et G. Janin, Les polymères végétaux: polymères pariétaux et alimentaires non azotes, Paris: ISBN, 1980, pp. 176-231.
- [13]. M. Bedreddine, «Hydroxyéthyl amidon, synthèse, propriétés et applications», Mémoire de master, Université Abou Bakr Belkaid Tlemcen, 2013.
- [14]. AGIR-CRT. «Comportement hydrothermique des grains d'amidon». Récupéré de <https://www.agir-crt.com/blog/comportement-hydrothermique-amidon>, (Consulté le : 05/05/2024).

- [15]. C. Massaux, B. Bodson, J. Lenartz et al., «L'amidon natif du grain de blé : un composé naturel à valoriser par la connaissance de ses propriétés techno- fonctionnelles?», In : Livre Blanc Céréales, Gembloux, 2006.
- [16]. O. Faruk, A. K. Bledzki, H. P. Fink et al., «Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010», Progress in polymer science, Vol. 37, 2012, pp. 1552-1596.
- [17]. P. C. Belibi, «Elaboration et caractérisation des biofilms à base d'amidon de manioc renforcés par des charges minérales bi et tridimensionnelles », Thèse doctorat, Université de Haute Alsace-Mulhouse, 2013.
- [18]. B. Boursier, «Composition de l'amidon, Amidons natifs et amidons modifiés alimentaires», Technique d'Ingénieur, Vol.1, N° F4690, 2005.
- [19] Jus d'olive, « Les grignons d'olive». Récupéré de <https://glossaire.jusdolive.fr/glossary/les-grignons-dolive/>, (Consulté le:19/04/2024).
- [20] S. Meziane, «Modélisation de la cinétique du séchage convectif du grignon d'olive», Journal of Renewable Energies, Vol. 16, pp. 379–387.
- [21] N. Babakhouya, «Récupération des métaux lourds par l'utilisation des absorbants naturels» Mémoire de magister, Université Mohamed Bougara Boumerdès, 2010.
- [22] A. Serir, «Caractéristiques nutritives des rebuts de datte et des grignons d'olive en vue d'une alimentation animale», Mémoire de master, Université Djilali Bounoama, Khemis Miliana, 2017.
- [23] Food and Agriculture Organization of the United Nations, «Introduction au jeu de données sur l'offre et la demande de céréales de la FAO». Récupéré de <https://www.fao.org/3/X6545F/X6545F01.htm>, (Consulté le : 23/05/2024).
- [24] R. Sansoucy, , «Utilisation des sous- produits de l'olivier en alimentation animale dans le bassin Méditerranéen», Récupéré de <https://www.fao.org/4/X6545F/X6545F00.htm>, , (Consulté le: 29/05/2024).
- [25] A. Nefzaoui, « Valorisation des sous-produits de l'olivier », Options Méditerranéennes, Vol. 16, 1991, pp. 101-108.
- [26] A. Nefzaoui, et M. Zidani, « Les sous-produits de l'olivier », Institut de l'Olivier, Sfax, 1987.
- [27] Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO). «Sous-produits de L'olive». Récupéré de <https://www.fao.org/3/X6545F/X6545F02.htm>, (Consulté le : 13/04/2024).
- [28]. A. F. Koutsomitopoulou, J. C. Bénézet, A. Bergeret, et G. C. Papanicolaou, «Preparation and characterization of olive pit powder as a filler to PLA-matrix biocomposites», Powder Technology, Vol. 255, 2014, pp.10–16.

[29]. A. Sebban, A. Bahloul, M. Saadoune et al. «Schéma de valorisation des grignons d'olives produits par les maasras marocaines», Environnement, Ingénierie and Développement, Vol. 14, 2004, pp.39-43.

[30]. F. Amrani, « Etude de l'effet des radiations micro-ondes sur l'extraction par solvant de l'huile à partir de grignons d'olive», Thèse de magister, Université Mouloud Mammeri Tiziouzou, 2010.

[31]. A. Chouchene, «Etude expérimentale et théorique de procédés de valorisation des sous-produits oléicoles par voies thermique et physico-chimique», Thèse de doctorat, Université de Haute Alsace-Mulhouse, 2010.

[32]. K. Mouzaoui, L. Yazzag, F. Moulti-Mati, composés phénoliques des grignons d'olive provenant d'huileries traditionnelle et moderne : essai de purification de l'oleuropeine et de l'hydroxytyrosol, Sciences and Technologie C, N°40, 2014, pp.9-15.

**CHAPITRE IV :**  
**MATERIAUX ET METHODES**

### IV.1. Introduction

Ce chapitre présente la démarche expérimentale suivie pour préparer les mélanges à base de PEHD, intégrant de petites quantités de grignon d'olive et d'amidon de maïs, et pour analyser leurs comportements mécaniques à travers des tests de dureté, de résistance au choc, ainsi que leurs caractéristiques morphologiques à l'aide d'un microscope optique et structurel au moyen de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.

En effet, nos échantillons ont été préparés dans une étude déjà faite [1] dans le cadre de préparation de mémoire fin d'étude master 2 en génie des polymères. Pour accomplir notre étude, des essais ont été effectués, incluant la mesure de la dureté et de la résilience. Ces tests sont essentiels pour évaluer le comportement des mélanges préparés dans les conditions opératoires déterminées.

### IV.2. Matériaux utilisés

#### IV.2.1. polyéthylène haute densité

Le polyéthylène utilisé dans cette étude est du grade F00952 (figure IV.1). Il est obtenu par voie radicalaire selon le procédé de Philips obtenu à basses pressions.



**Figure IV.1** : Photo représentatif du PEHD.

Les différentes caractéristiques de ce polymère sont représentées sur tableau IV.1:

**Tableau IV.1** : Les caractéristiques du polyéthylène Haut Densité (PEHD).

<b>PEHD F00952</b>			
<b>Propriétés</b>	<b>unités</b>	<b>valeurs</b>	<b>Test</b>
<b>Propriétés du polymère</b>			
<b>A 190 °c et 2.16 kg</b>	<b>g/10 min</b>	<b>0.05</b>	<b>ISO 1133</b>
<b>Densité( 23°C)</b>	<b>kg/m<sup>3</sup></b>	<b>952</b>	<b>ISO 1183</b>
<b>Propriétés mécaniques</b>			

<b>Essai de traction</b>	<b>MPa</b>	<b>33</b>	<b>ASTM D 882</b>
<b>Limite d'élasticité</b>	<b>MPa</b>	<b>1250</b>	
<b>Module d'élasticité</b>	<b>MPa</b>	<b>60</b>	
<b>Contrainte à la rupture</b>	<b>%</b>	<b>400</b>	
<b>Propriétés thermiques</b>			
<b>Température de ramollissement</b>	<b>°C</b>	<b>125</b>	<b>ASTM D 1525</b>
<b>Température de traitement</b>	<b>°C</b>	<b>200-235°C</b>	

#### IV.2.2. Les charges utilisées

##### a) Grignons d'olive (GO)

La charge naturelle utilisée dans ce travail est le grignon d'olive récupéré directement dans huilerie dans la région de Collo, région dans la wilaya de Skikda (figure IV.2).



**FigureIV.2** : Grignon d'olive.

##### ➤ Mode d'obtention de la farine de grignon d'olive

**Lavage:** Nous avons procédé au lavage des grignons d'olive avec de l'eau froide puis à l'eau chaude afin d'éliminer les pulpes et les résidus d'huile(figure IV.3).



**FigureIV.3** : Lavage du grignon d'olive.

**Séchage:** après l'étape du lavage du grignon, nous l'avons fait subir un séchage naturel à l'air libre pendant trois jours(figure IV.4).



**FigureIV.4 :** Photo de grignon d'olive séché.

**Broyage:** on a effectué le broyage avec une méthode traditionnelle grâce à un moulin manuel(figure IV.5).



**FigureIV.5 :** Broyage du grignon d'olive.

**Tamissage :** le résultat obtenu par le broyage a été tamisé afin d'obtenir une farine ayant un diamètre supérieur à 125  $\mu\text{m}$  (figure IV.6).



**FigureIV.6 :** Tamissage du grignon d'olive.

#### b) L'amidon

L'amidon utilisé dans ce travail est l'amidon de maïs (commercial, la maizena)

voir la figure IV.7. Il est utilisé pour la préparation des différents matériaux.



**Figure IV.7 :** Représentation de l'amidon de maïs.

### IV.3. Préparation des mélanges

Comme on a déjà mentionné, des mélanges à base de PEHD contenant plusieurs teneurs en grignon d'olive (GO) de 0.5, 1 et 1.5 pcr et l'amidon (AM) de 1, 2 et 3 pcr ont été préparés dans une étude antérieure [1]. Les compositions des différents mélanges préparés sont reportées dans le (tableau IV.2)

**TableauIV.2 :** Les taux incorporés sont donnés usuellement en parties massiques pour cent parties de résine (pcr).

<b>Echantillon</b>	<b>PEHD</b>	<b>GO</b>	<b>AM</b>
<b>PEGA<sub>1</sub></b>	100	0.5	1
<b>PEGA<sub>2</sub></b>	100	1	2
<b>PEGA<sub>3</sub></b>	100	1.5	3

Un plastographe Brabender du type GmbH (Allemagne) équipé de rotors spécialement confectionnés aux thermoplastiques a été exploité. Le volume de la chambre de ce malaxeur interne est 55 cm<sup>3</sup>. Les mélanges ont été préparés à la température de 180 °C et à la vitesse de 45 tours /min pendant un temps de 10 min. Les figures IV.8 et 9 représentent respectivement les photos d'un mélangeur interne du type Brabender et d'un échantillon de PEGA préparé.



**Figure IV.8 :** Dispositif expérimentale de mélangeur interne Brabender.



**Figure IV.9 :** Photo représentative d'un échantillon de PEGA.

## **IV.5. Préparation d'éprouvettes**

### **IV .5.1. La presse hydraulique**

Les différentes compositions, préalablement étuvées, ont été utilisées pour fabriquer des éprouvettes destinées aux tests de choc et de dureté conformément aux normes. Ces éprouvettes ont été produites en utilisant une presse manuelle soumise à une pression de 100 Kg/cm<sup>2</sup>, à une température de 190 ° C, et selon un cycle de temps précis (préchauffage : 15 min, dégazage : 1 min, compression : 5 min). Ensuite, les plaques ont été découpées pour obtenir les échantillons nécessaires.



**Figure IV.9 :** Photo représentatif d'une presse hydraulique manuelle.

#### IV.5.2. Entailleuse (Notch Vis)



Le dispositif illustré dans la figure IV.10 est un CEAST type 6951, conçu pour réaliser une entaille en forme de « V » de 2.5 mm dans une éprouvette de dimensions (127x12.7 x 3mm), selon les spécifications de la norme ASTM D 256 pour le test IZOD. L'éprouvette est fixée sous l'étau et centrée avec la lame. Ensuite, le zéro du micromètre est réglé, la porte est fermée, et en appuyant sur START, l'échantillon avance vers la lame tandis que le bras du micromètre est tourné cinq tours jusqu'à ce qu'une entaille de 2.5 mm et un angle de 45° soient obtenus.

Le tableau IV.3 montre que l'essai de résistance au choc et le test de dureté SHOR D sont respectivement réalisés respectivement selon la norme IZOD/ norme ASTM D 256 et la norme ASTM D2240.



**Figure IV.10:** Entailleuse de marque CEAST type 6951.

Tableau IV.3 : Différentes éprouvettes préparées.

Testes et normes	IZOD/ norme ASTM D 256	SHOR D/ norme ASTM D2240.
Eprouvettes		

## IV.6. Caractérisations des mélanges PEGA

### IV .6.1. Essai de résistance au choc (résilience izod)

- Principe des essais :** Le choc résulte de l'application d'une force mécanique à grande vitesse, provoquant la rupture d'une éprouvette en un temps très court. Cela permet d'évaluer la fragilité d'un matériau dans des conditions spécifiques, déterminée davantage par son manque d'allongement que par sa résistance à la rupture. Les résultats sont influencés par des facteurs tels que la relaxation moléculaire, la température, la géométrie (comme les entailles) et les hétérogénéités (comme les défauts) qui créent des concentrations de contraintes. Les équipements de laboratoire actuels et les méthodes normalisées sont principalement basés sur l'étude des métaux, utilisant une énergie de percussion et mesurant, dans le meilleur des cas, la résistance à la rupture après l'impact initial.
- Méthodes pendulaires :** La résistance au choc est mesurée en termes d'énergie absorbée lors de la rupture d'un échantillon, qu'il soit lisse ou entaillé, sous l'impact d'un percuteur avec une énergie cinétique définie. Cette mesure est réalisée à l'aide d'un pendule. L'angle de rebondissement du pendule après l'impact est utilisé pour calculer l'énergie absorbée lors de la rupture. Les instruments sont souvent équipés de plusieurs pendules interchangeables, correspondant à différentes énergies d'impact, couvrant une plage allant de 0.5 à 50 J pour tous les types de plastiques.
- Méthode IZOD :** La méthode la plus courante est connue sous la référence IZOD (ISO 180). Elle est très utilisée aux Etats-Unis (ASTM D-256), mais limitée en France à la caractérisation des polystyréniques (T51-911 identique à la norme ISO 180 et voisine de la norme ASTM D256) (figures IV.11, 12).

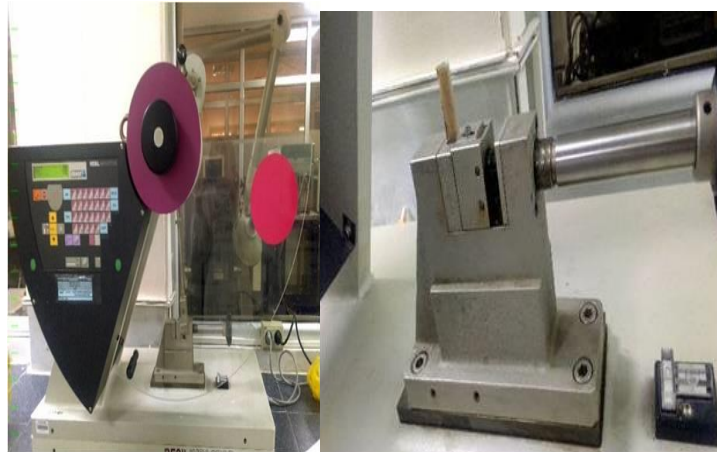


Figure IV.11 : Equipement pour le calcul de la résilience.

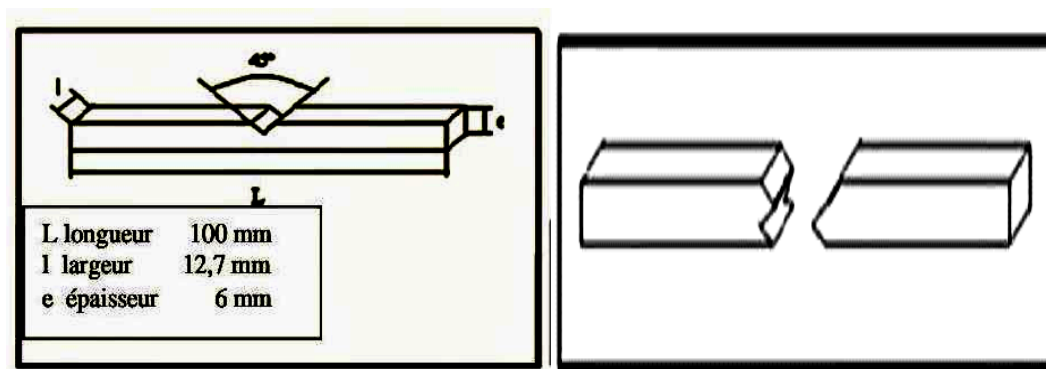


Figure III.12 : Eprouvette pour l'essai de choc IZOD (avant et après le test de résilience).

La résilience au choc (R) est définie par la formule suivante :

$$R = \frac{\text{Energie de rupture (w)}}{\text{section rompue (s)}}$$

Sachant que :

W : le travail absorbée est calculé enJ,

s : section rompue de l'éprouvette (cm<sup>2</sup>)

Le symbole général de la résilience est R en (J/cm<sup>2</sup>)

#### IV .6.2. Dureté SHOR D

La mesure de cette propriété, qui reflète la résistance à la pénétration, est souvent réalisée à l'aide de méthodes dérivées des essais initialement développés pour les métaux, avec des normes telles que l'ASTM D 785-51 et l'ASTM D-2240. Ces méthodes impliquent

généralement l'application d'une force standard à une bille en acier ou à un cône en diamant pour évaluer l'indentation résultante. Différents dispositifs de pénétration sont utilisés en fonction de la plage de dureté à mesurer.

- **Protocole expérimental :** Selon la norme ASTM D-2240 les échantillons en plaque de 3 mm d'épaisseur sont préparés à l'aide de la presse, ils sont placés ensuite sous le pénétrateur. En agissant sur le bras du levier jusqu'à la pénétration de la bille en acier ou du cône en diamant, on peut lire la valeur indiquée par celle-ci (figure IV.13). Trois essais sont réalisés en différents points, puis la moyenne est calculée.



**Figure IV.13 :** Appareillage de mesure de la dureté SHOR D.

### IV .6.3. Caractérisation par spectroscopie infrarouge

La spectroscopie infrarouge est largement reconnue pour son efficacité dans l'analyse de la composition chimique des revêtements organiques, comme indiqué dans une étude antérieure.

Cette approche permet de comprendre les longueurs d'onde (ou les fréquences) infrarouge qui sont absorbées par l'échantillon et de quantifier cette absorption. Basée sur ce principe, plusieurs techniques sont disponibles, mais la méthode ATR (Réflexion Totale Atténuée) s'avère la plus appropriée pour étudier la fine couche superficielle du revêtement, soumise directement au vieillissement photochimique. Dans cette méthode, l'échantillon est étroitement mis en contact avec un cristal absorbant l'infrarouge, dont l'indice de réfraction dépasse 2.5 (par exemple, germanium, silicium...). L'onde incidente, lorsqu'elle atteint l'échantillon. Cependant, cette onde est légèrement absorbée à l'interface, d'où son appellation de réflexion totale atténuée. Un spectrophotomètre mesure alors l'intensité de cette radiation en fonction de la longueur d'onde, permettant ainsi d'obtenir le spectre d'absorption caractéristique de l'échantillon. Plusieurs paramètres influent sur l'intensité

d'absorption, notamment le nombre de réflexions, le coefficient d'absorbance de l'échantillon à une longueur d'onde donnée, la surface de contact et son efficacité (elle doit être "intime") ainsi que la profondeur de pénétration du faisceau incident.

La profondeur de pénétration ( $d_p$ ) peut être calculée en utilisant la formule suivante:

$$d_p = \frac{\frac{\lambda}{n_1}}{2\pi \left( \sin^2 \theta - \left( \frac{n_2}{n_1} \right)^2 \right)^{\frac{1}{2}}}$$

Avec:

$\lambda$  = longueur d'onde du faisceau incident

$\theta$  = angle incident du faisceau ( $45^\circ$ )

$n_1$  = indice de réfraction du cristal

$n_2$  = indice de réfraction de l'échantillon à analyser.

Cette profondeur varie selon les longueurs d'onde absorbées. Pour les composants avec des bandes d'absorption à longue longueur d'onde (faible fréquence), l'analyse atteint une profondeur plus significative. En pratique, la profondeur d'analyse est approximativement de 3 fois la profondeur de pénétration.

De plus, les groupes d'atomes contenant au moins deux atomes identiques présentent deux modes d'élongation et deux modes de déformation angulaire : symétrique et asymétrique. Ces déformations angulaires peuvent se produire dans ou hors du plan, comme illustré par les modes vibrationnels du groupement méthylène ( $\text{CH}_2$ ).

#### IV.6.4. Étude de la morphologie

Le microscope optique utilise la lumière. Il est doté de lentilles pour agrandir l'objet que l'on souhaite observer (il existe plusieurs agrandissements). Des instruments supplémentaires permettent de régler la quantité de lumière (le diaphragme) ou la mise au point (molettes liées à un système de crémaillère) pour affiner l'observation de l'échantillon placé sur la platine porte-échantillon.

Dans cette étude, les films pris des trois formulations préparées et déjà analysées par spectroscopie infrarouge, sont observés à l'aide d'un microscope optique du type Motic 2000 équipé d'une caméra numérique (figure IV.14). Les échantillons sont observés en fond clair

et en lumière polarisée.



**Figure IV.14** : Image du microscope optique.

#### **IV.7. Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons décrit la méthodologie expérimentale adoptée pour mener à bien notre étude. Tout d'abord, nous avons examiné la création d'un matériau composite avec du PEHD comme matrice et des grignons d'olive et l'amidon comme charge. Ensuite, nous avons souligné l'importance de prêter une attention particulière aux techniques de caractérisation afin d'interpréter correctement les résultats obtenus par ces méthodes.

**Références**

[1]. N. Ahmed Said et S. Nekakaa, Préparation et étude du comportement rhéologiques des mélanges de PEHD contenant de grignon d'olive et d'amidon, Mémoire de master, Université 20 Août 1955 Skikda, 2022.

**CHAPITRE V :**  
**RESULTATS ET DISCUSSIONS**

## V.1. Introduction

Dans cette section du manuscrit, nous présentons une synthèse des résultats issus des expérimentations réalisées. Pour ce faire, une série de techniques de caractérisation expérimentale ont été appliquées aux échantillons élaborés. La dureté Shore D et la résilience Izod, la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) ainsi que l'observation des échantillons par microscope optique ont été les principales méthodes d'analyse utilisées pour suivre l'évolution des propriétés mécaniques et morphologiques de cette étude.

## V.2. Propriétés mécanique

### V.2.1. Dureté Shore D

L'essai a été fait selon la norme ASTM D2240. Les résultats obtenus pour la dureté shore D sont résumés sur le tableau suivant V.1:

**Tableau V.1: Valeurs de dureté shore D des mélanges.**

Mélanges	PEGA 1	PEGA 2	PEGA 3
(Dureté shore D) 1	46	47	47
(Dureté shore D) 2	44	44	50
(Dureté shore D) 3	42	47	50
(Dureté shore D) moyenne	44	46	49

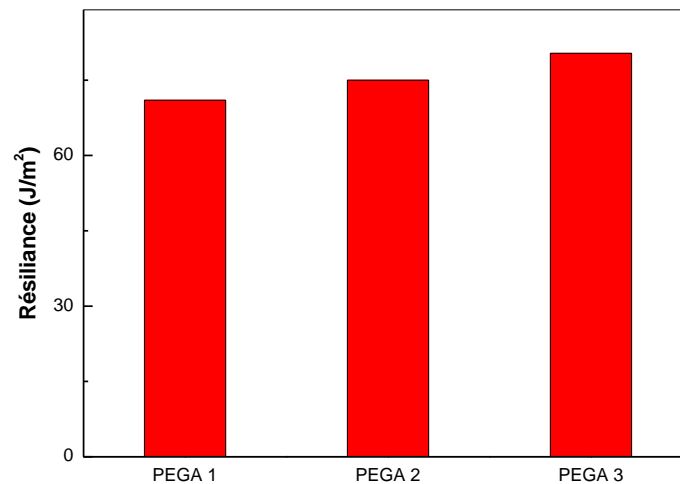
Le tableau V.1 présente les résultats de la dureté, démontrant une relation proportionnelle entre l'augmentation du pourcentage en poids de grignon d'olive et d'amidon et la dureté, ce qui suggère une amélioration de la résistance à la déformation avec une augmentation du pourcentage.

### V.2.2. Résistance au choc IZOD

L'essai de résilience, également connu sous le nom d'essai au choc, implique la rupture, par un seul choc, d'une éprouvette préalablement entaillée, suivie de la mesure de l'énergie  $W$  (en joules) absorbée lors de la rupture. Les résultats des valeurs de travail absorbée ou énergie de rupture sont présentés dans le tableau V.2. La figure V.2 montre une augmentation significative de la résistance aux chocs avec l'augmentation de la teneur de grignon d'olive et d'amidon dans les mélanges, ce qui se traduit par une amélioration notable dans les propriétés mécaniques des échantillons. Ces résultats obtenus de la résilience sont en accord avec ceux obtenus par le test de dureté Shore D montrant l'augmentation de la rigidité de nos matériaux.

**Tableau V.2:** Valeur de l'énergie absorbée pour les mélanges.

Mélanges	PEGA 1	PEGA 2	PEGA 3
Energie $W$ moy (J)	0.213	0.225	0.241



**Figure V.1 :** Variation de la résilience Izod en fonction du taux de charge.

Ceci peut être expliqué par les groupes hydroxyles de l'amidon qui peuvent former des liaisons hydrogènes fortes avec les groupes hydroxyles de la cellulose, entrant dans la composition des grignons d'olive, ce qui améliore ainsi les interactions entre les molécules et donc la cohésion entre ces deux charges et la matrice. Ces valeurs de résilience qui varient de 71 à 80.33 (J/m<sup>2</sup>), obtenues dans cette étude en ajoutant des quantités faibles en grignons d'olive (GO) de 0.5, 1 et 1.5 pcr et en amidon (AM) de 1, 2 et 3 pcr, sont nettement supérieures à celles trouvées dans

des mélanges à base de PEHD contenant simultanément de plus grande quantités de grignons d'olive et d'amidon de maïs à des proportions égales 2.5, 5, 7.5, 10, 15 et 25 pcr [1].

### V.3. Caractérisation par spectroscopie infrarouge

La figure V.2 présente les spectres infrarouges de l'amidon. On observe une bande d'absorption large et forte centrée à  $3425\text{ cm}^{-1}$  attribuée aux étirements des groupes OH et une bande à  $2930\text{ cm}^{-1}$  due aux vibrations d'étirement C-H. A  $1470$  et  $1375\text{ cm}^{-1}$  se trouvent les vibrations de flexion C-H, la bande successive à  $1162\text{ cm}^{-1}$  est caractéristique de la liaison glucose (C-O-C  $\alpha$ -1,4), les pics à  $1023$  et  $1081\text{ cm}^{-1}$  sont attribués à la vibration de flexion C-H et COH, respectivement, les vibrations du squelette (COH) apparaissent à  $935$ - $524\text{ cm}^{-1}$ .

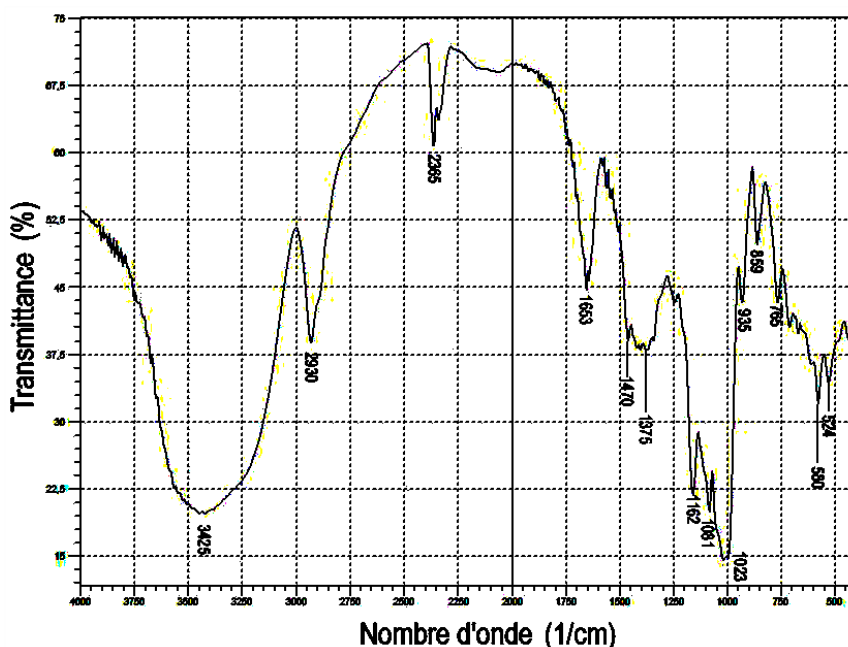


Figure V.2 : Spectre d'amidon obtenu par IR.

Le spectre Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) de grignon d'olive est représenté par la figure V.3. On observe que la bande qui s'étend de  $3200$  à  $3600\text{ cm}^{-1}$  est assignée aux vibrations d'élongation des groupements hydroxyles (-OH), et l'aire de ce pic est plus grande. Les bandes d'intensité moyenne centrées vers  $2852$  et  $2924\text{ cm}^{-1}$  traduisent les vibrations d'élongation symétrique et asymétrique des liaisons C-H du groupe  $-\text{CH}_2$  des segments de la cellulose et de la lignine [2, 3].

Ce spectre, de grignon d'olive, révèle aussi des bandes d'absorption à  $1711$  et  $1243\text{ cm}^{-1}$  associées aux vibrations d'élongation des groupements carbonyles C=O et C-O présentes dans les hémicelluloses et lignine extractives [4]. La bande d'absorption à

1645  $\text{cm}^{-1}$  assignée à la déformation (H-O-H) de l'eau absorbée par la farine de grignon d'olive par suite à son caractère hydrophile très prononcé. On note également l'apparition des bandes d'absorption entre 1374 et 1455  $\text{cm}^{-1}$  qui sont dues aux vibrations des groupements -CH<sub>2</sub> et -CH<sub>3</sub>, contenus dans la lignine et l'hémicellulose. La bande d'absorption à 1510  $\text{cm}^{-1}$  traduit la vibration de déformation de C=C de lignine [5]. L'intensité des pics à 1033  $\text{cm}^{-1}$  attribués aux vibrations d'étirement des groupes hydroxyles O-H de la cellulose et de l'hémicellulose [6].

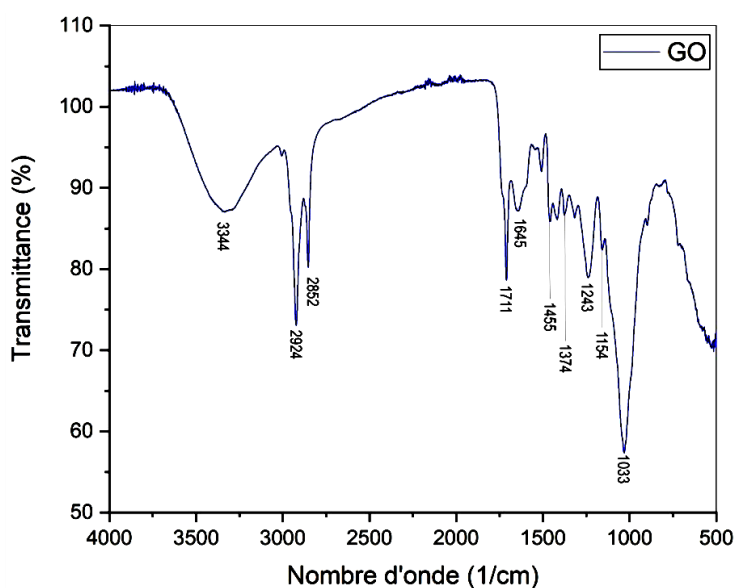


Figure V.3 : Spectre du grignon d'olive obtenu par IR.

Le spectre obtenu par spectroscopie infrarouge de PEHD vierge est présenté sur la figure V.4. Les principales vibrations obtenues sur le spectre sont regroupées dans le tableau V.4.

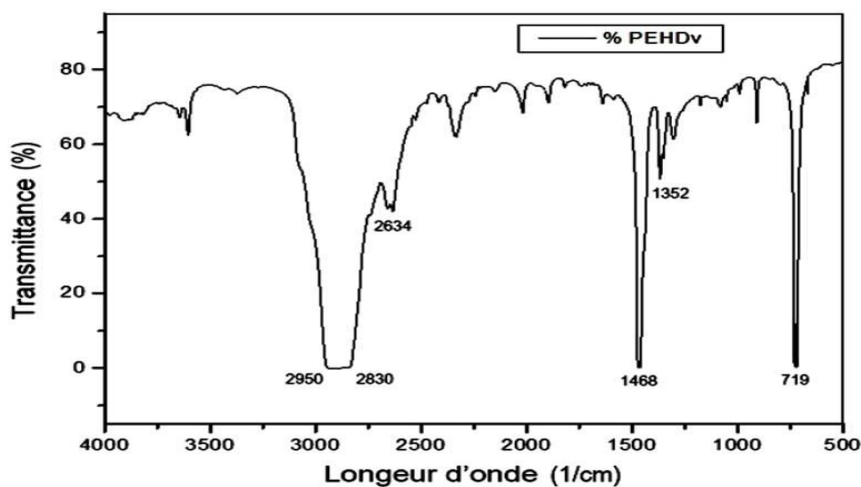


Figure V.4 : Spectre infrarouge du PEHD pur.

Tableau V.4: Principales vibrations du PEHD

Nombre d'onde ( $\text{cm}^{-1}$ )	Type de vibration
2950	$\nu$ C-H (molécules saturées)
2830	$\nu$ C-H (molécules saturées)
2634	$\nu$ C-H (molécules saturées)
1468	$\delta$ C-H (phase cristalline)
1352	$\nu$ CH <sub>3</sub> + CH <sub>2</sub>
719	$\gamma$ C-C + C-H

Les figures V.5-7 représentent les spectres obtenus par spectroscopie infrarouge des mélanges (EVGA1- EVGA3) et la figure V.8 représente celui des trois mélanges ensemble.

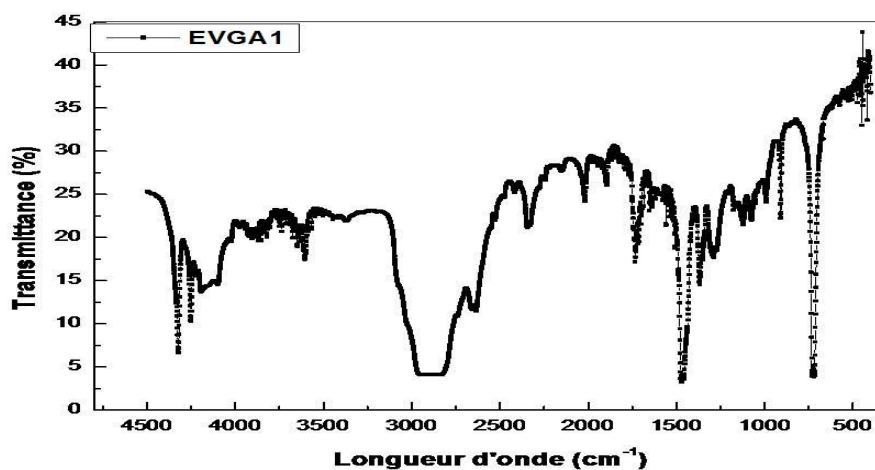


Figure V.5 : Spectre infrarouge expérimental du mélange EVGA1.

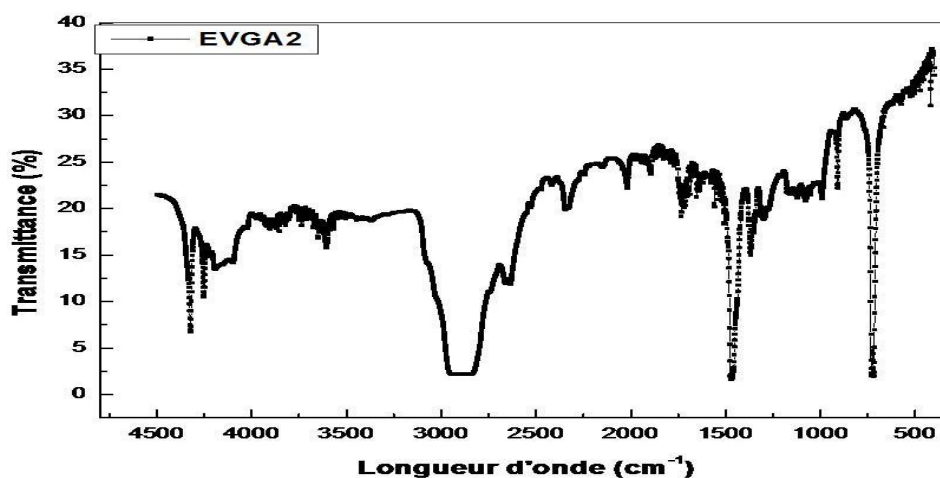


Figure V.6 : Spectre infrarouge expérimental du mélange EVGA2.

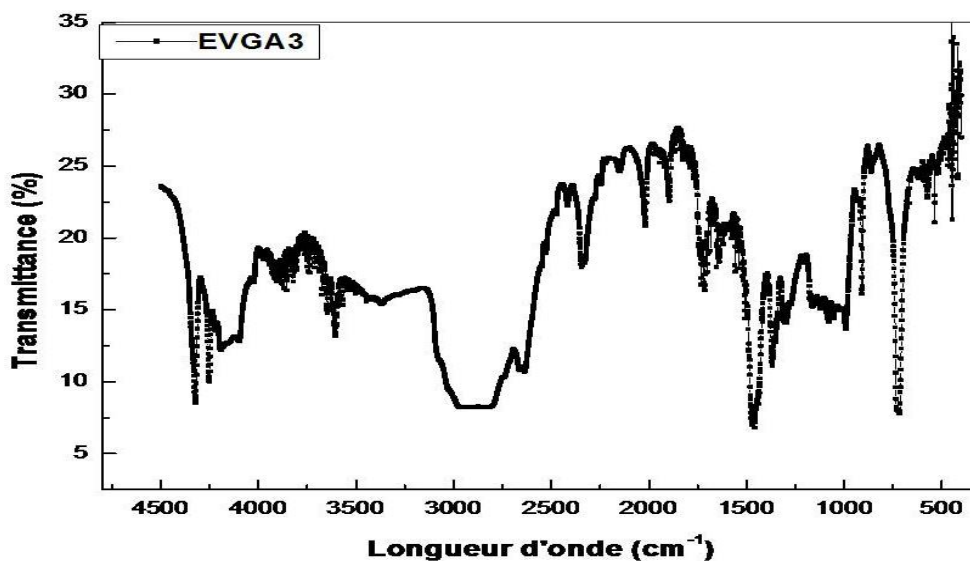


Figure V.7 : Spectre infrarouge expérimental du mélange EVGA3.

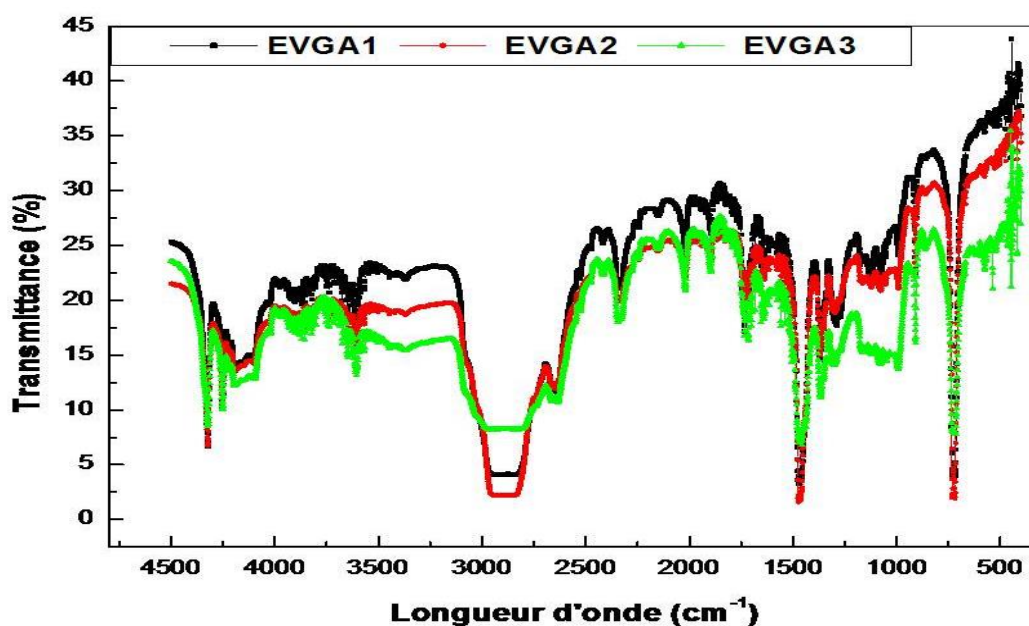


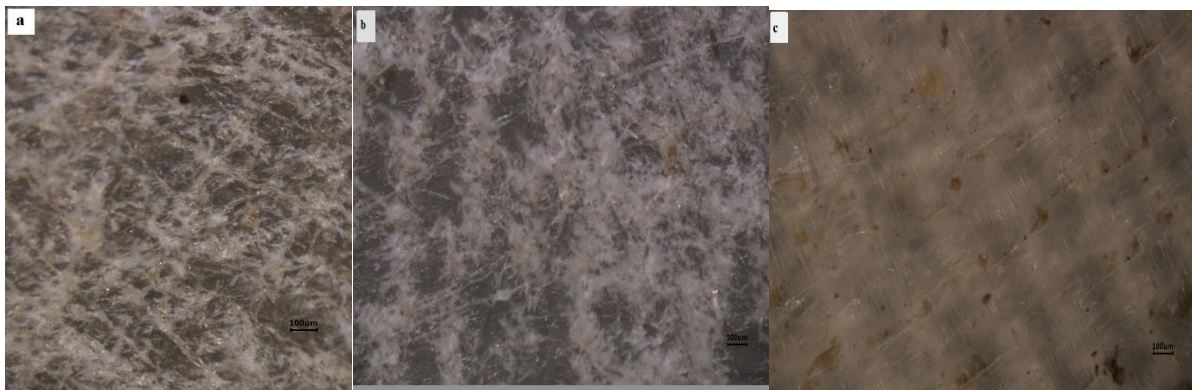
Figure V.8 : Spectre infrarouge des mélanges : PEGA 1 ,PEGA 2 ,PEGA 3.

Les spectres obtenus montrent que la bande qui s'étend de 3100 à 3600  $\text{cm}^{-1}$  est assignée aux vibrations d'élongation des groupements hydroxyles (-OH) et on observe qu'elle devient plus large avec l'augmentation de la quantité des deux charge bio ajoutée de nature hydrophile riche en groupement -OH. La bande située entre 2967 et 2817  $\text{cm}^{-1}$  traduit les vibrations d'élongation symétrique et asymétrique des liaisons C-H du groupe -CH<sub>2</sub> de la matrice PEHD est. Le motif C-H présente une absorption de déformation à 2638  $\text{cm}^{-1}$ , le spectre révèle aussi une bande

centrée à  $1712\text{ cm}^{-1}$ , associée aux vibrations d'élongation des groupements carbonyles C=O, le pic d'absorption à  $1642\text{ cm}^{-1}$  représente les liaisons O-H, les deux bandes d'absorption  $1464$  et  $1369\text{ cm}^{-1}$  représente des vibrations de déformation des groupements  $-\text{CH}_2$  et  $-\text{CH}_3$ , La bande d'absorption à  $1071\text{ cm}^{-1}$  attribués aux vibrations d'étirement des groupes hydroxyles O-H. On note que les valeurs des bandes d'absorption sont pratiquement les même dans tous les spectres.

#### V.4. Etude de la morphologie par microscopie optique

La figure V.9 montre les micrographies des mélanges EVGA1, EVGA2 et EVGA3 chargés à différentes teneurs d'amidon de 1, 2 et 3 pcr, et de grignon d'olive de 0.5, 1 et 1.5 pcr,. On observe que les composites présentent une bonne dispersion de ces deux charges incorporés dans la matrice. On constate qu'aucune interaction n'est observée ni entre les particules d'amidon et les fibres de grignons d'olive ni entre la matrice et ces deux charges à l'état native.



**Figure V.9** : La morphologie des échantillons : **a)** EVGA1, **b)** EVGA2, **c)** EVGA3.

**Références**

- [1]: A. Khalfa et A. Zouiti, Préparation et études des propriétés des composites à base de PEHD chargé de l'amidon et de grignon d'olive, Mémoire de master de l'Université 20 Août 1955 Skikda, 2022.
- [2]: A. C. H. Barreto, D. S. Rosa, P. B. A. Fechine et S. E. Mazzetto, Properties of sisal fibers treated by alkali solution and their application into cardanol-based biocomposites, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 42, 2011, pp. 492–500.
- [3]: M. Kazayawoko, J. J. Balatinecz, L.M. Matuana, Surface modification and adhesion mechanisms in woodfiber-polypropylene composites, *Journal of Materials Science*, Vol. 34, 1999, Vol. 6189-6199.
- [4]: H. Djidjelli, A. Boukerrou, R. Founas, A. Rabouhi, M. Kaci, J. Farenc, J. J. Martinez-Vega et D. Benachour, Preparation and characterization of poly (vinyl chloride)/virgin and treated sisal fiber composites, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 103, 2007, pp. 3630-3636.
- [5]: G. Madhuban, S. K. Bhaduri, K. P. Sao, Acetylation of jute and infrared spectra of acetylated jute, *Indian Journal of Textile Research*, Vol. 10, 1985, pp. 68–70.
- [6]: K. BledzkiGassan, Composites reinforced with cellulose based fibres, Review, *Progress in Polymer Science*, Vol. 241, 999, pp. 221-274.

# **CONCLUSION GENERALE**

### Conclusion générale

Le présent travail a pour objectifs l'étude des effets induit par l'incorporation simultanément de différentes quantité de d'amidon de 1, 2 et 3 pcr et de grignon d'olive de 0.5, 1 et 1.5 pcr sur les propriétés morphologiques et mécaniques des mélanges à base de PEHD. Les résultats des caractérisations réalisées sur le PEHD pur et chargé nous ont permis de mettre en évidence :

- Une augmentation de la dureté avec ces teneur de grignon d'olive et d'amidon ajoutées.
- Une augmentation de la résistance au choc pour tous les mélanges préparés.
- Les spectres de l'analyse infrarouge à transformé de Fourier n'ont pas mis en évidence des variations notables sur la structure des composites. Effectivement, nous avons d'une part les matrices thermoplastiques qui sont de nature hydrophobe et d'autre part la nature hydrophile des charges et fibres végétales, cette différence de nature entraine une mauvaise et faible adhésion matrice-renfort.
- Les micrographies obtenues par microscopie optique montrent une bonne dispersion de l'amidon de maïs et de grignon d'olive dans la surface de la matrice.

### Perspectives

- Comme perspectives et pour bien mener à terme le travail, nous proposons des traitements pour l'amidon de maïs et le grignon d'olive conduisant à une meilleur adhésion et compatibilité entre matrice thermoplastique et renfort végétaux. Aussi, pour une meilleure compréhension des interactions matrice/renfort, une étude morphologique à la microscopie électronique pourra éventuellement être utilisée.

### Résumé :

La recherche se concentre sur l'analyse des effets morphologiques et mécaniques d'un mélange de polyéthylène haute densité (PEHD) incorporant des grignons d'olive et de l'amidon, mettant en avant l'utilisation de charges renouvelables. L'objectif principal est de comprendre comment ces additifs influent sur les propriétés mécaniques et l'apparence externe du mélange. Pour ce faire, une méthodologie combinant l'analyse des propriétés mécaniques et l'observation des variations de forme externe a été adoptée. Les résultats mettent en évidence un impact significatif de l'incorporation des grignons d'olive et de l'amidon sur les caractéristiques mécaniques et morphologiques du mélange, soulignant ainsi l'importance de comprendre cet impact pour le développement de nouveaux matériaux et l'amélioration des propriétés existantes, avec une emphase particulière sur l'utilisation de ressources renouvelables.

**Les mots clé :** Propriétés Mécanique, Charge. Grignon d'olive. Amidon. PEHD.

### Abstract:

The research focuses on analyzing the morphological and mechanical effects of the incorporation of olive pomace and starch on high-density polyethylene (HDPE), highlighting the use of renewable charges. The main objective is to understand how these loading influence the mechanical properties and external appearance of the blend. To achieve this, a methodology combining analysis of mechanical properties and observation of external shape variations has been adopted. The results highlight a significant impact of incorporating olive pomace and starch on the mechanical and morphological characteristics of composites, thus emphasizing the importance of understanding this impact for the development of new materials and the enhancement of existing properties, with a particular emphasis on the use of renewable resources.

**Keywords:** Mechanical Properties. Charge. Olive pomace. Starch. HDPE.

### ملخص :

تركز الدراسة على تحليل التأثيرات المرفولوجية والميكانيكية لمركبات من بولي إيثيلين عالي الكثافة يحتوي على بقايا الزيتون والنشا، مع التركيز على استخدام الشحنات المتجددة. الهدف الرئيسي هو فهم كيفية تأثير هذه الإضافات على الخصائص الميكانيكية والمظهر الخارجي للمزيج. ولتحقيق ذلك، تم اعتماد منهجية تجمع بين تحليل الخصائص الميكانيكية ومراقبة التغييرات في الشكل الخارجي. تظهر النتائج تأثيراً كبيراً لاستيعاب الزيتون والنشا على الخصائص الميكانيكية والمورفولوجية للمزيج، مما يؤكد على أهمية فهم هذا التأثير لتطوير مواد جديدة وتحسين الخصائص القائمة، مع التركيز بشكل خاص على استخدام الموارد المتجددة.

**الكلمات المفتاحية :** الخصائص الميكانيكية. تحميل. بقايا الزيتون. النشا. PEHD.

---