

**République Algérienne Démocratique et populaire**  
**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**  
**Université Abderrahmane MIRA de Bejaïa**  
**Faculté des sciences de la nature et de la vie**  
**Département des Sciences Alimentaires**

# **Mémoire de Fin de Cycle**

**En vue de l'obtention du Diplôme d'Ingénieur d'Etat en Contrôle de Qualité et Analyse**

## **Thème**

**Valorisation des déchets plastiques de Danone  
par incorporation de grignon d'olive**

**Présenté par:**

**M<sup>elle</sup> BENSEHILA Amal**

**Membres du Jury :**

**Président: M<sup>R</sup> BOUAOUDIA . A**

**Promoteur: M<sup>R</sup> MADANI .K**

**Examinatrice: M<sup>elle</sup> BENZAZZOUZ. L**

**Examinatrice: M<sup>elle</sup> BRAHMI .F**

**Co-Promotrice: M<sup>elle</sup> HAMMOULY**

**Année : 2011-2012**

## **Remerciements**

*Je tiens à remercier le DIEU tout puissant de nous avoir donné la force, le courage et la patience pour mener à terminer ce travail.*

*J' exprime mes remerciements et ma profonde gratitude :*

*A ma promoteur Mr. MADANI .K pour l'honneur qui nous a fait de nous encadre*

*A monsieur BOUAUDIA.A d'avoir accepté de présidé le jury et de juger notre travail.*

*A Mme BENAZZOUZ d'avoir acceptée être parmi les jurys et d'avoir examinée notre travail.*

*A Melle BRAHMI.F d'avoir acceptée être parmi les jurys et d'avoir examinée notre travail.*

*A monsieur F.BOUAZOUNI, responsable de l'environnement, d'avoir accepté de me suivre au niveau de Danone Djurdjura et ces précieux conseils, ainsi à monsieur AT-IDIR, qui recycle les déchets de Danone.*

*A monsieur BOUKARROU et A monsieur ATIL, pour leur aide et leurs précieux conseils.*

*A ma Co promotrice d'avoir acceptée de m'orienter.*

*A mes parents qui mon soutenu et leurs aides précieuses.*

*A tous les enseignants qui ont contribué à notre formation de la première année à ce jour.*

*A tous les gens de laboratoire 3bs pour leur aide.*

*A tous mes amis qui mon soutenus et encouragés tout le long de se trajet.*

M<sup>elle</sup> B.AMEL

## ***Dédicaces***

*Je dédie ce modeste travail :*

*À mes parents, symbole de courage et de volonté, qui ont consacré et sacrifié leurs vies pour mon bien être ;*

*À mon frère qui nous a quitté que le dieu lui pardonne ;*

*À ma grand Mère qui ma vraiment aidé durant toute ma vie et surtout dans le domaine des études ;*

*À mes frères et ma sœur et sa famille ;*

*À mon petit frère Yanis que j'adore beaucoup ;*

*À ma tante et sa famille ;*

*À mes grands-parents, mes oncles et leurs familles ;*

*À tous mes proches et mes amis ;*

*À tout la promo CQA et surtout les résidant de TARGA.*

M<sup>elle</sup> B.AMEL

# Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction.....1

## *Partie théorique*

### Chapitre I : Les polymères.

1.1. Notion sur les polymères.....3

1.2. Différents types de polymères.....4

1.3. Propriétés des polymères .....5

1.3.1. Propriétés mécaniques.....5

1.3.2. Propriétés physiques.....5

1.3.3. Propriétés chimiques.....5

1.4. Polyéthylène à haute densité (PEHD).....6

1.4.1. Définition et structure.....6

1.4.2. Propriétés .....8

1.4.2.1. Propriétés mécaniques.....8

1.4.2.2 Propriétés thermiques.....8

1.4.2.3. Propriétés chimiques.....8

### Chapitre II : Les composites

1. Les composites.....10

1.1 Définition.....10

<b>1.2. Caractéristiques générales.....</b>	<b>10</b>
<b>1.3. La matrice (PE-HD).....</b>	<b>10</b>
<b>1.4. Le renfort.....</b>	<b>10</b>
<b>1.5. Description de l'olive.....</b>	<b>11</b>
<b>1.5.1. Définition du grignon d'olive.....</b>	<b>12</b>
<b>1.6. Composition et caractéristiques .....</b>	<b>12</b>
<b>1.6.1. Composition physique.....</b>	<b>12</b>
<b>1.6.1. Composition chimique de grignon d'olive.....</b>	<b>13</b>

## *Partie pratique*

### **Chapitre I : Matériels et Méthodes**

<b>1. Matériels et Méthodes</b>	
<b>1.1. Présentation des produits utilisés .....</b>	<b>15</b>
<b>1.1.1. Polyéthylènes à haut densité .....</b>	<b>15</b>
<b>1.1.2. Les fibres végétales.....</b>	<b>17</b>
<b>1.2. Analyse chimique de grignon d'olive.....</b>	<b>18</b>
<b>1.2.1. Détermination de la teneur en matière sèche.....</b>	<b>18</b>
<b>1.2.2. Détermination du taux de cendre.....</b>	<b>19</b>
<b>1.2.3. Détermination du taux de matière grasse.....</b>	<b>20</b>
<b>1.3. Calcul de la densité de PE-HD et de grignon d'olive.....</b>	<b>20</b>
<b>1.4. Élaboration des composites bois-polymères.....</b>	<b>21</b>
<b>1.4.1. Préparation des formulations.....</b>	<b>21</b>

1.4.2 Fabrication des composites PEHD/FGOD.....	22
1.5. Caractérisation des composites .....	23
1.5.1. Propriété physique .....	23
1.5.1.1. Test d'absorption d'eau.....	23
1.4.4. Propriétés mécaniques.....	23
1.4.4.1. Test de traction.....	23

## **Chapitre II: Résultats et discussion**

1. caractérisation physico-chimique de la farine de grignon d'olive.....	25
1.1 Taux de matière sèche.....	26
2. Propriété physique.....	27
2.1. Test d'absorption d'eau.....	27
3. Propriétés mécaniques.....	28
3.1. Test de traction.....	28
Conclusion.....	29
Références bibliographiques	

## Liste des abréviations

PEHD : Polyéthylène à haut densité

PEBD : Polyéthylène à basse densité

PEBDL : Polyéthylène à basse densité linéaire

**FGOD:** farine de grignon d'olive délipidée.

**FGOND:** farine de grignon d'olive non délipidée.

GO : Grignon d'olive

**PE:** Polyéthylène.

**UV:** ultraviolet.

TH : Taux d'humidité

MS : Matière sèche

TMM : Matière minérale

MO : Matière organique

MG : Matière grasse

PUC :Polychlorure de vinyle

PUR : Polyuréthans

PET : Polyéthylène téréphtalate

PMMA : Polyméthacrylate de méthyle

F<sub>0</sub>.PEHD pur sans incorporation de grignon d'olive

## Liste des figures

<b>Figure N° 1</b> : Usage des polymères dans le secteur médical.....	4
<b>Figure N°2</b> : Motif de répétition du Polyéthylène.....	6
<b>Figure N°3</b> : Structure des différent polyéthylènes.....	7
<b>Figure N°04</b> : Section transversale et composition physique de l'olive.....	13
<b>Figure N°05</b> : Structure chimique de la cellulose.....	14
<b>Figure N°06</b> : Structure chimique de l'hémicellulose.....	14
<b>Figure N°07</b> : structure de la lignine.....	15
<b>Figure N°8</b> : Représentation de déchet de PEHD avant et après broyage.....	16
<b>Figure N°9</b> : Photo de Broyeur utilisés dans le broyage de mon échantillon.....	17
<b>Figure N°10</b> : Photographie représentant l'opération de tamisage.....	18
<b>Figure N°11</b> : Présentation de la paillasse utilisée dans la fabrication du composite PEHD /FGOD.....	22
<b>Figure N°12</b> : Photographie de film de f0.....	23
<b>Figure N°13</b> : Photographie de film incorporé à 5%.....	23
<b>Figure N°14</b> : photo de la machine de traction.....	24
<b>Figure N°15</b> : Représentation du taux d'humidité de grignon d'olive délipidé et non délipidé.....	25
<b>Figure N°16</b> : Représentation du taux de matière sèche de grignon d'olive délipidé et non délipidé.....	26
<b>Figure N°17</b> : Evolution du taux d'absorption d'eau de composites PEHD/FGOD en fonction du temps.....	28



# Liste des tableaux

<b>Tableau I</b> : Quelques exemples de polymères.....	3
<b>Tableau II</b> : Résumé des avantages et inconvénients des fibres et charges végétales.....	11
<b>Tableau III</b> : Les différents composants de grignon d'olive.....	12
<b>Tableau IV</b> : Tableau représentatif des formulations utilisées.....	22
<b>Tableau V</b> : caractérisation physico-chimique de la farine de grignon d'olive.....	25
<b>Tableau VI</b> : Evolution du taux d'absorption d'eau de composites PE-HD/FGOD et de PE-HD en fonction du temps.....	27

# *Introduction*

## Introduction

Depuis de nombreuses années, et plus encore dans les années à venir, nous sommes et allons être confrontés à la gestion des déchets plastiques non dégradables. Deux voies sont en développement pour pallier ce problème: le recyclage des polymères synthétiques et la mise en œuvre de matières biodégradables de substitution.

Les industries agricoles et alimentaires, engendrent des quantités appréciables de sous-produits, qui sont pour la plupart peu ou pas valorisés, et dont le rejet dans la nature constitue une grande menace pour l'environnement. La disponibilité de ces résidus dépasse un million de tonne par année. La majorité de ces résidus sont caractérisés par une faible valeur alimentaire de par leur composition chimique lignocellulosiques et leur faible teneur en protéines (**Menane, 2010**).

Les fibres naturelles ont attiré l'attention des scientifiques et de la communauté des industriels parce qu'ils constituent une alternative aux produits pétroliers, due essentiellement à la demande croissante des matériaux favorable pour l'environnement.

Plusieurs fibres naturelles ont été étudiées telles que les fibres du coton, la sisal, le jute et l'olive de farine de cosse (**Ihamouchen et al., 2011**).

L'objectif du présent travail est la valorisation des déchets plastiques de polyéthylène à haute densité utilisés comme emballage du yaourt Danone avec la poudre de grignon d'olive délipidée.

A cet effet le présent travail est une contribution à l'élaboration et la caractérisation de nouveaux matériaux composites à base des déchets de polyéthylène à haute densité comme matrice polymère renforcée, chargée par la farine de grignon d'olive délipidée.

La caractérisation du grignon d'olive délipidée vise à déterminer les propriétés physico-chimiques du grignon d'olive en mesurant son taux de matière minérale, d'humidité, et de la matière grasse.

Le matériau obtenu sera caractérisé mécaniquement par le test de dureté et le test de traction.

Le présent manuscrit est composé de 04 chapitres, le premier est consacré à la matrice polyéthylène à haute densité. Le deuxième chapitre décrit les composites et la composition

chimique des fibres végétales. Le 3<sup>ème</sup> chapitre traite les méthodes d'analyse et de caractérisation du grignon d'olive ainsi que l'élaboration et la caractérisation des composites. Le 4<sup>ème</sup> chapitre portera essentiellement sur les résultats obtenus et leurs discussions.

# *Partie théorique*

# **Chapitre I**

## ***Les polymères***

## 1. Les polymères

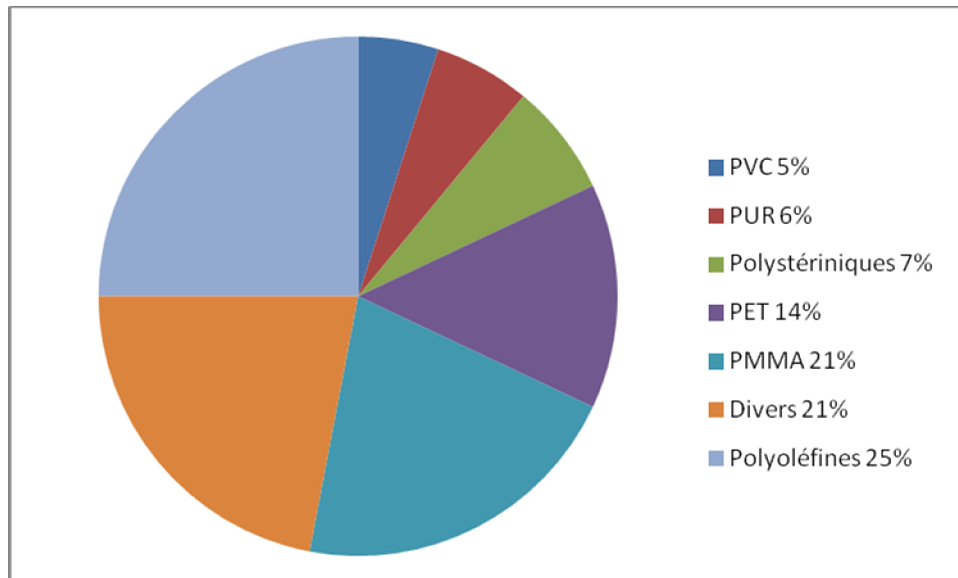
### 1.1. Notion sur les polymères

Les polymères sont des substances constituées de macromolécules formées par la répétition d'un même motif, composé d'une ou plusieurs unités de base. Le nombre moyen de ces unités de base (monomère) dans les molécules finales (polymères) et le degré de polymérisation « n » qui change.. Si ce degré de polymérisation est élevé, on parle de haut polymère, lorsqu'il est faible, le composé est dit oligomère. Les homopolymères sont constitués que d'un seul type de monomère dont le motif se répète dans la molécule. Les copolymères sont constitués de la répétition de plusieurs types de monomère (**Dumas, 2001**). Le Tableau suivant représente quelques exemples de polymères.

**Tableau I:** Quelques exemples de polymères (**Carraga, 2005**).

Nom du polymère	Sigle usuel	Formule de l'élément de répétition
polyéthylène	PE	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -
Polypropylène	PP	$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{-CH-} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$
Polybutène-1		$\begin{array}{c} \text{-CH-CH}_2\text{-} \\   \\ \text{CH}_2\text{CH}_3 \end{array}$
Polyisobutène	PIB	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{-CH}_2\text{-C-} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$
Polystyrène	PS	$\begin{array}{c} \text{-CH}_2\text{-CH} \\   \\ \text{C}_6\text{H}_5 \end{array}$
Polychlorure de vinyle	PVC	$\begin{array}{c} \text{-CH}_2\text{-CH-} \\   \\ \text{Cl} \end{array}$

Si on tient compte que du tonnage de matières utilisées pour des applications médicales, 69000 tonnes représentent environ 1 % de la consommation de matières plastiques. En trente ans le nombre d'applications n'a cessé d'augmenter, et un nombre grandissant de matières sont utilisées (**figure N° 1 (Duval, 2004)**).



**Figure N° 1:** Usage des polymères dans le secteur médical (**Duval, 2004**).

### 1.2. Les différents types de polymères

En fonction de leurs origines, on distingue trois types de polymères:

- les polymères naturels (cellulose, caoutchouc naturel, kératine...), issus du règne animal ou végétal;
- les polymères artificiels (esters et éthers cellulosiques...) résultant de la modification chimique de groupements moléculaires portés par les chaînes de polymères naturels ;
- les polymères synthétiques provenant de l'enchaînement des motifs répétitifs issus de la polymérisation de molécules monomères (**Fontanille, 2008**).

Selon leurs propriétés thermiques les polymères peuvent être classés en:

- Polymères thermoplastiques, obtenus par la réunion de molécules monomères, qui sont en général des espèces chimiques peu réactives, tout au moins à la température ambiante. Leur mise en œuvre ne fait appel qu'à des transformations physiques (**Duval, 2004**).



– Polymères thermodurcissables, dont leur part représente environ 10 % en masse de la totalité des plastiques. Une grande part de ces thermodurs est employée dans les applications telles que les peintures, les vernis, les liants et les mastics. Une part importante est utilisée comme matrice de composites. Les thermodurcissables, en général sous l'action de la chaleur et en présence de « catalyseurs », se transforment de manière irréversible donnant des matériaux insolubles et infusibles (**Duval, 2004**).

### **1.3. Propriétés des polymères**

#### **1.3.1. Propriétés mécaniques**

Les propriétés mécaniques des matériaux polymères dépendent de la position de la température expérimentale par rapport aux températures caractéristiques qui sont celle de fusion, et de transition vitreuse. Les mesures effectuées en traction et en flexion établissent la valeur des modules, dans la zone élastique non linéaire, au-delà de la zone de déformation recouvrable et à la rupture. Les mesures de résistance à l'impact s'exécutent à la température ambiante et à basse température. La mesure de la résistance à la l'usure, de la dureté, sont empruntés par des métallurgistes.

La déformation au cours du temps sous une charge donnée est une mesure du fluage, elle est liée à la viscoélasticité et à l'équivalence temps-température; le niveau de la transition vitreuse, en particulier pour les polymères semi-cristallins (**Carraga, 2005**).

#### **1.3.2. Propriétés physiques**

-Les propriétés optiques: l'absence de diffusion et d'absorption dans le visible. Seuls les amorphes sans additifs de résilience élastomères, ni charges minérales peuvent être transparents.

-Les propriétés thermiques: La conductibilité thermique est faible, les polymères sont des isolants (**Carraga, 2005**).

#### **1.3.3. Propriétés chimiques**

Le comportement chimique du matériau dépend en grande partie de la nature chimique de la partie polymère, mais aussi de son accessibilité aux agents extérieurs (**Marc et al., 2005**).

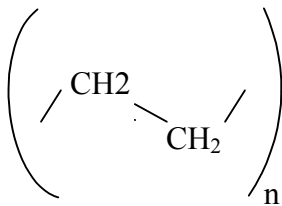
### 1.4. Le polyéthylène à haute densité (PEHD)

#### 1.4.1. Définition et structure

Les plastiques sont les matériaux utilisés généralement pour emballer les produits alimentaires, pharmaceutiques, produits de beauté, et constituent une grande proportion de matériaux de construction ( **Guillot, 2004**).

La famille polyoléfines est composée de deux types, le polypropylène et le polyéthylène. Parmi ces derniers, on retrouve le polyéthylène à haute densité qui est un matériau largement répandu dans le monde (**Penu,2012**).

Le polyéthylène est un matériau thermoplastique obtenu par polymérisation de l'éthylène (C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>) menant à des macromolécules composées par la répétition du motif (CH<sub>2</sub>) (**Douminge, 2010**). Le polyéthylène (PE) est le polymère de synthèse qui a la structure chimique la plus simple, elle est représentée dans la figure N°2 (**Chaffraix , 2002**).



**Figure N°2:** Motif de répétition du Polyéthylène (**Chaffraix, 2002**).

Le polyéthylène existe sous trois formes possibles, suivant les voies de synthèse utilisées :

- Le PE-HD, (polyéthylène à haute densité) synthétisé sous faible pression par le procédé Ziegler. Il se présente sous la forme d'une chaîne macromoléculaire linéaire régulière. Quelques irrégularités restent présentes (1 %° carbone) et se manifestent sous la forme de courtes ramifications. Sa masse volumique ( $\rho$ ) est la plus importante de tous les polyéthylènes (PE) (**Chaffraix, 2002**), elle est:  $0,95 \text{ g/cm}^3 < \rho < 0,97 \text{ g/cm}^3$ . (**Figure N° 3 a**).
- Le PE-BD, polyéthylène à basse densité synthétisé sous forte pression par polymérisation radicalaire. Contrairement au PE-HD, le PE-BD présente un nombre élevé de ramifications relativement importantes (de l'ordre de 60 %° carbone) directement responsable de sa faible masse volumique ( $\rho$ ) (**Chaffraix, 2002**), qui est:  $0,92 \text{ g/cm}^3 < \rho < 0,94 \text{ g/cm}^3$  (**Douminge, 2010ge**) (**Figure N° 3 b**).

- Le PE-BDL, polyéthylène à basse densité linéaire obtenu par copolymérisation par catalyse Ziegler ou métallocène d' $\alpha$ -oléfine sous forte pression. La teneur en branchements latéraux ainsi que leur longueur sont contrôlées en fixant le type et la concentration des monomères avant réaction (*Figure N° 3 c*), (Chaffraix, 2002).



**PE-HD (3a)**



**PE-BD (3b)**



**PE-BDL (3c)**

**Figure N°3:** Structure des différent polyéthylènes (Chaffraix, 2002).

Il faut signaler que, même en absence de tout comonomère, le PE-HD homopolymère peut contenir 1 à 2 branchement court ( $-CH_3$ ) pour mille atomes de carbone de la chaîne principale (Fontanille, 2008).

Depuis sa découverte dans les années 1960, le polyéthylène à haute densité a su s'imposer dans de nombreuses applications du fait de ses propriétés intrinsèques sans cesse améliorées par le développement de nouveaux procédés de fabrication (incorporation des fibres végétale).

Aujourd'hui lorsqu'on achète une bouteille de lait, un sac plastique réutilisable, un flacon de shampoing ou encore un bidon de lessive, il y a de grandes chances qu'ils soient fabriqués en polyéthylène haute densité (Penu, 2012).

Cette matière plastique représente à elle seule environ un tiers de la production totale des matières synthétiques et constitue la moitié des emballages plastiques. Plusieurs millions de tonnes de polyéthylène sont produites chaque année car c'est un matériau extrêmement polyvalent et important sur le plan économique. Grâce à sa structure chimique simple, le polyéthylène prime sur la plupart des autres matériaux car il peut être réutilisé. Au cours de ces dernières années, le recyclage des produits usés en PE a pris de plus en plus d'importance, le polyéthylène est translucide, inerte, facile à manier et résistant au froid (Anonyme, 2006).

### 1.4.2. Propriété de polyéthylène à haut densité

#### 1.4.2.1. Propriétés mécaniques

- Rigidité: La rigidité de PE-HD est d'autant plus élevée que la cristallinité du polymère est importante.
- Comportement au choc: la résistance au choc varie en sens inverse de la rigidité. L'excellent comportement au choc à froid du polyéthylène haute densité est lié à sa température de transition vitreuse qui est de l'ordre de  $-110\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
- Comportement au fluage: qui caractérise l'évolution au cours du temps (allongement, fléchissement, écrasement) d'une pièce soumise à une charge constante.
- Résistance à la propagation lente de fissures sous contraintes: les polyéthylènes à haute densité soumises à des contraintes internes ou externes dans un milieu liquide polaire peuvent se fissurer, les milieux les plus agressifs sont surtout les agents tensioactifs (détergents, émulsionnants, alcools, huiles de silicone,...).
- Dureté: le polyéthylène haute densité a une dureté relativement faible (**Penu, 2012**).

#### 1.4.2.2 Propriétés thermiques

- Température de fusion: la température de fusion (comprise entre  $125$  et  $135\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).
- Conductivité thermique: la conductivité thermique du polyéthylène haute densité décroît à l'état solide. Elle est à peu près constante à l'état fondu (**Penu, 2012**).

#### 1.4.2.3. Propriétés chimiques

- Résistance aux produits chimiques, le polyéthylène à haute densité, par sa nature paraffinique non polaire, résiste bien aux acides forts non oxydants et aux bases fortes. La résistance chimique augmente avec le taux de cristallinité et dans une moindre mesure, avec la masse molaire; elle diminue fortement quand la température augmente. En revanche, le PE-HD gonfle légèrement dans les solvants aliphatiques et davantage dans les solvants aromatiques dans lesquels il se dissout partiellement à haute température. Il est attaqué par les substances très oxydantes telles que les halogènes et les acides minéraux oxydants concentrés (acides nitrique et perchlorique, oléums...) (**Penu, 2012**).
- Vieillessement à la lumière, le polyéthylène à haute densité est sensible au rayonnement solaire, plus particulièrement dans le domaine ultraviolet (UV).

Après une exposition prolongée, le vieillissement se traduit par une baisse de la résistance au choc et de l'allongement à la rupture; la teinte peut être altérée.

Une stabilisation bien étudiée en fonction de la durée d'exposition des objets et de l'intensité du rayonnement permet, par incorporation d'agents anti-UV dans le polymère, d'obtenir une importante amélioration de sa résistance à la lumière. L'addition de noir de carbone bien dispersé est encore plus efficace et permet d'allonger la durée de vie du PE-HD **(Penu, 2012)**.

-Comportement au feu, le polyéthylène à haute densité s'enflamme vers 340 °C en présence d'une flamme. Sa température d'auto-ignition est d'environ 350 °C. La combustion s'entretient d'elle-même si la concentration en oxygène de l'air ambiant est supérieure à 17%. En plus du dioxyde de carbone et de l'eau, le polyéthylène à haute densité dégage dans des conditions de combustion incomplète, de l'oxyde de carbone, des hydrocarbures aliphatiques ou aromatiques et différents produits oxygénés. L'addition d'agents ignifugeants et de charges inertes améliore ce classement **(Penu, 2012)**.

-Perméabilité, le polyéthylène à haut densité a une perméabilité relativement importante aux gaz tels que le dioxyde de carbone et l'oxygène, aux arômes et à certains liquides; par contre, par son caractère hydrophobe, il a peu tendance à fixer l'eau et sa perméabilité à la vapeur d'eau est faible.

La grande perméabilité du PE-HD aux vapeurs de certains produits tels que les solvants aliphatiques, aromatiques et chlorés s'explique par la solubilité de ces produits dans le polyéthylène.

Dans le domaine de l'emballage, quand un produit conditionné doit être protégé de l'oxydation **(Penu, 2012)**.

## **Chapitre II**

### ***Les composites***

### 1. Les composites

#### 1.1 Définition

Un matériau composite, est constitué de l'assemblage de deux matériaux de nature différente complétant et permettant d'aboutir à un matériau, dont l'ensemble des performances est supérieur à celui des composants pris séparément (**Berthelot, 2005**).

#### 1.2. Caractéristiques générales

Un matériau composite constitué généralement d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. Dans le cas de plusieurs phases discontinues de nature différentes, le composite est dit hybride. La phase discontinuée habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue. La phase continue est appelée la matrice et la phase discontinu est appelée le renfort.

Ainsi, pour accéder à la description d'un matériau composite, il sera nécessaire de spécifier:

- La nature des constituants et leurs propriétés;
- La géométrie du renfort, sa distribution;
- La nature de l'interface matrice –renfort (**Berthelot, 2005**).

#### 1.3. La matrice (PE-HD)

La matrice est un déchet récupéré à partir de Danone Djurdjura Algérie, implanté dans la zone industrielle d'Akbou « TAHARACHT ».

Le déchet est le PE-HD (polyéthylène à haute densité), qui est utilisé comme emballage bouteille pour le yaourt à boire Dunup et Activia. (Voir détail concernant ce matériau dans le chapitre I). Le déchet récupéré résulte de bouteilles de Dunup et Activia déclassé après lavage et broyage.

#### 1.4. Le renfort

Les renforts sont pratiquement toujours des fibres. Dans les thermoplastiques, elles sont coupées à des longueurs qui vont de quelque centaines de micromètre à quelques millimétrées pour des matières particulières. Malgré cela, le rapport de forme longueur sur diamètre est le plus souvent supérieurs à 50. Dans ces conditions, les fibres permettent d'augmenter aussi bien la rigidité des plastiques que leur résistance à la rupture. Les plus

utilisés sont les fibres de verre. Mais elles peuvent aussi être végétales (chanvre, coton), minérales (carbones) ou polymère (aramide) (Duval, 2004).

**Tableau II:** Résumé des avantages et inconvénients des fibres et charges végétales (Zaïri et al., 2008; Bendahou et al., 2009).

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"><li>• poids léger</li><li>• coût bas</li><li>• facilité de la fabrication, résistance à la corrosion</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• la diversité des fibres naturelles</li><li>• faible qualité de l'interface</li><li>• la compatibilité interfaciale entre les fibres lignocellulosiques polymères thermoplastiques,</li></ul>

Les fibres lignocellulosiques ont été utilisées comme renfort dans des matrices thermoplastiques, et présentent de nombreux avantages par rapport aux fibres synthétiques et parmi les fibres lignocellulosiques, on peut citer le grignon d'olive (Bendahou et al., 2009).

### 1.4. Le renfort

### 1.5. Description de l'olive

L'olive est une drupe ovoïde et globuleuse, de taille variable, de quelques grammes. A maturité, selon les variétés, l'olive est de couleur plus ou moins foncée. L'olive contient un noyau très dur. Les olives sont généralement récoltées à pleine maturité, en milieu d'automne, lorsqu'elles commencent à se rider. Ces fruits rentrent dans la fabrication de l'huile d'olive, ou peuvent être préparées en saumures, ou encore accompagner divers plats salés. L'olive est un fruit très riche en lipides (jusqu'à 99 % de l'huile que l'on extrait), mais également en vitamine E et A, ainsi qu'en acides gras, mono et polyinsaturés (Moyse, 1971).

Les effluents d'huileries d'olive présentent une composition plus au moins variable. Elle dépend de la qualité des olives, de leur degré de maturité, du système d'extraction et de la qualité d'eau rajoutée lors de la phase d'extraction de l'huile. Les effluents sont généralement constitués de : 83,2 % d'eau, 15 % de substances organiques et de 1,8 % de substances minérales (ELhajjoui, 2007).

Les grignons d'olive sont un sous-produit du processus d'extraction de l'huile d'olive, composés des peaux, des résidus de la pulpe et des fragments des noyaux. Les grignons sont les résidus solides résultant de l'extraction d'huile, alors que les résidus liquides sont dénommés margines.



### 1.5.1. Définition du grignon d'olive

Les grignons d'olives sont des sous-produits dérivés de la trituration des olives que se soit par broyage, pressage ou par malaxage. Les tourteaux d'olive appelés communément «grignon » représente le résidu solide des huileries après extraction de l'huile. Il comporte la pellicule du fruit (épicarpe), la pulpe (mésocarpe), la coque du noyau (endocarpe) et l'amendons qui est la graine (**Bardoula, 2005**).

L'industrie algérienne d'huile d'olive, produit environ 200.000 tonnes des déchets solides, et cette quantité tend à augmenter chaque année.

Ces derniers sont valorisés par l'extraction des hémicelluloses et particulièrement les xylènes (**Derriche et Berrahmoune, 2006**).

### 1.6. Composition et caractéristiques de grignon d'olive

#### 1.6.1. Composition physique

Les grignons frais renferment près de 30 % d'eau, une certaine quantité d'huile (environ 10 %).

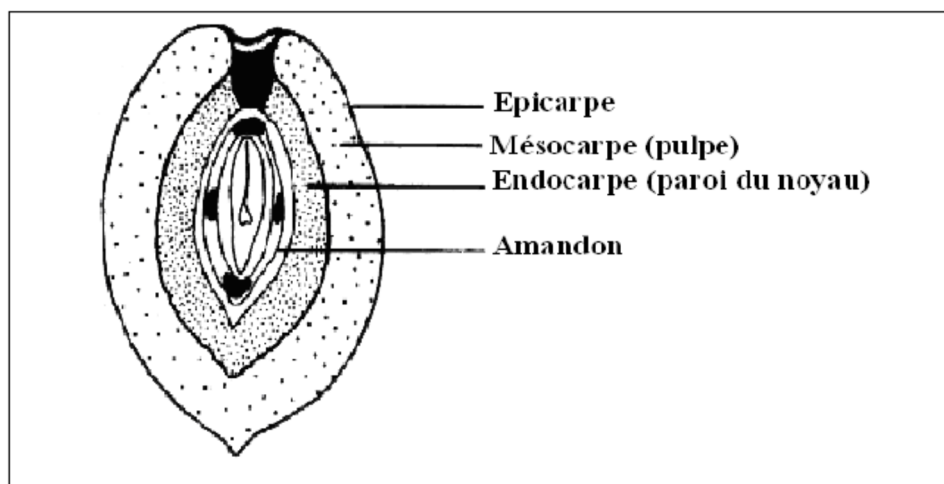
Il représente de 30 à 35 % de l'olive dans le système classique à pression. Après extraction supplémentaire d'huile par le solvant, le taux d'huile est réduit à 2 % (**Sansoucy, 1981**).

**Tableau III** : Les différents composants de grignon d'olive (% massique) (**Sansoucy, 1981**).

Composants	Olive (%)	Grignon frais <sup>(1)</sup> (%)	Grignon épuisé <sup>(2)</sup> (%)
Eau	49,5	27,0	17,0
Huile	27,0	9,0	2,0
Coque	14,0	43,0	55,0
Pulpe	9,5	21,0	26,0

<sup>(1)</sup> : 35% d'olive.

<sup>(2)</sup> : 77,5% du grignon d'olive.



**Figure N°04:** Section transversale et composition physique de l'olive (Sansousy, 1984).

### 1.6.1. Composition chimique de grignon d'olive

Les parois cellulaires du bois sont formées par des bois polymères soit la cellulose (40-50 %), les hémicelluloses (8-20 %) et la lignine (20-30 %) (Garcela, 2005).

#### a) La cellulose

La cellulose est un polymère linéaire composé uniquement de résidus D-glucopyranose reliés par des liaisons osidiques  $\beta$ -1,4. Selon son origine végétale et cytologique, le degré de polymérisation de la cellulose est généralement compris entre 2000 et 8000, mais peut atteindre 15000 dans les fibres du coton (Barnoud, 1980). Les chaînes de cellulose adoptent des structures en ruban très stables qui s'associent entre elles via des liaisons hydrogène intermoléculaires. Ces dernières favorisent l'organisation des chaînes en domaines cristallins de taille importante et confèrent ainsi aux structures cellulosiques une rigidité et une résistance chimique exceptionnelle (Mansfield et al., 1999).

La cellulose appartient à la famille des polysaccharides. Ce sont des polymères naturels, composés de sucres. Leurs fonctions principales dans la nature sont la structuration des plantes, du bois et le stockage d'énergie (Garcia, 1997).

En d'autres termes la cellulose est un polymère linéaire composé uniquement de résidus D- glucopyranose reliés par des liaisons osidiques  $\beta$ -1,4 (Clemons, 2002).

Le degré de polymérisation de la cellulose peut se situer entre 1000 et 3000 unités de glucose (Garcia, 1997).

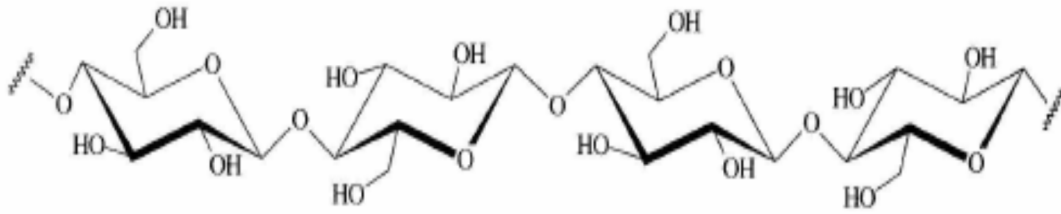


Figure N°05: Structure chimique de la cellulose (Rinaudo, 2008).

### b) L'hémicellulose

Selon la définition utilisée par (Donohue et al., 2006), le terme plutôt vague d'hémicellulose fait référence à l'ensemble des polysaccharides des végétaux, qui ne sont ni de la cellulose, ni de l'amidon, ni des fructanes. De manière générale, dans la matière lignocellulosique on distingue donc principalement les arabino-glucuron-xylanes, les galacto-gluco-mannanes, puis des glucuronoxylanes (Joseleau, 1980). Les premiers répandus notamment chez les graminées, sont constitués de chaînes principales de résidus xylose, liés entre eux par des liaisons ( $\beta$ -1,4), qui sont ramifiées principalement par des résidus arabinose, mais aussi par des résidus d'acide glucuronique ou acide 4-méthyl-glucuronique. Ces résidus ramifiants, de fréquence variable selon l'origine végétale et cytologique exacte, sont liés aux résidus xylooses par des liaisons ( $\alpha$ -1,2) ou ( $\alpha$ -1,3) (Joseleau, 1980 ; Donohue et al., 2006).

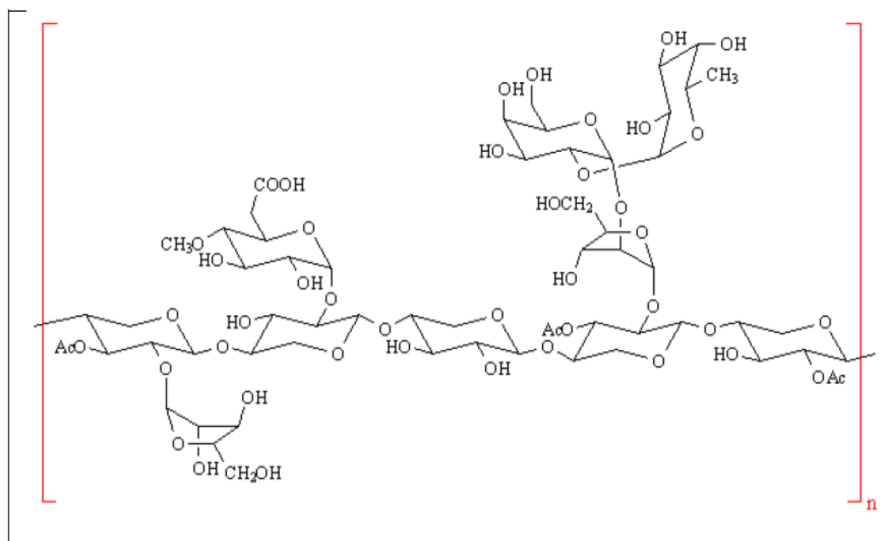
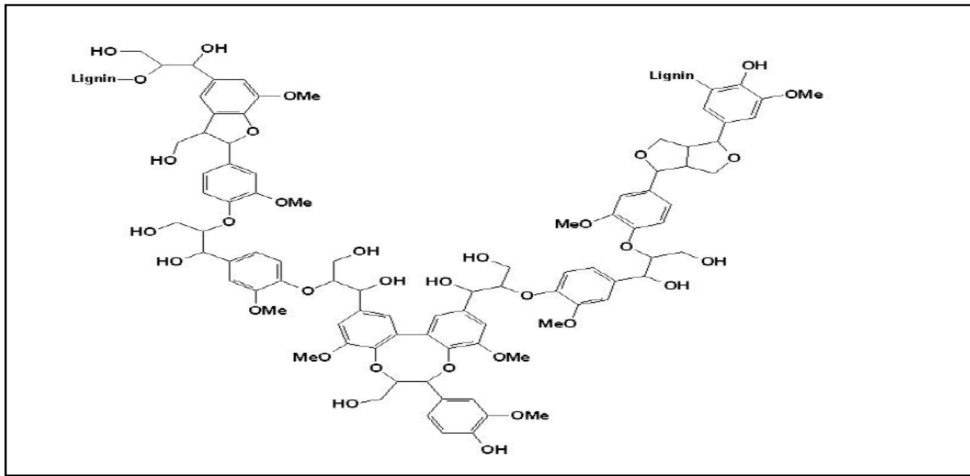


Figure N°06: Structure chimique de l'hémicellulose (Gassan et Bledzki, 1997).

### c) La lignine

La lignine est un polymère aromatique composé de trois alcools fondamentaux : p-coumarylique, coniferylique et sinapylique dont la teneur dépend de l'origine végétale des

lignines (**Macheix et al., 2008**). Elle est localisée dans les parois cellulaires, contribue à la résistance mécanique et à la rigidité des tiges lignifiées (**Krim, 2009**).



**Figure N°07:** structure de la lignine (**Ashby et al., 2001**).

# *Partie pratique*

# **Chapitre I**

## ***Matériel et méthodes***

### 1. Matériel et Méthodes

Dans ce chapitre, nous présenterons les matériaux utilisés, les méthodes de transformation pour la fabrication des échantillons et les techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation.

#### 1.1. Présentation des produits utilisés

##### 1.1.1. Polyéthylènes à haut densité

Ce travail a pour objectif l'étude des composites à base de matrice en polyéthylène à haute densité. Le choix de cette matrice est justifié par le fait que le PE-HD est un polymère de grand tonnage, il est extrêmement polyvalent et important sur le plan économique, ainsi il s'impose dans de nombreuses applications du fait de ses propriétés intrinsèques (Voir détail concernant ce matériau dans le chapitre I).

Le PE-HD (Figure N°8) utilisé est fourni par Danone Djurdjura située dans la zone industrielle de Bejaia.



Figure N°8: Représentation de déchet de PEHD avant et après broyage.

### 1.1.2. Les fibres végétales

La charge végétale utilisée dans ce présent travail est le grignon d'olive récupéré directement d'une huilerie dans la région de CHEMINI dans la wilaya de Bejaïa. Afin d'obtenir une farine de grignon, une série de traitement est effectuée.

#### a) Lavage

Les grignons d'olive sont lavés à l'eau tiède pour éliminer les grosses particules de résidus (pierre, pulpe, brindille...), ensuite à l'eau chaude pour éliminer le reste de la pulpe et les résidus d'huile. Le lavage est répété plusieurs fois jusqu'à ce que l'eau résiduaire soit la plus claire possible.

#### b) Séchage

Les grignons d'olives sont étalés sur un support propre pour un séchage à l'air libre pendant deux à trois jours.

#### c) Triage

C'est l'élimination de toute impureté (les restes de la pulpe, sables, traces de sol,...etc.) qui se trouve dans le grignon pour aboutir à des grignons propres.

#### d) Broyage

Une fois les grignons d'olive séchés et triés, on précède à leur broyage à l'aide d'un broyeur de blé (Figure N°9).



**Figure N°9:** Photo du Broyeur utilisé dans le broyage des échantillons du grignon d'olive.



### e) Tamisage

Dans le but d'avoir une farine de dimension uniforme, un tamisage est effectué à l'aide d'un tamis de type Retsch AS 200 (Figure N°10). La farine ainsi récupérée est de diamètre inférieur ou égal à 125 µm.



Figure N°10: photographie représentant l'opération du tamisage.

## 1.2. Analyse chimique de grignon d'olive

### 1.2.1. Détermination de la teneur en matière sèche

1g d'échantillon est pesé ( $P_0$ ) dans un creuset en porcelaine préalablement taré ( $P_1$ ). Il est placé dans une étuve à 105 °C pendant 24 h. Les creusés sont ensuite retirés de l'étuve, mis dans un dessiccateur et pesés ( $P_2$ ) (AOAC, 1990). La teneur en matière sèche est donnée par la formule suivante:

$$MS(\%) = \frac{P_2 - P_1}{P_0} \times 100$$

Avec :

P<sub>0</sub>: Représente le point de la prise d'essai.

P<sub>1</sub>: Représente le poids de creuset.

P<sub>2</sub>: Représente le poids de creuset avec le résidu.

A partir de la valeur trouvée du taux de matières sèches (% MS), on peut déduire le taux d'humidité (TH (%)) de la matière étudiée comme suit:

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

### 1.2.2. Détermination du taux de cendre

Après la détermination de la teneur en matière sèche, l'échantillon est mis dans un four à moufle à une température de 550 °C pendant 4 heures( **AOAC, 1990**).

La teneur en cendre est calculée par la formule suivante:

$$\text{Cendres} = \frac{P_3 - P_1}{P_2 - P_1} \times 100$$

Avec :

P<sub>1</sub>: Poids du creuset

P<sub>2</sub>: Poids du creuset avec l'échantillon

P<sub>3</sub>: Poids du creuset contenant le résidu après calcination.

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

$$MO(\%)=100-\text{Cendres}(\%)$$

### 1.2.3. Détermination du taux de matière grasse

La farine de grignon d'olive est traitée avec de l'acétone. Cette opération consiste à mélanger 250 gramme de FGO dans 1 litre d'acétone pendant 24 heures avec une agitation continue, ensuite le mélange est filtré à l'aide du filtre à pression. Le retentât est récupéré et séché dans une étuve à 68°C jusqu'à stabilisation de la masse (farine de grignon d'olive dilipidée). Le filtrat est versé dans un ballon préalablement pesé ( $P_1$ ), ensuite placé dans un évaporateur rotatif de type BUCHI R-210 pour l'évaporation de l'acétone, qui est récupéré dans un deuxième ballon pour une prochaine utilisation. Le ballon contenant l'extrait gras est pesé de nouveau ( $P_2$ ) (Melcion, 2000).

Le pourcentage de la matière grasse est calculé comme suit:

$$MG(\%) = \frac{P_2 - P_1}{P_0} \times 100$$

Avec :

$P_0$ : prise d'essai.

$P_1$ : poids du ballon à vide.

$P_2$ : Poids de ballon contenant l'extrait gras.

### 1.3. Calcul de la densité de PE-HD et de grignon d'olive

- **Calcul de la densité de PE-HD**

On pèse une quantité de PE-HD, et on la met dans une éprouvette remplie d'eau distillée à un certain niveau connu, afin de calculer le volume de déplacement de l'eau pour aboutir à la masse volumique ainsi que la densité de PE-HD.

$$V = V_F - V_I$$

$$\text{Masse volumique} = \frac{m}{v}$$

$$\text{Densité de PE-HD} = \frac{\text{masse volumique PE-HD}}{\text{masse volumique eau}}$$

Avec :

$V_F$  : volume finale;

$V_I$  : volume initiale.

- **Calcul de la densité de grignon d'olive**

On pèse une quantité de grignon d'olive et on la met dans une éprouvette remplie de l'eau distillée, à un certain niveau connu, afin de calculer le volume de déplacement de l'eau pour aboutir à la masse volumique ainsi que la densité du grignon d'olive.

$$V = V_F - V_I$$

$$\text{Masse volumique} = \frac{m}{v}$$

$$\text{Densité de Grignon d'olive} = \frac{\text{la masse volumique de l'olive}}{\text{masse volumique de l'eau}}$$

Avec :

$V_F$  : volume finale;

$V_I$  : volume initiale.

#### **1.4. Élaboration des composites bois-polymères**

L'élaboration des composites à base de PE-HD (PE-HD/FGO) est effectuée au sein du laboratoire. La mise en œuvre est divisée en deux étapes:

##### **1.4.1. Préparation des formulations**

Sept formulations (Tableau IV) sont proposées pour étudier l'effet du taux de la farine du GO sur les propriétés mécaniques du PE-HD.

Une formulation de PE-HD non chargée notée  $F_0$  pour le PE-HD témoin.

**Tableau IV:** Tableau représentatif des formulations utilisées.

Composants	FORMULATION						
	FG-OD						
	F <sub>0</sub>	F <sub>5</sub>	F <sub>10</sub>	F <sub>15</sub>	F <sub>20</sub>	F <sub>25</sub>	F <sub>30</sub>
Masse(g) de grignon d'olive	0	2.5	5	7,5	10	12,5	15
Masse (g) de PEHD	50	47,5	45	42,5	40	37,5	35
% GO par formulation	0	5	10	15	20	25	30

NB : Le mélange est effectué manuellement.

#### **1.4.2 Fabrication des composites PEHD/FGOD**

Une plaque chauffante type AM4 MULTIPLE réglée à 230 °C, sur laquelle on pose une plaque métallique de type Acier inoxydable. L'échantillon de PE-HD est placé sur la plaque d'acier pour le faire fendre. Cette opération peut durer 6 heures entre la fente du polymère et l'incorporation des différents pourcentages du grignon d'olive (10 %, 15 %, 20 %, 25 % et 30 %). Une fois la préparation réalisée, un film de dimension, 15cm de longueur et 10 cm de largeur, l'épaisseur est de 0,34 cm est obtenue.



**Figure N°11 :** Présentation de la paillasse utilisée dans la fabrication du composite PE-HD /FG-OD.



**Figure N°12:** Photographie de film de  $f_0$ .



**Figure N°13:** Photo de film incorporé à 5%.

## **1.5. Caractérisation des composites**

### **1.5.1. Propriété physique**

#### **1.5.1.1. Test d'absorption d'eau**

La caractéristique de faible absorption d'eau par les polymères synthétiques est modifiée par l'addition des additifs comme les farines de grignons d'olive à cause de leurs grandes affinités vis-à-vis de l'eau. Les échantillons sont étuvés à 50 °C pendant 24 h, puis

immédiatement pesés ( $m_0$ ) en vue de mesurer l'absorption de l'eau du composite. Les échantillons sont immergés dans l'eau distillée à température ambiante suivant la norme ASTM procédure D 570-99 (ASTM 1999), puis prélevés et pesés de nouveau ( $m$ ) avec un temps d'immersion total de 48 h.

La variation de la masse en (%) est donnée par la formule suivante:

$$\Delta m\% = \frac{m - m_0}{m_0} \times 100$$

#### **1.4.4. Propriétés mécaniques**

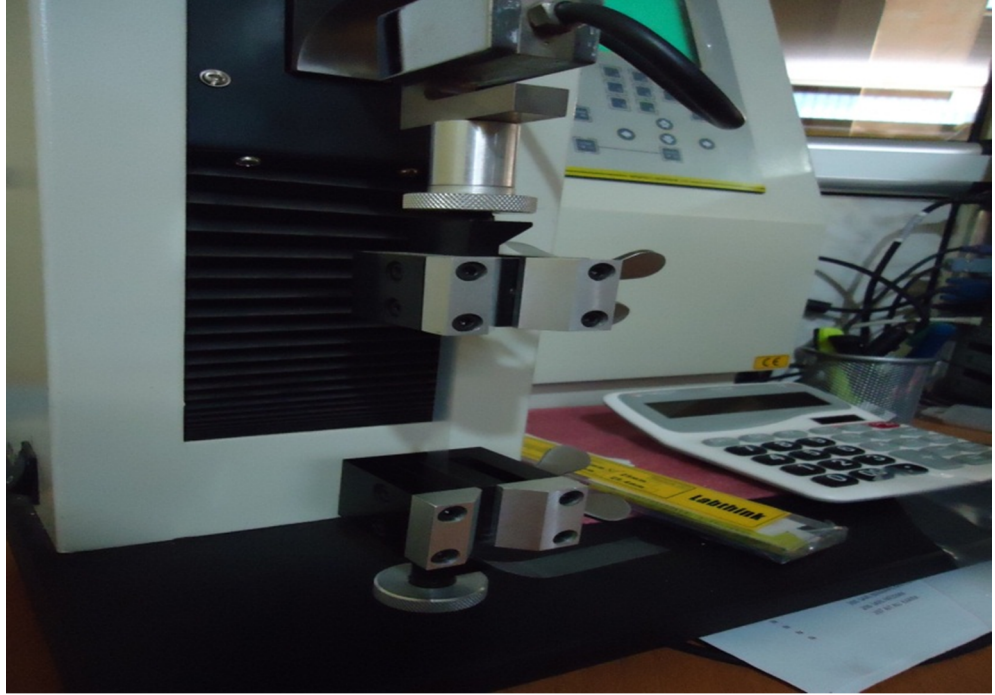
##### **1.4.4.1. Test de traction**

Les essais de traction ont été réalisés au laboratoire de contrôle de la qualité de l'entreprise MERIPLAST (Bejaia).

Les films sont découpés en petits carrés pour effectuer les essais. Ces derniers permettent d'enregistrer les valeurs de l'allongement et de la contrainte à la rupture. Les tests sont effectués sur une machine de traction de marque «ADAMEL LHOMARGY» (Figure N°14), norme DIN EN ISO 527-1 à la température ambiante. Ils consistent à soumettre les plaques des films obtenus précédemment à des mouvements d'un dynamomètre. Le système de mesure est piloté par un micro-ordinateur. La vitesse de traction est de 50 mm/min.

La machine de traction comprend les éléments suivants:

- Une partie fixe portant un dispositif d'attache;
- Une partie mobile portant le second dispositif d'attache. Ces dispositifs d'attache fixent autant que possible sans glissement chaque extrémité du film qui se trouve ainsi placée entre la traverse fixe et la traverse mobile.



**Figure N°14:** photographie de la machine de traction.



## **Chapitre II**

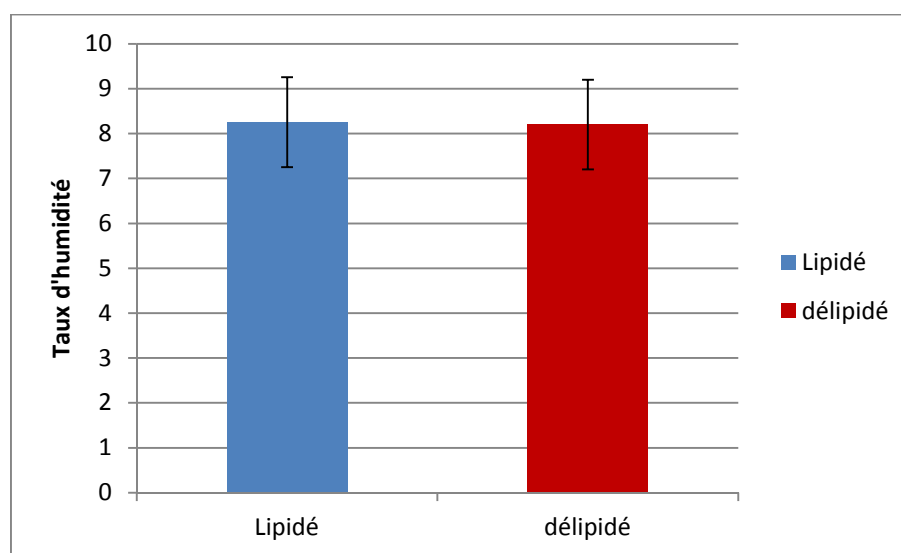
### ***Résultats et discussion***

#### IV. Caractérisation physico-chimique de la farine de grignon d'olive

Les résultats obtenus pour la caractérisation physico-chimique de la farine de grignon d'olive sont représentés dans le Tableau N°.

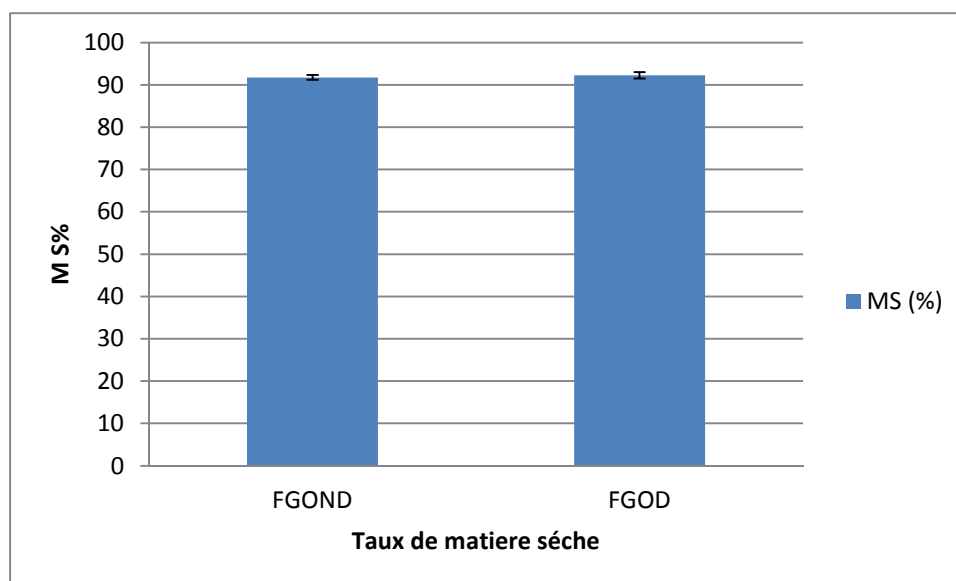
**Tableau V:** caractérisation physico-chimique de la farine de grignon d'olive.

	FGOND	FGOD
TH (%)	8,25 ± 0,55	8,02 ± 0,67
MS (%)	91,75 ± 0,55	92,27 ± 0,75
TMM (%)	1,38±0,32	
MO(%)	90,37±23	
MG(%)	/	3,58



**Figure N° 15:** Représentation du taux d'humidité de grignon d'olive délipidée et non délipidée.

Selon le tableau v et la figure 15 ci-dessus la variation du taux d'humidité n'est pas important, car les deux valeurs pour le FGOND et FGOD de  $8,25 \pm 0,55$  % et  $8,02 \pm 0,67$ , respectivement, ne sont pas très différentes en les comparant à leurs variations selon les écartypes respectifs. Il est difficile de faire une comparaison avec les résultats de la littérature parce qu'il y a plusieurs facteurs qui rentrent en jeu tels que la variété de l'olive, les facteurs climatiques, le mode de culture et le stade de maturité. Les résultats obtenus sont en accord avec ceux de Tserki *et al.*, (2005) .



**Figure N°16:** Représentation du taux de matière sèche de grignon d'olive délipidé et non dilapidé.

D'après les résultats obtenus pour la détermination de la matière sèche pour la farine grignon d'olive non délipidée qui est de  $91,75 \pm 0,55\%$  et pour la farine de grignon d'olive délipidée qui est de  $92,27 \pm 0,75\%$ . On constate que notre produit ne contient pas beaucoup de matière grasse car les taux de matière sèche délipidée et non délipidée sont proches. Cette observation est en accord avec les résultats de **Sansoucy, 1981**.

La teneur en matière organique pour la farine de grignon d'olive délipidée trouvé est de  $90,33 \pm 23\%$ , montrant la richesse en matière organique dans la constitution de la farine de grignon d'olive.

La teneur en matière grasse dans la farine de grignon d'olive délipidée est de  $3,58\%$ , ce résultat est en accord avec les travaux de **Sansoucy, 1981**.

La teneur de la matière minérale est de  $1,38 \pm 0,32\%$  résultat en accord avec les travaux de **Nefzaoui et al., 1998**, indiquant que le grignon d'olive peut être utilisé dans l'enrichissement de l'alimentation de ruminants.

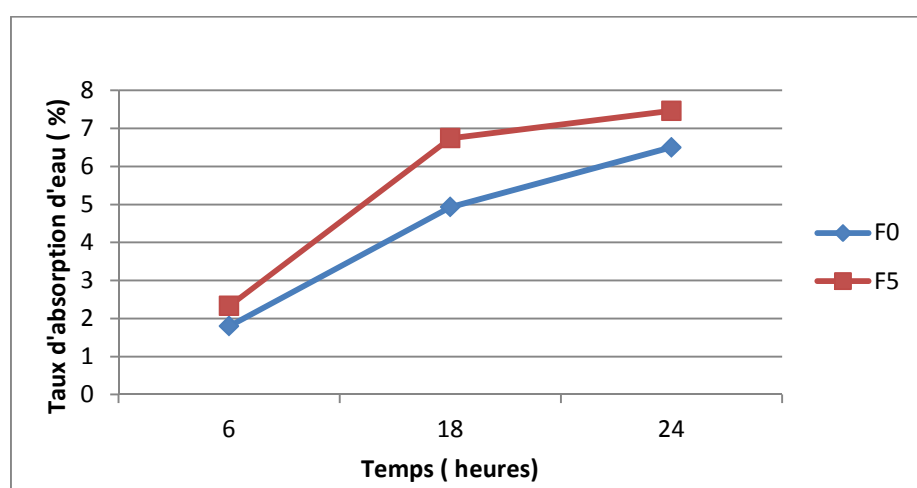
### III.5.1. Propriété physique

#### III.5.1.1. Test d'absorption d'eau

Les tests présentés sont ceux de la formulation de 0 et 5 %, les autres échantillons sont éliminés, vu la mauvaise qualité des films obtenus due essentiellement à notre méthodologie de mélange (manuelle).

**Tableau VI:** Evolution du taux d'absorption d'eau de composites PE-HD/FGOD et de PE-HD en fonction du temps

Echantillons	Formulations	Temps	Taux (%)
PE-HD/FGOD	F0	6h	1,8
		18h	4,93
		24h	6,5
	F5	6h	2,33
		18h	6,74
		24h	7,46



**Figure N°17:** Evolution du taux d'absorption d'eau de composites PEHD/FGOD en fonction du temps.

La figure n° 17 et le tableau n° VI ci-dessus présentent l'évolution du taux d'absorption d'eau de deux formulations des matériaux composites, l'une et formée avec le PEHD pur et l'autre chargée de farine de grignon d'olive délipidée à 5%, on remarque que le taux d'absorption dans la formule chargée est plus élevée que dans la formulation non chargée.

Ceci peut être expliqué par le caractère hydrophile de la charge (farine de grignon d'olive délipidée), liée aux constituants polysaccharidiques des charges végétales et à la formation des liaisons hydrogènes entre les groupements hydroxyles de la farine GO et les molécules d'eau.

Ce résultat a été confirmé par de nombreux travaux de recherche telle que Demir et al. Le caractère hydrophile de la charge est confirmé par le fait que le composite PEHD/FGOD absorbe une quantité beaucoup plus importante d'eau que la matrice.

Une absorption rapide est observée les deux échantillons durant le premier jour d'immersion, ensuite elle diminue graduellement jusqu'à atteindre :  
7,46 % pour le F5 (farine de grignon d'olive délipidée)  
3,5 % pour le F0 (PEHD).

#### **III.4.4. Propriétés mécaniques**

##### **III.4.4.1. Test de traction**

Le test de traction est négatif, car la machine de traction utilisée n'a pas la gamme des forces de traction de notre matériau composite. Elle est destinée pour des film plus fins et plus malléables .

# *Conclusion*

## Conclusion

A l'issue de cette étude qui constitue une contribution sur la problématique des déchets plastiques et la valorisation de la biomasse, un matériau composite bois-polymères fut élaboré. Ce matériau composite est constitué d'une matrice de polyéthylène à haute densité, et de la farine de grignon d'olive délipidée.

Suite aux différents tests réalisés, on a pu aboutir aux résultats suivants:

- La richesse en matière sèche et organique, ainsi la faible teneur en matière grasse des GO;
- Le test d'absorption d'eau pour le composite PE-HD/FG-OD, montre une augmentation du taux d'absorption d'eau en fonction de la teneur de la farine dans les composites, liée au caractère hydrophile des charges végétales.

Comme perspectives:

- la recherche des solvants pour dissoudre le PE-HD ainsi les additifs pour que la farine des grignons d'olive soit bien mélangée au PE-HD.
- La réalisation des modifications chimiques sur le grignon d'olive ou sur la matrice synthétique pour obtenir des liaisons plus fortes dans le matériau composite.

# *Références bibliographiques*



## *Les références bibliographiques*

### *A*

- ❖ **ASHBY, M., BRECHET, Y et SALVO, L. (2001).** *Sélection des matériaux et des procédés de mise en œuvre première*. Ed. Presse polytechniques et universitaire romandes. 479 p.

### *B*

- ❖ **BARDOULA, M. (2005).** L'olivier, trésor de santé, 95p.
- ❖ **BARNOUD, F. (1980).** La cellulose. In : « *Les polymères des végétaux* ». Ed. Paris : Lavoisier. pp 67.
- ❖ **BENDAHOU, A., HABIBI, Y., KADDAMI,H et DUFRESNE, A. (2009).** Matériaux composites à base des fibres lignocellulosiques et de matrices thermoplastiques (pp et pebd),7p.
- ❖ **BERTHELOT et MARIE, J. (2005).** *Matériaux composites : comportement mécanique et analyse des structures*. 4éd. Pris : Technique et documentation.75, 87p.

### *C*

- ❖ **CARRAGA, M. (2005).** *Matériaux polymères*. Ed. Paris : Dunod. 3 ,7.33, 42, 43, 48, 49p.
- ❖ **CHAFFRAIX,V. (2002).** Etude de l'extrusion du polyethylene terephtalate et de ses mélanges non-compatibilises avec le polyethylene haute densite appliqué au recyclage, 32 p.
- ❖ **CLEMONS, C. (2002).** Wood-plastic Composites in the Unites states. The interfacing of two industries, 10,18p.

### *D*

- ❖ **DERRICHE, R et BERRAHMOUNE, K.S. (2006).** Valorisation of olive oil cake by extraction of hemicelluloses, 17p.
- ❖ **DJILALI, N. (2008).** *Etude et valorisation du grignon d'olive dans le domaine des composites*. Thèse de magister spécialité génie des procédés, université de Bejaia, 92p.
- ❖ **DONOHUE,M et DEBIERE,P. (2006).** Fractionnement de la biomasse lignocellulosique en synthons. In : « *La chimie verte* ». Ed. Paris : Lavoisier.pp 22, 23,24.
- ❖ **DUMAS, M.L et Ben- Aim, R. (2001).** L'indispensable en cinétique chimique, 79p.

- ❖ **DUVAL, C. (2004).** *Matières plastiques et environnement*. Ed. Paris : Dunod. 36, 45, 57, 58p.

### **E**

- ❖ **EL HAJJOUJI, H. (2007).** *Evolution des caractéristiques physico-chimiques, spectroscopiques et écotoxicologiques des effluents d'huilerie d'olive au cours de traitements biologique et chimique*. Thèse de Doctorat spécialité Ecologie et Agrosystèmes, de l'institut national polytechnique de Toulouse. 154p.

### **F**

- ❖ **FONTANILLE, M. (2008).** *Structure Moleculaire Des Polymeres*: Ed. Techniques Ingénieur. 12p.

### **G**

- ❖ **GARCIA, R.A. (2005).** *Amélioration de la stabilité dimensionnelle de panneaux de fibres de bois MDF par traitement physicochimiques*. Thèse de doctorat spécialité sciences du bois. Faculté de foresterie et de géomantique, Université Laval Québec. 206 p.
- ❖ **GASSAN, J et BLEDZKI, A.K. (1997).** Polym. Comp. 179-184p.
- ❖ **GUILLOT, S., BRIANDA, E., GALYB, J., GERARD, F.J et LARROQUEC, M.L.(2004).** Relationship between migration potential and structural parameters in crosslinked polyethylenes, 5p.

### **I**

- ❖ **IHAMOUCHEN,C., KRIM, S., DJIDJELLI, H., BOUKERROU, A., KACI et M. MARTINEZ,J.J. (2011 )** *Effect of Surface Treatment on the Physicomechanical and Thermal Properties of High-Density Polyethylene/Olive Husk Flour Composites*. Ed: Wiley Periodicals. 10p.

### **J**

- ❖ **JOSELEAU, J.P.(1980).** Les hemiecelluloses. In : « *Les polymères des végétaux* ». Ed. Paris : Lavoisier. pp 87.

### **K**

- ❖ **KRIM, S., BOUKERROU, A., DJIDJELLI, H., IHAMOUCHEN, C et MARTINEZ, J.J. (2009).** Study and Characterization of Composites Materials Based on Polypropylene Loaded with Olive Husk Flour, 1394p.

## *M*

- ❖ **MACHEIX, J.J., FLEURIET, A et JAY-ALLMAND, C. (2008).** *Les composés phénoliques des végétaux*. Ed. Presses polytechniques et universitaires romandes. 192p.
- ❖ **MANSFIELD, S.D. (1999).** Substrate and enzyme characteristics that limit cellulose hydrolysis, 506p.
- ❖ **MARAIS, C. (2005).** L'âge du plastique: découvertes et utilisations, 234 p.
- ❖ **MARC, C et COLL. (2005).** *Matériaux polymères*. 2 éd. Paris : Dunod. 97p.
- ❖ **MENNANE, Z., TADA, S., AKI,I., FAID, M., HASSANI, S et SALMAOUI, S. (2010).**Caractérisation physico-chimique et microbiologique des grignons d'olive de 26 huileries traditionnelles de la région de Beni Mellal (Maroc), 5p.
- ❖ **MOYSE, H. (1971).** *Matière médicale*. Ed. Paris : Masson et cie. Tome 1. 27,31.

## *N*

- ❖ **NEFZAOUI, A., MARCHAND, S., VAROOELLE, M. (1982).** Valorisation de la pulpe d'olive dans l'alimentation des ruminants,7p.

## *R*

- ❖ **RINAUDO, M. (2008).** Fibres ligno-cellulosiques, cellulose, dérivés cellulosiques et mélanges. 35p.
- ❖ **RIQUET, M.A. (2007).** Matériaux au contact alimentaire. 35p.

## *S*

- ❖ **SANSOUCY, T. (1981).** Composition physicochimique de grignon d'olive, 24p.

## *P*

- ❖ **PENU, C. (2012).** *Polyéthylène haute densité PE-HD*. Ed.Techniques de l'Ingénieur. 16p.

## *T*

- ❖ **TSERKI, V., MATZINOSA, P., KOKKOUB, S ET PANAYIOTOU, C. (2005).** Composites: Part A, 36, 965, 974p.

## *W*

- ❖ **WILLIAM, S. (1990).** Official methods of analysis of the association of official analysis chemist international, 41 p.

## Z

- ❖ **Zairi, F., Nait-Abdelaziz, M., Gloaguen, J.M., A. Bouaziz et J.M. Lefebvre, J.M. (2008).** Micromechanical modelling and simulation of chopped random fiberreinforced polymer composites with progressive debonding damage, 5220, 5236p.

### *Références numériques*

- ❖ **MELCION, J.P.** Production animale: La granulométrie de l'aliment: Principe, mesure et obtention .Unité de physique et technologie des végétaux. [En ligne]. INRA. 2000. Disponible sur [http://www.inra.fr/productions-animales/an\\_2000/num202/melcion/jm\\_202.htm](http://www.inra.fr/productions-animales/an_2000/num202/melcion/jm_202.htm) (consultée le 13 Mai 2007).

## Résumé

Durant ces dernières années, une attention considérable des recherches est portée sur l'utilisation des fibres naturelles comme renfort dans la conception des matériaux composites permettant d'associer un matériau résistant, léger, structuré et faible coût. Notre travail est axé sur l'élaboration des matériaux composites à base de polyéthylène à haute densité chargé avec la farine de grignon d'olive, sur lesquelles une analyse chimique est effectuée sur le grignon d'olive et dans le but de le caractériser.

Les matériaux composites sont préparés par la plaque chauffante à température de 230°C pendant 6 heures, à des pourcentages de (5 %,10 % et 20 % ,25 % et 30 %) de la charge.

Les résultats des tests physique (teste d'absorption d'eau) montrent que le composite PE-HD/FG-OD absorbe une quantité beaucoup plus importante d'eau, que la matrice et ça est liée directement au caractère hydrophile de la charge.

Le teste de traction n'a pas donner des résultats fiables.

**Mots-clés :** Polymère, PEHD, composites, renfort, charge végétales.

A close-up photograph of two white flowers with yellow centers, likely small bellflowers, set against a background of green foliage. The flowers are covered in small water droplets. The text "Soyez les bienvenus" is overlaid in a black, cursive font across the center of the image.

*Soyez les bienvenus*



Université : A-Mira de Bejaia

Faculté : Science de la Nature et de la Vie  
Département des Science des Aliments



# *Mémoire de fin de Cycle*

## *Thème*

*Valorisation des déchets plastiques  
de Danone par incorporation de  
grignon d'olive*

*Réalisé par:*

*M<sup>lle</sup> : BENSHILA Amel*

*Promoteur: M<sup>r</sup> MADANI .K*

2011-2012

# *Plan de travail*

**Introduction**

**Généralités**

**Matériels et  
Méthodes**

**Résultats et  
discussion**

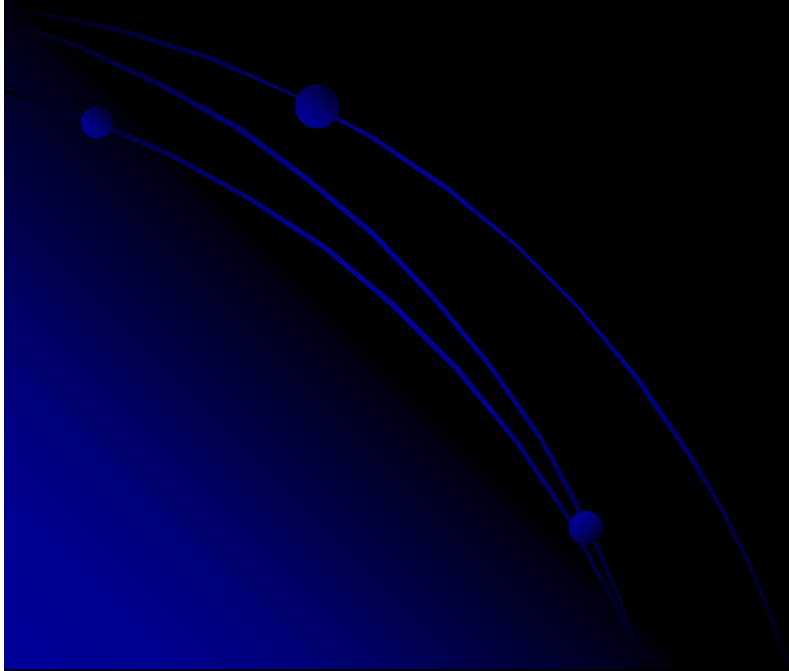
**Conclusion**



# Introduction

- ➔ Depuis de nombreuses années, nous sommes confronté à la gestion des déchets plastiques non dégradables.
- ➔ Les industries agricoles et alimentaires, engendrent des quantités appréciables de ces déchets, qui sont pour la plupart peu ou pas valorisés, et leur rejet dans la nature constitue une grande menace pour l'environnement.
- ➔ Les fibres naturelles ont attiré l'attention des scientifiques et de la communauté industriels parce qu'ils constituent une alternative aux produits pétroliers, due essentiellement à la demande croissante des matériaux favorables pour l'environnement.
- ➔ A cet effet le présent travail est une contribution à l'élaboration et la caractérisation des nouveaux matériaux composites à base des déchets de polyéthylène à haute densité comme matrice polymère renforcée, utilisés comme emballage du yaourt Danone, par l'incorporation de la farine de grignon d'olive délipidée.

# GÉNÉRALITÉS



## Les polymères

Sont des molécules constituées d'unité fondamentale appelée monomère reliées par des liaisons covalentes

## PEHD

- Il fait parti à la famille des polyoléfines
- C'est un thermoplastique obtenu par polymérisation de l'éthylène

# Propriétés du PEHD:

Propriétés  
mécaniques

Rigidité

Comportement au  
choc

Comportement au  
fluage

Dureté

Propriétés  
thermiques

Température de  
fusion

Conductivité

Propriétés  
chimiques

Résistance aux  
produits chimiques

Vieillessement à la  
lumière

Comportement au fer

Perméabilité au CO<sub>2</sub>  
et O<sub>2</sub>

# Les renforts

Les renforts sont des fibres utilisés dans les thermoplastiques pour augmenter la rigidité des plastiques

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"><li>• poids léger</li><li>• coût bas</li><li>• facilité de la fabrication, résistance à la corrosion</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• la diversité des fibres naturelles</li><li>• faible qualité de l'interface</li><li>• la compatibilité interfaciale entre les fibres lignocellulosiques polymères thermoplastiques,</li></ul>

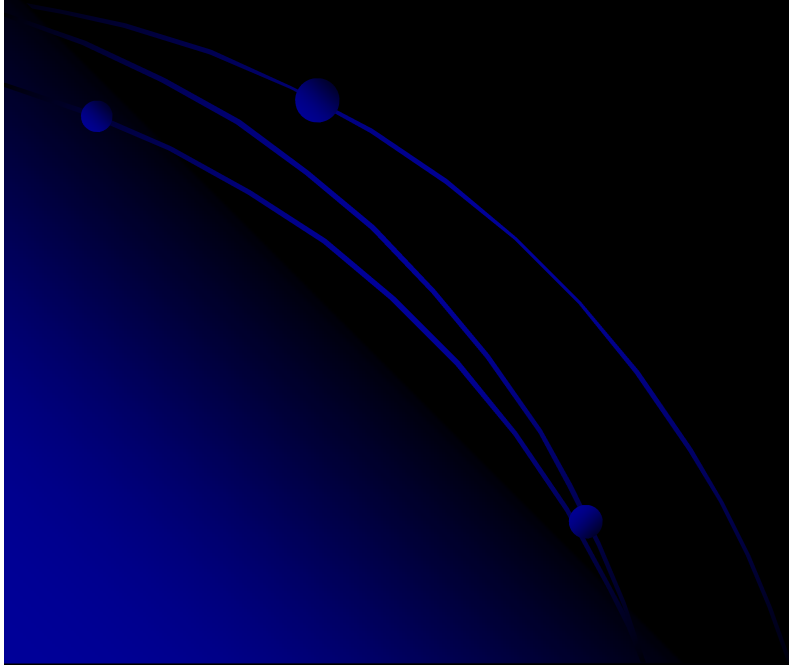
Parmi les renforts utilisés on trouve les fibres végétaux, tels que le grignon d'olive, qui a la composition chimique suivante :

Cellulose

Lignine

Hémicellulose

# MATÉRIELS ET MÉTHODES



# Préparation des échantillons

## 1. Polyéthylènes à haut densité

Le PE-HD utilisé est fourni par l'entreprise de Danone Djurdjura située dans la zone industrielle de Bejaia.



## 2. Les fibres végétales

- La charge végétale utilisée est le grignon d'olive récupéré d'une huilerie dans la région de CHEMINI.
- Afin d'obtenir une farine de grignon, une série de traitement a été effectuée.

### Lavage:

- Le grignon d'olive a été lavé avec de l'eau chaude pour le débarrasser de tout le reste de la pulpe, les membranes de l'olive et des restes d'huile.



## Séchage:

Les grignons d'olives sont étalés sur un support propre à l'air libre pendant deux à trois jours.

## Broyage

Une fois les grignons d'olive séchés et triés, on procède à leur broyage à l'aide d'un broyeur de blé.



## Tamissage

Un tamisage est effectué afin de récupérer une farine de diamètre  $\leq$  à 125  $\mu\text{m}$ .



# Analyse chimique de grignon d'olive

## 1. Détermination de la teneur en matière sèche

La teneur en matière sèche est donnée par la formule suivante:

$$MS(\%) = \frac{P_2 - P_1}{P_0} \times 100$$

A partir de la valeur trouvée du taux de matières sèches (% MS), on peut déduire le taux d'humidité (TH (%)) de la matière étudiée comme suit:

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

## 2. Détermination du taux de cendre

$$\text{Cendres} = \frac{P_3 - P_1}{P_2 - P_1} \times 100$$

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

$$\text{MO}(\%) = 100 - \text{Cendres}(\%)$$

### 3. Détermination du taux de matière grasse

Le pourcentage de la matière grasse est calculé comme suit:

$$\text{MG}(\%) = \frac{P_2 - P_1}{P_0} \times 100$$

### Calcul de la densité de PE-HD et de grignon d'olive

- La densité de PE-HD et de grignon d'olive est calculée selon la formule suivante:

$$\text{Densité} = \frac{\text{la masse volumique de PE - HD}}{\text{masse volumique de l'eau}}$$

# Élaboration des composites bois-polymères

L'élaboration des composites à base de PE-HD, (PE-HD/FGO) a été effectuée au sein du laboratoire 3BS. La mise en œuvre a été devisée en deux étapes:

- **Préparation des formulations :**

Sept formulations sont proposées pour étudier l'effet du taux de la farine du GO sur les propriétés mécaniques du PE-HD.

Composants	FORMULATION						
	FG-OD						
	F <sub>0</sub>	F <sub>5</sub>	F <sub>10</sub>	F <sub>15</sub>	F <sub>20</sub>	F <sub>25</sub>	F <sub>30</sub>
Masse(g)	0.5	2.5	5	7.5	10	12.5	15
% GO par formulation	0	5	10	15	20	25	30

- **Fabrication des composites PEHD/FGOD:**



Photographie de film de  $f_0$ .



Photo de film incorporé à 5%.

# Caractérisation des composites

- Test d'absorption d'eau

Les échantillons sont immergés dans l'eau distillée à température ambiante suivant la norme ASTM procédure D 570-99 (ASTM 1999), puis prélevés et pesés de nouveau (m) avec un temps d'immersion total de 24 h.

La variation de la masse en (%) est donnée par la formule suivante:

$$\Delta m\% = \frac{m - m_0}{m_0} \times 100$$

- **Test de traction**

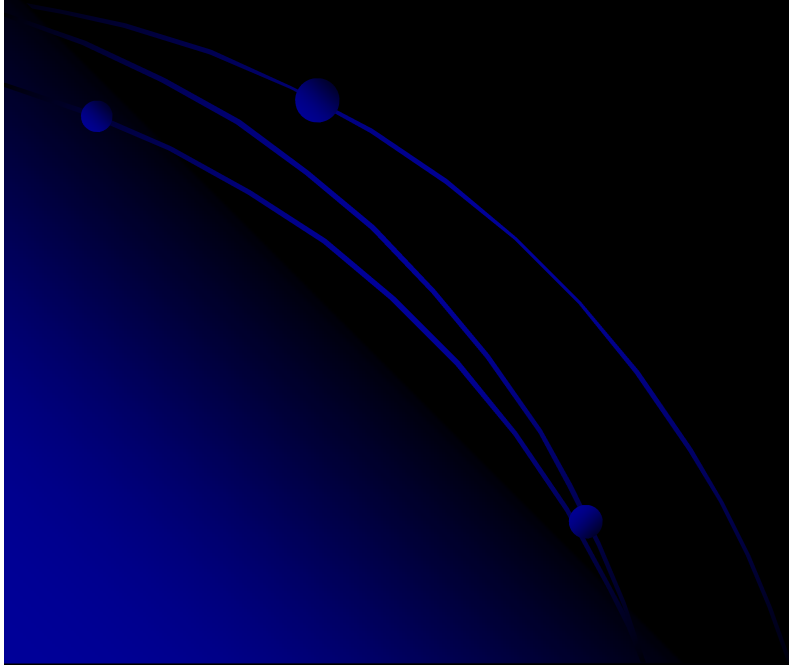
- Les essais de traction ont été réalisés au laboratoire de contrôle de la qualité de l'entreprise MERIPLAST (Bejaia).

- Les films sont découpés en petits carrés pour effectuer les essais. Ces derniers permettent d'enregistrer les valeurs de l'allongement et de la contrainte à la rupture.

- Les tests sont effectués sur une machine de traction suivant



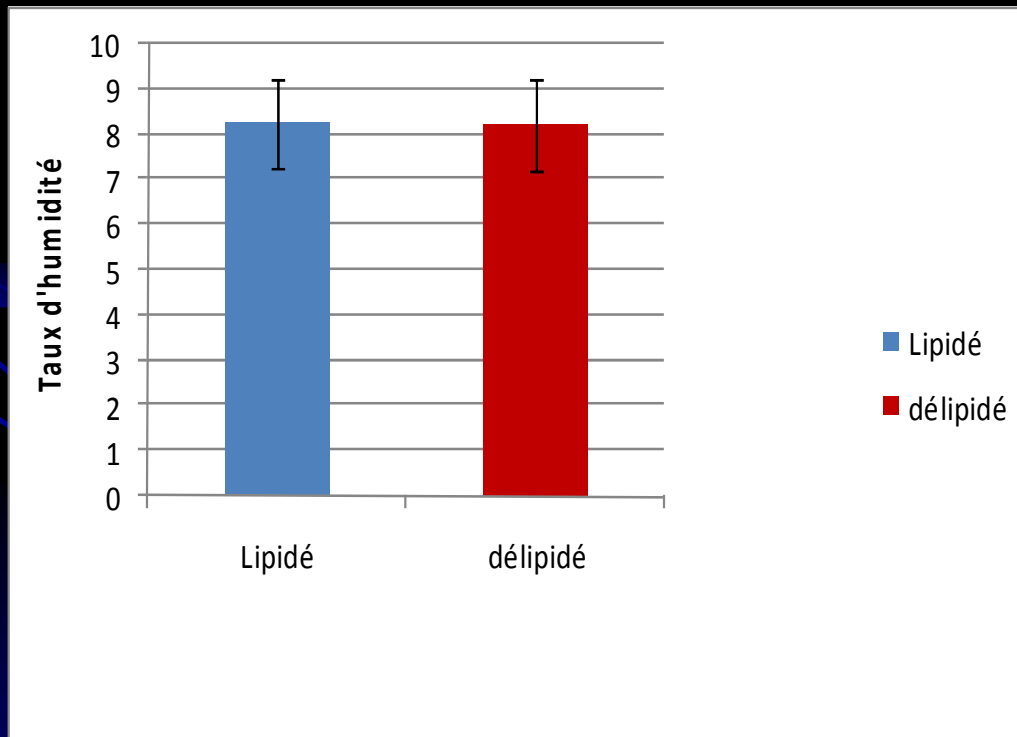
# RÉSULTATS ET DISCUSSIONS



# Caractérisation physico-chimique de la farine de grignon d'olive

## 1- Taux d'humidité

- Le taux d'humidité varie entre 8,02 et 8,25
- L'analyse statistique ne montre aucune différence significative entre FGOND et FGOD

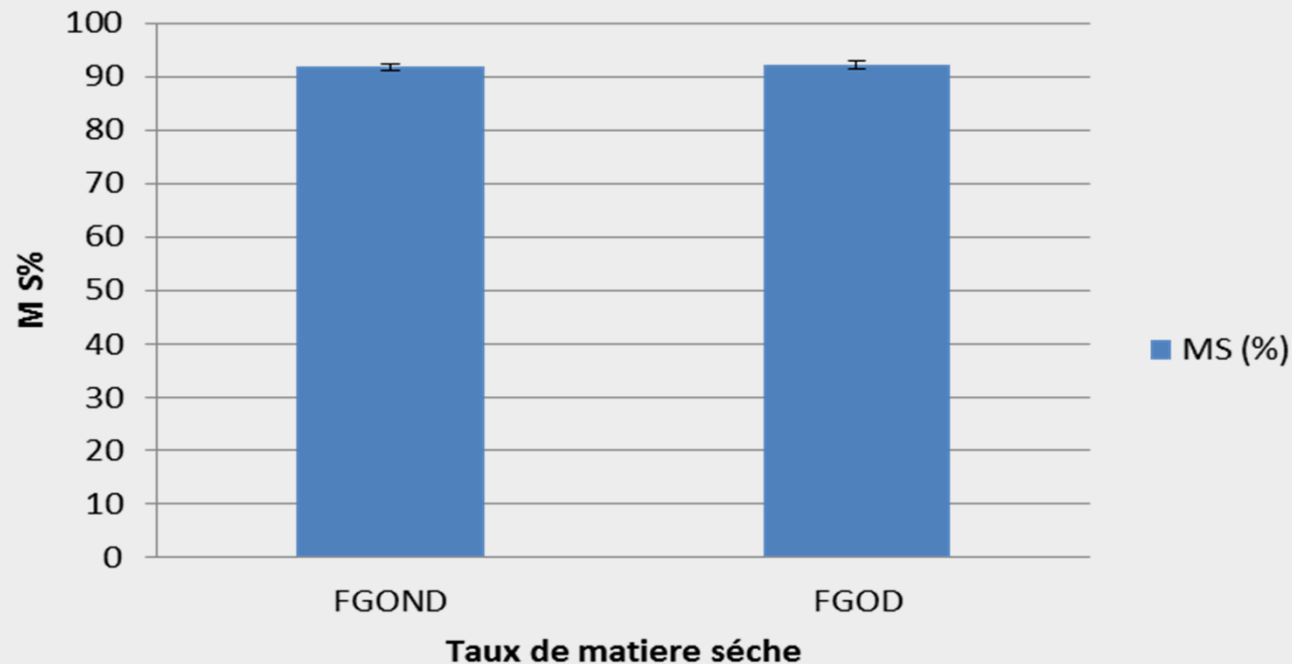




# Caractérisation physico-chimique de la farine de grignon d'olive

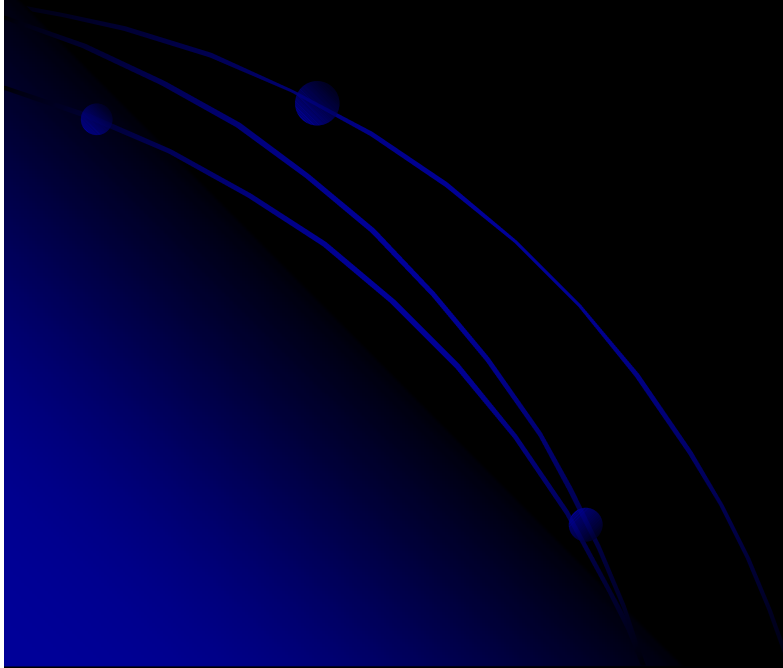
## 2-Taux de matière sèche

- D'après les résultats obtenus le taux de la matière sèche pour la FGOND est de 91,75% et pour la FGOD est de 92,27%.
- Ce qui signifie l'absence d'une différence significative.



# Caractérisation physico-chimique de la farine de grignon d'olive

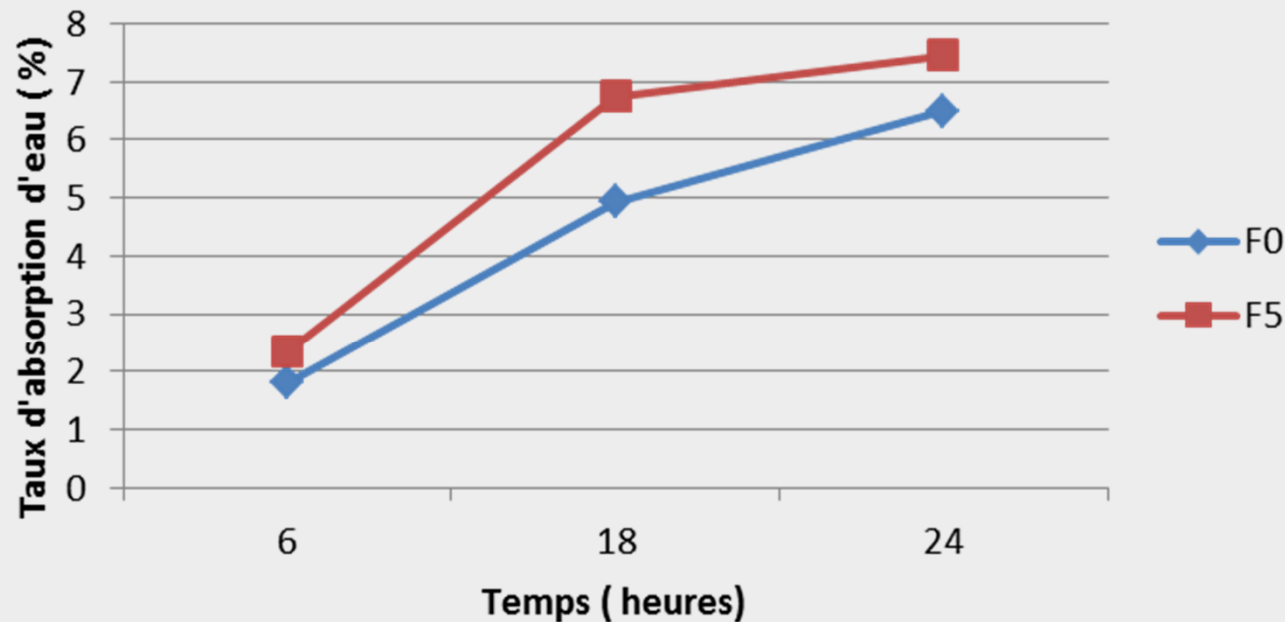
- La FGOD contient un taux de 90.33% en matière organique, 3.58% en matière grasse et un taux de 1,38% en matière minérale.



# Propriété physique de PE-HD

## Absorption d'eau

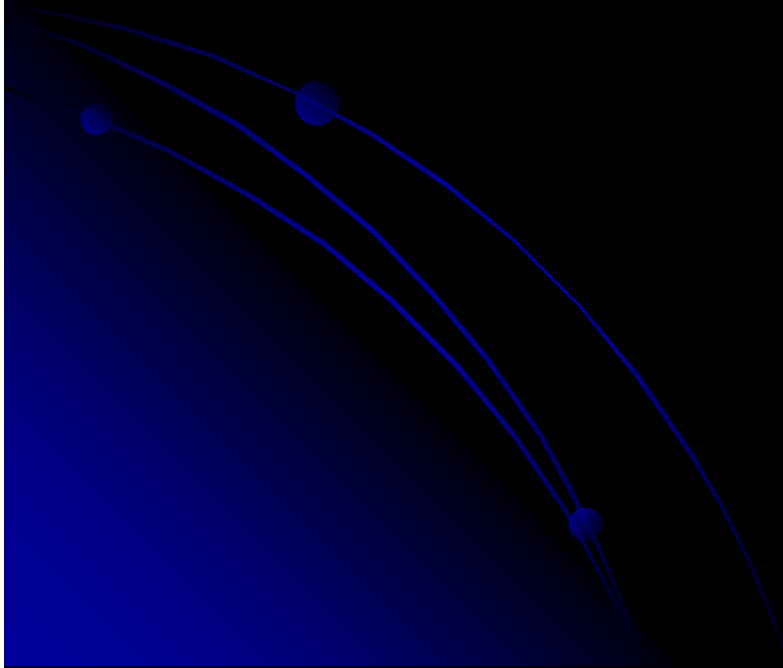
- Le taux d'absorption d'eau est plus élevé dans le PE-HD chargé à 5% en FGOD que le PE-HD pur.
- Cette absorption augmente progressivement jusqu'à : 7,46 % pour La FGOD et 6,5 % pour PE-HD.



# Propriétés mécaniques

- **Traction**

Le test de traction est négatif, car la machine de traction utilisée n'a pas la gamme des forces de traction de notre matériau composite. Elle est destinée pour des film plus fins et plus malléables.

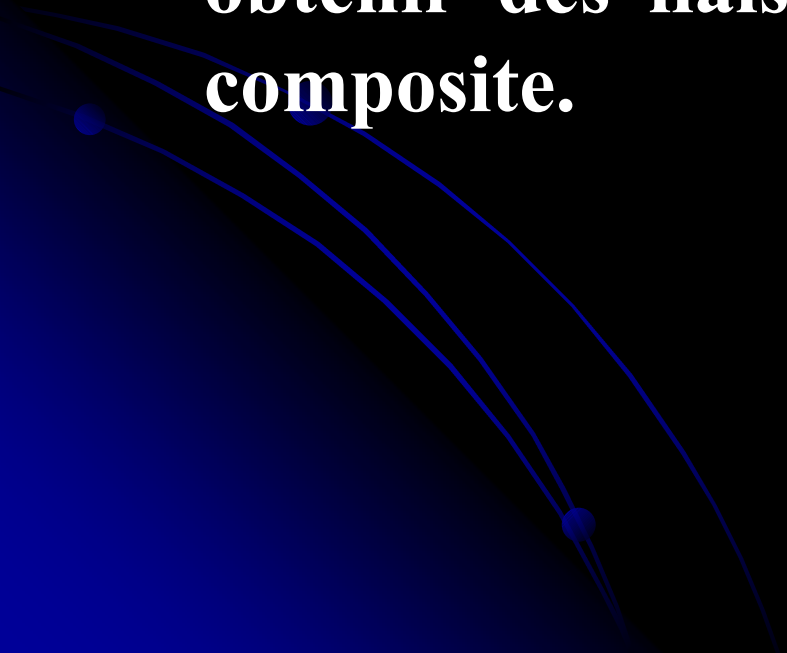


# Conclusion

**Suite aux différents tests réalisés dans cette étude, on a pu aboutir aux résultats suivants:**

- **Le grignon d'olive est riche en matière sèche et organique, et présente une teneur faible en matière grasse .**
- **Le test d'absorption d'eau pour le composite PE-HD/FGOD, montre une augmentation du taux d'absorption d'eau en fonction de la teneur de la farine dans les composites, liée au caractère hydrophile des charges végétales.**

# Perspective

- **la recherche des solvants pour dissoudre le PE-HD ainsi les additifs pour que la farine des grignons d'olive soit bien mélangée au PE-HD.**
  - **La réalisation des modifications chimiques sur le grignon d'olive ou sur la matrice synthétique pour obtenir des liaisons plus fortes dans le matériau composite.**
- 



*Merci pour votre attention*