

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Abderrahmane Mira de Bejaïa



Faculté de la Technologie
Département de Génie des Procédés

Mémoire de Magister

Filière: Génie des Procédés

Option: Génie des Polymères

Thème

EFFET DE LA TAILLE DES FIBRES LIGNOCELLULOSIQUES SUR LES PROPRIETES THERMIQUES ET MECANIQUES DES COMPOSITES POLYCHLORURE DE VINYLE/FARINE DE BOIS

Présenté par

M^{elle} DAIRI Badrina

Soutenue le : 14 /07/2010

Devant le jury :

Président : Mr. M. KACI, Professeur à l'Université A. Mira Bejaïa.

Examineurs :

Mr. T. BENANIBA, Professeur à l'Université Ferhat Abbas Sétif.

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

Rapporteur : Mr. H. DJIDJELLI, Professeur à l'Université A. Mira Bejaïa.

2009-2010

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au Laboratoire des Matériaux Organiques (LMO) de l'Université A. Mira Bejaia. Je tiens à remercier très chaleureusement son Directeur le Professeur **T. SADOUN**.

Je tiens à remercier mon encadreur, le Professeur **H. DJIDJELLI** pour m'avoir accueillie dans son équipe de recherche et pour la confiance dont il a fait preuve à mon égard le long de mon travail. Je lui exprime aussi mes remerciements pour ses précieux conseils, ses encouragements constants et sa disponibilité pour la réalisation de cette étude.

Je remercie, plus particulièrement le Dr. **A. BOUKERROU**, pour ses précieux conseils et sa disponibilité, tout le long mon travail.

Je remercie également le Pr. **M. KACI** d'avoir accepté de présider le jury et le Pr. **T. BENANIBA** et le Dr. **A. BOUKERROU** pour avoir accepté de juger ce travail.

Mes remerciements s'adressent également à :

- Le personnel de l'entreprise **TRANSBOIS**.
- Le personnel de l'entreprise **ENICAB** de **Biskra**.
- Le personnel de l'entreprise **CABEL** d'Alger.
- Mr. **Y. ALLOUCHE** Responsable du laboratoire à l'entreprise **CATEL**.
- Mr. **R. BELHOCINE** Responsable du laboratoire à l'entreprise **CABEL**.
- Mr. **A. MAOUCHE**, Mr. **K. MOKHTARI** et M^{elle}. **Z. BOUHZID** Techniciens du laboratoire à l'entreprise **CABEL**.

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

Je tiens à remercier aussi tous mes collègues ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de cette étude et plus spécifiquement mes parents, ma famille et mes amis pour tous les moments agréables, leur respect et le support moral, qui contribuent grandement à ma réussite et mon épanouissement personnel.

LISTE DES ABREVIATIONS

GD : *Grande diffusion.*

HP : *Hautes performances.*

CBP : *Composite bois-plastique ou composite bois-polymère.*

PVC : *Polychlorure de vinyle.*

PP : *Polypropylène.*

PE : *Polyéthylène.*

PS : *Polystyrène.*

MOE : *Module d'élasticité ou Module D'Young.*

MOR : *Module de rupture ou contrainte maximale.*

PEHD : *Polyéthylène haute densité.*

PCTM : *Pâte à papier chimico-thermomécanique.*

PTM : *Pâte à papier thermomécanique.*

PP-g-MA : *l'anhydride maléique greffé sur Polypropylène.*

MEB : *Microscopie électronique à balayage.*

ATG : *Analyse thermogravimétrique.*

DTG : *Dérivée de la thermogravimétrie.*

DSC : *Analyse calorimétrique différentielle.*

FB : *Farine de bois.*

F10, F20 et F30 : *Formulations des composites PVC/FB à 10, 20 et 30% du taux de charge de la farine de bois pour les différentes dimensions de particules de bois.*

F50, F100, F160 et F200 : *Formulations des composites PVC/FB de dimensions des particules de bois 50, 100, 160 et 200µm pour les différents taux de charge (10, 20 et 30%).*

LISTE DES FIGURES

Fig. 1: *Production mondiale des plastiques en 2005 (Page 5).*

Fig. 2: *Marché de composite bois-plastique (Page 7).*

Fig. 3: *Réaction de synthèse du PVC (polymérisation du chlorure de vinyle) (Page 9).*

Fig. 4: *Représentation schématique de l'agencement des différents composants des fibres végétales à l'échelle micrométrique (Page 16).*

Fig. 5 : *Structure chimique de la cellulose (Page 18).*

Fig. 6: *Structure fibrillaire des chaînes de cellulose(Page19).*

Fig. 7: *Structure moléculaire de l'hémicellulose (Page 22).*

Fig. 8: *Structure moléculaire de la lignine (Page 23).*

Fig. 9: *Représentation schématique de l'interface fibre- matrice (Page 32).*

Fig. 10: *Vue d'ensemble de la calandre utilisée lors de la préparation des composites (Page 49).*

Fig. 11 : *Vue d'ensemble de la presse utilisée (Page 49).*

Fig. 12 : *Thermobalance SETARAM TG-DTA92 utilisée au laboratoire (Page 53).*

Fig. 13 : *Courbes typiques d'essais de traction pour différents matériaux (Page 54).*

Fig. 14: *Vue d'ensemble de la machine de traction Zwick/Roell (Page 55).*

Fig. 15: *Echantillon sous forme d'haltère (Page 55).*

Fig.16: *Duromètre shore D (Page 56).*

Fig.17: *Densimètre utilisé (Page 57).*

Fig.18: *Evolution de la densité des composites PVC/FB à différentes tailles des particules en fonction de taux de la charge (10, 20 et 30%) (Page 59).*

Fig.19: *Evolution de la densité des composites PVC/FB à différents taux de charge (10, 20 et 30%) en fonction de la taille des particules de bois (Page 60).*

Fig.20: *Evolution du taux d'absorption d'eau des différents composites PVC/Farine de bois de dimension 50 μ m en fonction de temps d'immersion (Page 61).*

Fig.21: *Evolution du taux d'absorption d'eau des différents composites PVC/Farine de bois de dimension 100 μ m en fonction de temps d'immersion (Page 62).*

Fig.22: *Evolution du taux d'absorption d'eau des différents composites PVC/Farine de bois de dimension 160 μ m en fonction de temps d'immersion (Page 62).*

Fig.23: *Evolution du taux d'absorption d'eau des différents composites PVC/Farine de bois de dimension 200 μ m en fonction de temps d'immersion (Page 63).*

Fig. 24: *Evolution du taux d'absorption d'eau des composites F10 à différentes tailles des particules de bois en fonction du temps d'immersion (Page 64).*

Fig. 25: *Evolution du taux d'absorption d'eau des composites F20 à différentes tailles des particules de bois en fonction du temps d'immersion (Page 66).*

Fig. 26: *Evolution du taux d'absorption d'eau des composites F30 à différentes tailles des particules de bois en fonction du temps d'immersion (Page 65).*

Fig. 27 : *Evolution du taux d'absorption d'eau des composites F30 en fonction de la taille des particules de bois (Page 67).*

Fig. 28: *Evolution de la contrainte à la rupture des composites PVC/FB à différentes tailles des particules en fonction du taux de charge (Page 68).*

- Fig. 29:** Evolution de la contrainte à la rupture des composites PVC/FB à différents taux de charge (10, 20, 30%) en fonction de la taille des particules de bois (Page 69).
- Fig. 30:** Evolution de l'allongement à la rupture des composites PVC/FB à différentes tailles des particules en fonction de taux de charge (10, 20 et 30%) (Page 70).
- Fig. 31:** Evolution de l'allongement à la rupture des composites PVC/FB à différents taux de charge (10, 20 et 30%) en fonction de la taille des particules de bois (Page 71).
- Fig. 32:** Evolution du module d'Young des composites PVC/FB à différentes tailles des particules en fonction de taux de charge (10, 20, 30%) (Page 72).
- Fig. 33:** Evolution du module d'Young des composites PVC/FB à différents taux de charge (10, 20, 30%) en fonction de la taille des particules de bois (Page 73).
- Fig. 34 :** Variation de la dureté des composites PVC/FB à différentes tailles des particules en fonction de taux de charge (10, 20, 30%) (Page 74).
- Fig. 35:** Variation de la dureté des composites PVC/FB à différents taux de charge (10, 20 et 30%) en fonction de la dimension des particules de bois (Page 75).
- Fig. 36:** Thermogrammes TG et DTG de la matrice polychlorure de vinyle (Page 78).
- Fig. 37:** Thermogrammes ATG des composites PVC/FB pour 50 μ m de diamètres des particules de bois (Page 80).
- Fig. 38:** Thermogrammes ATG des composites PVC/FB pour 200 μ m de diamètres des particules de bois (Page 80).
- Fig. 39 :** Thermogrammes DTG des composites PVC/FB pour 50 μ m de diamètres des particules de bois (Page 81).
- Fig. 40:** Thermogrammes DTG des composites PVC/FB pour 200 μ m de diamètres des particules de bois (Page 81).

Fig. 41: *Thermogrammes ATG des composites PVC/FB à 10% de la teneur en charge pour différentes tailles de particules de bois (Page 82).*

Fig. 42: *Thermogrammes ATG des composites PVC/FB à 20% de la teneur en charge pour différentes tailles de particules de bois (Page 83).*

Fig. 43: *Thermogrammes ATG des composites PVC/FB à 30% de la teneur en charge pour différentes tailles de particules de bois (Page 83).*

Fig. 44: *Thermogrammes DTG des composites PVC/FB à 10% de la teneur en charge pour différentes tailles de particules de bois (50 μ m et 200 μ m) (Page 84).*

Fig. 45: *Thermogrammes DTG des composites PVC/FB à 20% de la teneur en charge pour différentes tailles de particules de bois (Page 84).*

Fig. 46: *Thermogrammes DTG des composites PVC/FB à 30% de la teneur en charge pour différentes tailles de particules de bois (Page 85).*

Fig. 47: *Micrographie en MEB de la surface fracturée du PVC vierge (Page 86).*

Fig. 48: *Micrographie en MEB de la surface fracturée de composite F20/200 μ m (Page 87).*

Fig. 49: *Micrographie en MEB de la surface fracturée de composite F20/160 μ m (Page 87).*

Fig. 50: *Micrographie en MEB de la surface fracturée de composite F20/100 μ m (Page 88).*

Fig. 51: *Micrographie en MEB de la surface fracturée de composite F20/50 μ m (Page 88).*

LISTE DES TABLEAUX

- Tableau 1:** *Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales (Page 15).*
- Tableau 2:** *Composition Chimique de quelques plantes à fibres (Page 17).*
- Tableau 3:** *Propriétés thermiques de la cellulose (Page 20).*
- Tableau 4:** *Propriétés des composites de polyéthylène chargé de fibres de bois (Page 25).*
- Tableau 5:** *Propriétés des composites de polypropylène chargé de fibres de bois (Page 26).*
- Tableau 6:** *Propriétés mécaniques des CBP selon le polymère (Page 27).*
- Tableau 7 :** *Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales comme renforts de matériaux composites (Page 30).*
- Tableau 8 :** *Caractéristiques de la résine PVC (Page 46).*
- Tableau 9 :** *Propriétés physiques du DOP utilisé (Page 47).*
- Tableau 10 :** *caractéristiques de stabilisant thermique Ca/Zn (Page 47).*
- Tableau 11 :** *Les compositions massiques des différentes formulations PVC/FB (Page 50).*
- Tableau 12 :** *Caractéristiques physico-chimiques de la farine de bois (Page 58).*
- Tableau 13:** *Comparaison du comportement thermique des différents composites (Page 76).*

SOMMAIRE

INTRODUCTION	1
CHAPITRE I	
MATERIAUX COMPOSITES	
I.1 GÉNÉRALITÉS	4
I.2 DEFINITION ET INTERET DES COMPOSITE	7
I.2.1 Les matrice polymères	8
I.2.1.1 Le polychlorure de vinyle	9
I.2.1.2 Procédés d'obtention du PVC	10
<i>I.2.1.2.1 Polymérisation en masse</i>	10
<i>I.2.1.2.2 Polymérisation en émulsion</i>	10
<i>I.2.1.2.3 Polymérisation en suspension</i>	10
<i>I.2.1.2.4 Polymérisation en solution</i>	10
I.2.1.3 Principaux additifs utilisés dans la transformation du PVC	11
<i>I.2.1.3.1 Stabilisants</i>	11
<i>I.2.1.3.2 Plastifiants</i>	11
<i>I.2.1.3.3 Pigments</i>	12
<i>I.2.1.3.4 Lubrifiants</i>	12
<i>I.2.1.3.5 Ignifugeants</i>	12
<i>I.2.1.3.6 Autres additifs</i>	12
I.2.2 Les renforts	13
<i>I.2.2.1 Définition de la fibre végétale</i>	13
<i>I.2.2.2 Classification des fibres végétales</i>	13
<i>I.2.2.3 Morphologie de la fibre végétale</i>	14
<i>I.2.2.4 Structure de la fibre végétale</i>	15
<i>I.2.2.5 Composition chimique des fibres végétales</i>	16
<i>I.2.2.5.1 La cellulose</i>	18

I.2.2.5.2 <i>Les hémicelluloses</i>	21
I.2.2.5.3 <i>Les lignines</i>	22
I.2.2.6 <i>Enjeu de l'utilisation des fibres végétales</i>	23
I.3 INFLUENCE DES CARACTERISTIQUES DES CONSTITUANTS	
SUR LES PROPRIETES DU COMPOSITE	24
I.3.1 Influence de la nature et la quantité des constituants	24
I.3.2 Influence de la morphologie des fibres	27
I.3.3 Influence de l'orientation et la dispersion du renfort	28
I.3.4 Influence de l'humidité et de la température	28
I.3.5 Avantages et inconvénient des fibres végétales	30
I.3.6 Le bois	31
I.4 INTERFACE D'UN MATERIAU COMPOSITE : NOTION D'ADHESION	31
I.4.1 Interface bois/ polymères thermoplastiques	33
I.4.2 Modification de l'interface bois/thermoplastiques	33
I.4.2.1 Les méthodes de modification de la surface	34
I.4.2.1.1 <i>Les agents dispersifs</i>	34
I.4.2.1.2 <i>Les traitements par décharge électrique</i>	34
I.4.2.1.3 <i>La mercerisation</i>	34
I.4.2.1.4 <i>L'rradiation par Ultra-violet</i>	35
I.4.2.2 Les méthodes chimiques de modification de la surface	35
I.4.2.2.1 <i>Les couplages chimiques</i>	35
I.4.2.2.2 <i>Les agents de couplage organiques</i>	36
I.4.2.2.3 <i>Les agents de couplage inorganiques</i>	37
I.4.2.2.4 <i>Les agents de couplage organiques-inorganiques</i>	37

CHAPITRE II

RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES

Rappels bibliographiques	38
---------------------------------------	----

CHAPITRE III

PROTOCOLES EXPERIMENTAUX ET TECHNIQUES D'ANALYSE

III.1 MATERIAUX UTILISES.....	46
III.1.1 Polychlorure de vinyle (PVC).....	46
III.1.2 Additifs.....	46
<i>III.1.2.1 Plastifiant.....</i>	<i>46</i>
<i>III.1.2.2 Stabilisant thermique.....</i>	<i>47</i>
III.1.3 Farine de bois.....	47
III.2 TECHNIQUES EXPERIMENTALES.....	48
III.2.1 Préparation des composites PVC/FB.....	48
<i>III.2.1.1 Le Dry blend.....</i>	<i>48</i>
<i>III.2.1.2 Le calandrage.....</i>	<i>48</i>
<i>III.2.1.3 Moulage par compression.....</i>	<i>49</i>
III.3 TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION.....	50
III.3.1 Analyses physico chimiques de la farine de bois.....	50
<i>III.3.1.1 Taux d'humidité (Th).....</i>	<i>50</i>
<i>III.3.1.2 Taux de matière minérale (TMM).....</i>	<i>50</i>
<i>III.3.1.3 Taux de matière cellulosique (TMC).....</i>	<i>51</i>
<i>III.3.1.4 Densité.....</i>	<i>51</i>
III.3.2 Caractérisation des composites.....	52
<i>III.3.2.1 Microscopie électronique à balayage (MEB).....</i>	<i>52</i>
<i>III.3.2.2 Analyse thermogravimétrique (ATG).....</i>	<i>52</i>
<i>III.3.2.3 Essais de traction.....</i>	<i>53</i>
<i>III.3.2.4 Taux d'absorption d'eau (TH).....</i>	<i>55</i>
<i>III.3.2.5 Test de dureté.....</i>	<i>56</i>
<i>III.3.2.6 Essai de densité.....</i>	<i>56</i>

CHAPITRE IV
RESULTATS ET DISCUSSION

IV.1 CARACTERISATION DE LA FARINE DE BOIS.....	58
<i>IV.1.1 Caractérisation physico-chimique de la farine de bois.....</i>	<i>58</i>
IV.2 CARACTERISATION DES COMPOSITES.....	58
IV.2.1 Caractérisation physique.....	59
<i>IV.2.1.1 Test de densité.....</i>	<i>59</i>
<i>IV.2.1.2 Test d'absorption d'eau.....</i>	<i>61</i>
IV.2.2 Caractérisation mécanique.....	67
IV.2.2.1 Essai de traction.....	68
<i>IV.2.2.1.1 Contrainte à la rupture.....</i>	<i>68</i>
<i>IV.2.2.1.2 Allongement à la rupture.....</i>	<i>70</i>
<i>IV.2.2.1.3 Module d'Young.....</i>	<i>72</i>
IV.2.2.2 Test de Dureté Shore D.....	74
IV.2.3 Caractérisation thermique TG-DTG.....	75
<i>IV.2.3.1 Comportement thermique de la matrice polychlorure de vinyle.....</i>	<i>77</i>
<i>IV.2.3.2 Comportement thermique des composites PVC/FB.....</i>	<i>78</i>
IV.2.4 Caractérisation de l'état de dispersion de la farine de bois dans la matrice polychlorure de vinyle à différentes tailles de particules de bois.....	85
<i>IV.2.4.1 Analyse de la Morphologie par Microscopie Electronique à Balayage (MEB).....</i>	<i>86</i>
CONCLUSION GENERALE.....	90
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	92
ANNEXE.....	103

INTRODUCTION GENERALE

Les polymères sont de plus en plus présents dans la vie quotidienne. De tout temps l'homme a cherché à les exploiter pour se nourrir, pour produire de l'énergie, pour construire, améliorer et agrémenter son habitat, pour se protéger et se vêtir, pour se déplacer et transporter, mais aussi pour décorer. Cependant, on les utilise rarement seuls, mais combinés à d'autres matériaux, permettant ainsi d'associer les propriétés de chacun. L'utilisation de matériaux composites, préférentiellement aux matériaux traditionnels (polymères, céramiques, métaux, et alliages métalliques) se justifie par de meilleures propriétés spécifiques [1].

Pour faire valoir ces atouts et atteindre ses objectifs, l'industrie des matériaux composites doit mieux intégrer dans sa stratégie de croissance la composante environnementale du développement durable. Les évolutions réglementaires en termes de recyclage, d'hygiène et de sécurité constituent également des enjeux forts que cette industrie doit relever pour maintenir sa croissance. C'est la raison pour laquelle plusieurs équipes de recherche ont orienté leurs efforts sur la substitution des fibres synthétiques telles que le carbone, le kevlar et le verre par une fibre naturelle et biodégradable [2].

Ces dernières années, les composites bois/thermoplastique ont suscité une attention considérable des industries du bois et du plastique à cause des nombreux avantages qu'ils présentent. Ces composites peuvent être fabriqués par différents procédés déjà utilisés dans l'industrie du plastique, ce qui présente un avantage au niveau de la formabilité, de la production et des coûts de fabrication [2]. La charge cellulosique comme le bois, présente des caractéristiques intéressantes : elles sont peut-être coûteuses, renouvelables, biodégradables, non abrasives et ont des propriétés spécifiques élevées.

L'incorporation de matériaux cellulosiques (farine de bois) dans la matrice polychlorure de vinyle affecte un grand nombre de propriétés. Cependant, il s'est avéré que la qualité de l'adhésion seule, ne prédomine pas les propriétés des composites mais d'autres facteurs rentrent également en jeu. Ces derniers sont aussi bien affectés par la fraction, la nature ou la taille de la charge incorporée [3].

Il est logique de s'attendre à ce que les propriétés des matériaux à base de polymère chargés avec les fibres de bois soient influencées par la morphologie des fibres [4]. Il y a cependant peu d'informations disponibles en ce qui concerne le rôle de la taille des fibres dans les produits composites bois polymère (CBP). C'est dans ce contexte que rentre ce présent travail qui consiste à étudier l'effet de la dimension des particules de la farine de bois ainsi que le taux de charge cellulósique sur les propriétés thermiques et mécaniques des composites PVC/farine de bois.

A ce titre, les étapes principales de ce travail et par ordre chronologique consistent à :

- Préparer la farine de bois (Tamisage, séchage, ...etc)
- Caractérisation physico-chimique de la farine de bois
- Préparations des composites
- Caractérisation des composites
 - 1) Caractérisation mécanique par (traction, dureté)
 - 2) Caractérisation thermique (ATG, DTG)
 - 3) Caractérisation morphologique (MEB)

Le premier chapitre est consacré à un état de l'art dans le domaine des composites, avec présentation générale de l'évolution des matières plastiques ainsi des généralités sur les matériaux composites à fibres végétales.

Le deuxième chapitre résume quelques rappels bibliographiques sur les travaux relatifs aux composites polymère/charge cellulósique.

Le troisième chapitre constitue la partie expérimentale qui présente les matériaux utilisés, la préparation des formulations PVC/FB et les différentes techniques utilisées pour caractériser les composites.

Le dernier chapitre traitera l'ensemble des résultats obtenus et leurs discussions.

Enfin, une conclusion générale permet de résumer les résultats des travaux présentés et d'ouvrir de nouvelles perspectives de développement.

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I

MATERIAUX COMPOSITES

Ce premier chapitre est consacré à une présentation générale de l'évolution des matières plastiques et aux généralités sur les matériaux composites à fibres végétales.

I.1 GENERALITES

Les matières plastiques ont connu ces dernières années un développement conséquent touchant à tous les secteurs d'activités industrielles. Parmi ces matériaux, les thermoplastiques sont les plus largement utilisés en particulier les polyoléfines, comme le polyéthylène et le polychlorure de vinyle. Ils présentent plus de 50 % de la production mondiale du plastique comme le montre la figure 1[5]. Les bonnes propriétés d'usage de ces thermoplastiques (légèreté, bonnes propriétés électriques, chimiques, barrières...) alliées à un faible coût et une facilité de transformation en font qu'ils sont des matériaux de choix pour diverses industries: construction, automobile, biomédical, emballage mais également dans quelques applications de pointe comme l'électronique [6-8]. Toutefois, ceci n'exclut pas leur limitation d'usage pour des applications nécessitant de grandes performances en particulier mécaniques. Afin de remédier à ces insuffisances, une nouvelle classe de matériaux appelée composite voit le jour, et apporte à la fois un compromis unissant performance et coût.

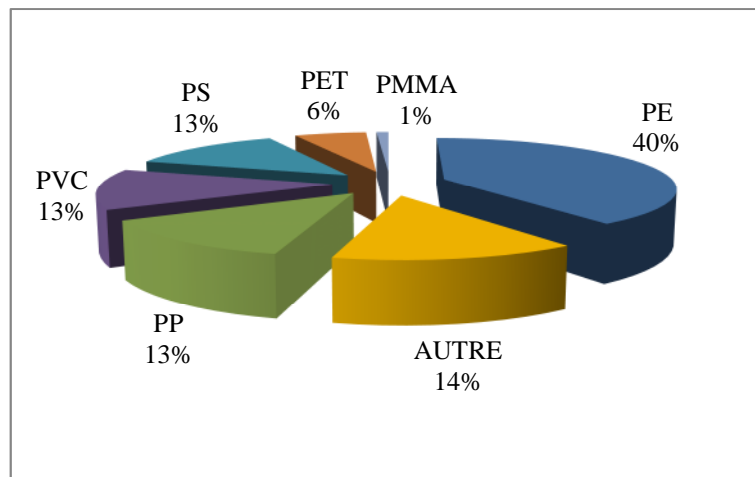


Fig. 1: Production mondiale des plastiques en 2005 [5].

Bien que ces composites soient fréquemment présentés comme des matériaux innovants, leurs apparitions remontent à très loin. Une variété de renforts et de charges (fibres de verre, de carbone, d'aramide, talcs, silice,...etc.) sont rajoutés aux plastiques (thermoplastiques ou thermodurcissables) afin d'allier les qualités de l'un à l'autre et obtenir un matériau composite aux propriétés améliorées (thermiques, mécaniques, barrières,etc.) [9, 10]. Mais ce n'est que vers les années 70 que des charges naturelles d'origine végétale sont incorporées dans les composites et une nouvelle appellation: bio-composites ou composites bois-polymère est donnée pour cette classe. On rapporte que 87% de ces composites utilisent de la fibre de bois ou de la farine et les 13% restant des fibres naturelles telles que: le kenaf, le sisal, le jute...etc. Ce nouveau concept développé, donne un aspect moderne aux composites autre que le coté technique relatif à l'environnement. Il encourage l'utilisation de la matière végétale en remplacement aux charges et aux renforts inorganiques classiques présentant quelques inconvénients. Citons à titre d'exemple, sur l'échelle technique, l'abrasion du matériel au cours de la transformation du composite ce qui limite davantage la possibilité de recyclage. Economiquement parlant, ces charges présentent un coût relativement excessif.

L'industrie du bois-polymère est en émergence à l'échelle internationale. Toutefois, c'est en Amérique du nord qu'elle est la plus développée. En 2002, ce marché a atteint 680 mille tonnes ce qui représentait 775 millions de dollars [11]. Cette valeur est passée au bout d'une année à 771 mille tonnes avec une croissance annuelle de près de 14% [12]. Une estimation du marché de ce composite bois-polymère rapporte qu'en 2009 une valeur de 900 mille tonnes sera enregistrée. Ces dix dernières années, en Europe également ce marché commence à évoluer avec une croissance annuelle estimée à 19% [11]. En 2009, ce marché a atteint 220 mille tonnes avec 50 % provenant d'Allemagne. A l'échelle mondiale, on a estimé ce marché cette année à près de 1,5 millions de tonnes [13].

Les bois-polymères se répartissent essentiellement sur quatre secteurs comme le montre la figure 2. La construction prend le dessus avec plus de 2/3 du marché (éléments de bardage, planches, portes et fenêtres, plinthes, rampes, clôtures, patios...etc). Le reste se partage entre les produits industriels et de consommations (mobilier de jardin, meubles, armoires, planchers, stores, palettes, produits de transbordement, revêtement des sols...etc.) et l'industrie automobile (panneaux de portes, composants de coffres arrière, des vide-poches, des couvercles de pneus de rechange,...etc). Mais on trouve également quelques applications dans les équipements et infrastructures municipales ainsi que marines (bancs, tables de pique-nique, bordures de jardin, ponts et pièces de bateaux...etc.).

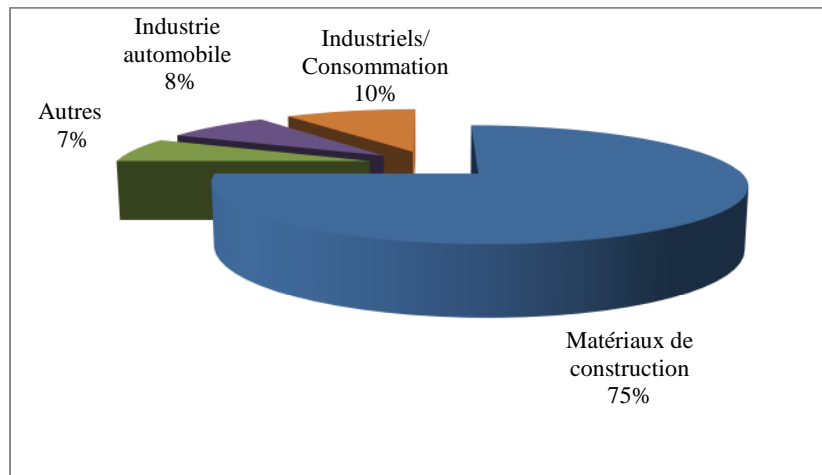


Fig.2: *Marché de composite bois-plastique [13].*

I.2 DEFINITION ET INTERET DES COMPOSITES

D'une manière générale, les propriétés d'un polymère seul sont insuffisantes pour conférer à l'objet que l'on veut fabriquer, toutes les propriétés souhaitées en terme de rigidité, résistance mécanique, légèreté ou autre propriété physico-chimique, électrique, optique... C'est pourquoi on s'oriente de plus en plus vers les matériaux composites. Un matériau composite peut être défini comme l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux, l'assemblage final ayant des propriétés supérieures aux propriétés de chacun des matériaux constitutifs. On appelle maintenant de façon courante matériaux composites des arrangements de renforts (appelés aussi charges) qui sont noyés dans une matrice [14].

Suivant les caractéristiques de la matrice et des renforts, on distingue généralement deux grandes familles : les composites de grande diffusion (GD), peu onéreux, qui occupent une large part du marché et les composites à hautes performances (HP). Ces derniers, généralement renforcés de fibres continues de carbone ou d'aramide, sont réservés à des secteurs de forte valeur ajoutée : aéronautique, médical, sport et loisirs [15].

Les matériaux composites disposent d'atout par rapport à des produits concurrents. Ils apportent de nombreux avantages fonctionnels : légèreté, résistance mécanique et chimique, liberté de formes. Ils permettent d'augmenter la durée de vie de certains équipements grâce à leurs propriétés mécaniques (rigidité, résistance à la fatigue), mais aussi grâce à leurs propriétés (résistances à la corrosion). Ils renforcent également la sécurité grâce à une meilleure tenue aux chocs et aux feux. Ils offrent une meilleure isolation thermique et pour certains d'entre eux, une bonne isolation électrique [16,17].

I.2.1 Les matrices polymères

Le rôle de la matrice polymère est de recevoir les renforts, répartir les contraintes, apporter la tenue de la structure et donner la forme désirée au composite.

On peut utiliser des polymères thermoplastiques ou des polymères thermodurcissables.

Les thermoplastiques se présentent sous forme de chaînes linéaires, il faut les chauffer pour les mettre en forme et les refroidir pour les fixer. Cette opération est réversible. Les matrices thermoplastiques ont de faibles propriétés mécaniques ; un renforcement par l'incorporation de charge leur confère une tenue thermique et mécanique améliorée et une bonne stabilité dimensionnelle. Les matrices les plus courantes sont le poly (chlorure de vinyle) qui est utilisé dans la fabrication des tuyauteries, le polyéthylène dont on se sert pour fabriquer les jouets, les bouteilles de shampoing ou les sacs de supermarchés, le polypropylène pour les boîtes alimentaires ou les revêtements de sols, le polystyrène qui intervient dans la composition des contenants alimentaires, de la vaisselle jetable, des jouets ou des vitres.

Les thermodurcissables durcissent de façon définitive lors de leur synthèse. La transformation est donc irréversible. On trouve les résines polyester qui, associées à des fibres de verre ont une bonne tenue à la température et aux agents chimiques, les résines époxy qui possèdent d'excellentes propriétés mécaniques, thermiques et chimiques, et les résines phénoliques qui résistent bien au feu [14].

I.2.1.1 Le Polychlorure de vinyle

Dans ce présent travail nous nous sommes intéressés au polychlorure de vinyle, du fait que c'est un polymère très utilisé, il vient juste après le polyéthylène. C'est un matériau particulièrement apprécié dans l'emballage alimentaire ainsi que dans le milieu médical. Il est également utilisé dans de nombreuses autres applications industrielles telles que la fabrication de gaines de câbles, de tubes, etc. Ce matériau présente de multiples qualités, néanmoins il est aussi décrié pour deux raisons majeures: sa plastification et surtout son incinération. La plastification consiste à ajouter au PVC des plastifiants qui ont une mauvaise réputation d'un point de vue environnemental, mais qui permettent d'améliorer les caractéristiques mécaniques et notamment la souplesse du PVC [18].

Le Polychlorure de vinyle ou chlorure de polyvinyle est un polymère thermoplastique, connu généralement sous le sigle PVC (de l'anglais polyvinyl chloride), il est obtenu par polymérisation des monomères de chlorure de vinyle ($\text{CH}_2 = \text{CHCl}$) (figure 3). Historiquement, le monomère de chlorure de vinyle est produit par réaction entre l'éthylène et du chlore gazeux, mais de nos jours on peut faire réagir de l'acétylène avec de l'acide chlorhydrique en présence d'oxygène. Le produit intermédiaire de cette réaction, qui est le dichlorométhane, se transforme en chlorure de vinyle sous l'effet de la chaleur.

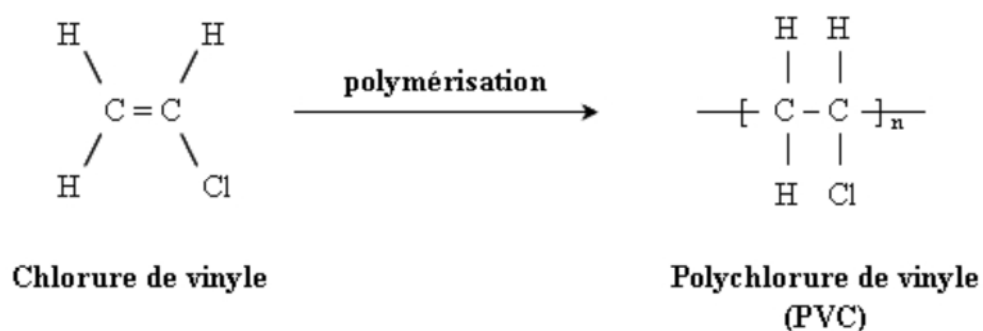


Fig.3: Réaction de synthèse du PVC (polymérisation du chlorure de vinyle).

I.2.1.2 Procédés d'obtention du PVC

Il existe plusieurs procédés de fabrication du PVC et on peut citer :

I.2.1.2.1 Polymérisation en masse

La polymérisation se fait en présence d'un catalyseur (peroxydes en général). Les produits obtenus sont d'une excellente pureté, d'une bonne transparence et font preuve d'une faible absorption d'eau [19, 20].

I.2.1.2.2 Polymérisation en émulsion

Dans ce mode de polymérisation, le polychlorure de vinyle monomère liquide est émulsifié dans l'eau sous pression. La polymérisation est activée par des amorceurs solubles dans l'eau. Après séchage, on obtient des grains de PVC de 15 à 20µm de diamètre. Les chaînes du PVC obtenues ont un poids moléculaire bas, et la présence de ces émulsifiants augmente l'absorption d'eau [19, 20].

I.2.1.2.3 Polymérisation en suspension

Le chlorure de vinyle monomère est dispersé dans l'eau par agitation. On obtient alors de petites gouttelettes. La suspension est maintenue par un agent de tensioactif (Gélatine, la cellulose). Le PVC polymérisé obtenu possède de bonnes propriétés mécaniques et électriques et son absorption en eau est très faible [19, 20].

I.2.1.2.4 Polymérisation en solution

Elle est abandonnée, elle consiste à ajouter au monomère une certaine quantité de solvant dans lequel le polymère est insoluble, la séparation se fait par une simple filtration [19, 20].

I.2.1.3 Principaux additifs utilisés dans la transformation du PVC

Quelque soit la méthode de polymérisation, le PVC se présente sous forme d'une poudre blanche qui doit subir une gélification pour être utilisable. On profite de cette gélification pour ajouter au PVC des stabilisants, des lubrifiants et des plastifiants.

I.2.1.3.1 Stabilisants

Exposés à des températures élevées, à des produits oxydants ou aux rayons UV, les matrices plastiques risquent de s'abîmer et de se dégrader. Les stabilisants font en sorte que les matières plastiques restent stables mêmes dans ces conditions. Le choix du stabilisant dépend de l'application ainsi que des exigences techniques auxquelles le produit doit répondre, de la législation et du prix de revient. Il existe en principe deux sortes de stabilisants, à savoir les stabilisants primaires et les co-stabilisants.

Les stabilisants primaires les plus fréquents sont des dérivés du plomb, du calcium, de l'étain ou de zinc. Autrefois, on utilisait également le cadmium mais celui-ci a été remplacé en raison de sa toxicité. A l'heure actuelle, on utilise également des stabilisants organiques dans certaines applications.

Les co- stabilisants sont utilisés pour augmenter encore davantage la stabilité du PVC. Les stabilisants sont immobilisés dans le PVC et ne se dégradent pas sous l'effet des facteurs climatiques (chaleur, UV, pluies,...) [21].

I.2.1.3.2 Plastifiants

Le PVC est par nature un matériau rigide. L'ajout de plastifiants permet de le rendre flexible. On obtient ainsi du PVC souple dont le champ d'application est très large : emballages, câbles, tuyaux d'arrosage, jouets,...

Les plastifiants les plus utilisés dans le PVC : sont des esters organiques à haut point d'ébullition comme les phtalates, les adipates et les organophosphates. Ceux qui sont de loin les plus utilisés sont : le DINP (Diisononyphthalate), le DIDP (Diisodecylphthalate) et le DEHP (Diéthylhexylphthalate), mieux connu sous le nom de DOP (Dioctylphthalate) [21].

1.2.1.3.3 Pigments

Grâce à l'ajout de pigments, on peut obtenir des matières plastiques dans pratiquement tous les coloris. Beaucoup de pigments traditionnels pour matière plastiques contiennent du chrome et du plomb mais on utilise également des colorants organiques.

Certains pigments sont toxiques (surtout ceux contenant des métaux lourds) et leur utilisation est dès lors réglementée dans la législation nationale et internationale. Ils ne se dégagent pas du PVC en cas d'utilisation normale ou sous l'action des conditions atmosphériques [21].

1.2.1.3.4 Lubrifiants

Les lubrifiants facilitent la transformation du PVC et contribuent à ce que ce dernier n'adhère pas aux surfaces de contact métalliques des machines. Il s'agit de cires organiques, d'alcools gras, d'esters ou de sels métalliques. Ils ne présentent aucun risque pour la santé et n'interviennent qu'à très faibles concentrations dans le PVC [21].

1.2.1.3.5 Ignifugeants

Le PVC rigide est ignifuge par nature. Des ignifugeants sont souvent ajoutés au PVC souple étant donné que l'ajout de plastifiants augmente son inflammabilité.

Bien que la résistance au feu du PVC soit en général plus élevée que celle d'autres matières plastiques, l'ajout de certains ignifugeants comme les oxydes de métal peuvent encore augmenter cette résistance.

L'ajout de ces oxydes de métal est source de préoccupation étant donné que cela augmente le dégagement de gaz toxiques en cas d'incendie. D'un autre côté, cela augmente la résistance au feu et permet aux usagers d'avoir plus de temps pour s'échapper [21].

1.2.1.3.6 Autres additifs

En fonction du champ d'application, d'autres additifs peuvent encore être ajoutés en faible quantité comme :

- **Des agents porogènes**, pour la fabrication de couches de mousse en PVC ;
- **Des fongicides**, pour protéger surtout le PVC souple contre les agressions de micro-organismes ;
- **Des antistatiques**, pour réduire l'électricité statique.

Ainsi, un mélange adéquat permet d'obtenir le produit fini souhaité [21].

I.2.2 Les renforts

Le renfort d'un matériau composite est supposé améliorer les propriétés structurelles ou mécaniques. Toutefois, bien qu'ils soient définis comme des renforts, les matériaux lignocellulosiques ne sont en réalité, souvent, que des **charges** bon marché ayant pour but l'allègement de la masse et du coût des composites bois-polymère (CBP). Les nombreuses formes que peut prendre le renfort permettent, parallèlement au rôle de charge, de les utiliser de manière efficace dans une recherche de performance [22].

I.2.2.1 Définition de la fibre végétale

Les fibres lignocellulosiques sont des structures biologiques fibrillaires d'origine végétale majoritairement composées de cellulose, d'hémicellulose et de lignine, et en proportions relativement faibles d'extractibles non azotés, de matière protéique brute, de lipide et de matière minérale. Les proportions de ces différents constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge, environnement de croissance et des organes de la plante [23].

I.2.2.2 Classification des fibres végétales

La classification des fibres végétales n'est pas aisée car il existe plusieurs critères de différenciation des fibres.

Suivant l'organe de la plante dont elles sont issues, les fibres végétales peuvent être classées en fibres de tiges (kénaf, jute, lin, ramie, etc.), de feuilles (sisal, abaca, paille de graminées, etc.), de fruits (noix de coco) et de graines (coton, kapok, etc.).

Suivant leur teneur en holocellulose (cellulose et hémicelluloses) et en lignine, on peut distinguer les fibres ligneuses (dures et rigides provenant de matériels ligneux tels que bois d'œuvre, résidus d'industrie du bois, etc.), les plus utilisées pour la fabrication des panneaux de particules, et les fibres non ligneuses (douces, souples, issues de végétaux non ligneux souvent annuels relativement moins riches en lignine tels que kénaf, chanvre, sisal, jute, lin, etc.).

De par leur longueur, les fibres végétales peuvent être sériées en deux catégories: les fibres longues et les fibres courtes. Les fibres longues, dites libériennes, provenant de tiges et d'écorces de tiges de plantes annuelles sont douces. Par contre, les fibres longues lignocellulosiques issues de feuilles, de tronc d'arbres, d'enveloppe de fruits, etc, sont plus dures et rigides du fait de leur richesse en lignines. Les fibres courtes ou étoupes sont des fibres lignocellulosiques qui sont associées aux fibres longues.

Un cas particulier est celui des fibres longues des poils de la graine de coton qui sont monocellulaires et totalement cellulosiques [23].

I.2.2.3 Morphologie de la fibre végétale

Sur le plan morphologique, la fibre végétale présente une variabilité très importante en fonction de leur origine. En effet, les dimensions des fibres végétales dépendent de l'espèce et au sein de la même espèce, de l'organe de provenance, de l'état de maturité et aussi des conditions environnementales de croissance de la plante [24].

Tableau 1: Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales.

Nature des fibres	Longueur (mm)	Diamètre (μm)	Rapport L/D
Lin	4-77	5-76	1687
Chanvre	5-55	10-51	960
Ramie	40-250	16-126	3500
Kénafe (filasse)	1,4-5	14-23	124
Kénafe (bois)	0,4-1,1	18-37	20
Jute	-	25-200	110
Sisal	0,8-8	7-47	100
Noix de coco	0,3-1	12-24	35
Pin	2,7-4,6	32-43	97
Sapin	2,7-4,6	32-43	97
Tremble	0,7-1,6	20-30	48

La fibre végétale se caractérise aussi par la variabilité de l'épaisseur de sa paroi cellulaire qui découle de celle de la porosité des fibrilles.

La porosité des fibrilles (rapport du diamètre du lumen par le diamètre total de la fibre) déterminant du caractère hydrophile de la fibre végétale peut diverger dans de larges proportions. Par exemple le lin a une porosité de $6,8 \% \pm 3,5 \%$, et la fibre de palmier, une porosité de 10 % alors que celle du coton peut être supérieure à 90 % [24].

I.2.2.4 Structure de la fibre végétale

La variabilité de structure des fibres végétales est aussi très grande: constituée quasi exclusivement de fibrille de cellulose dans le cas du poil unicellulaire de la graine de coton, elle est le plus souvent un assemblage de fibrilles constituées de plusieurs couches de cellules longues reliées entre elles par des hémicelluloses et de la lignine (figure 4). La fibre végétale est donc en elle-même un composite dont le renfort est constitué par les couches de microfibrilles cellulosiques en partie cristalline, enrobé d'une matrice

polysaccharidique amorphe (lignine) qui est associée par liaisons hydrogène et covalentes à la lignine [25].

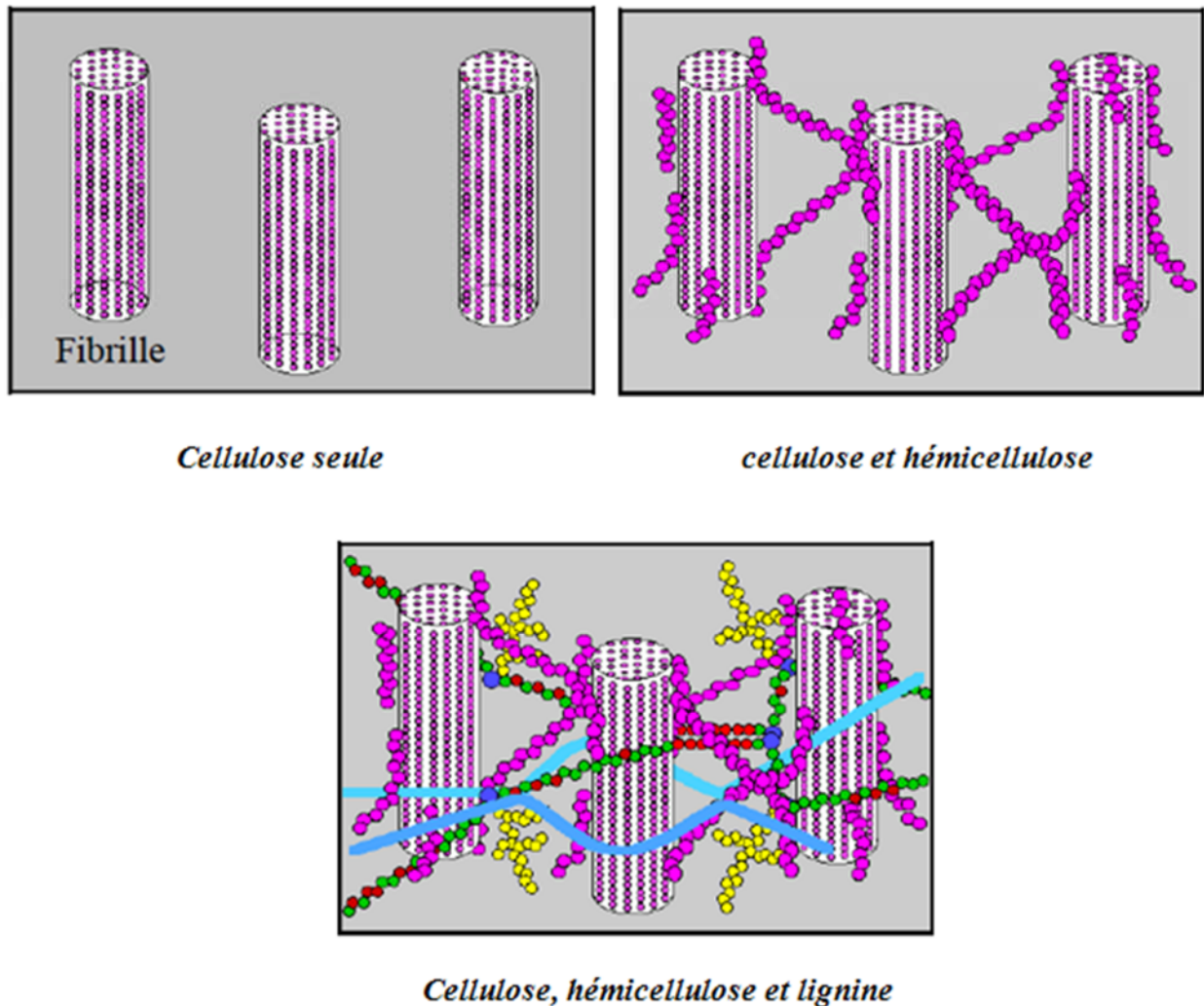


Fig. 4: Représentation schématique de l'agencement des différents composants des fibres végétales à l'échelle micrométrique [26].

I.2.2.5 Composition chimique des fibres végétales

De nombreuses études ont confirmé l'irrégularité de la composition chimique des fibres végétales variables d'une espèce à l'autre, pour un même type de fibre (longue ou courte).

Dans la même espèce, la composition chimique dépend du degré de maturité de la plante, de la géomorphologie de cette dernière, de l'organe de provenance de la fibre.

Suivant l'espèce, la teneur de la fibre en cellulose peut varier de 35 % à plus de 90 % pour la fibre technique de coton. De même, pour une espèce, cette teneur peut connaître des variations de l'ordre de 50 % [24].

A l'instar de la teneur en cellulose, le taux de lignine dans la fibre végétale montre une variabilité aussi bien interspécifique qu'intraspécifique (tableau 2). La teneur en lignine de la fibre végétale varie également par rapport à la géomorphologie de la plante [27].

Les fibres végétales se caractérisent par des proportions cellulose-hémicellulose-lignine très variables d'une espèce à l'autre. Dans la même espèce, ces proportions dépendent de l'organe de provenance des fibres, de l'état de maturité et de l'environnement de croissance des plantes.

Tableau 2 : *Composition Chimique de quelques plantes à fibres.*

Types de fibre	Cellulose	Hémicellulose	Lignine	Cendre
Chanvre	57-77	14-17	9-13	2,5
Kénaf (Ecorce)	44-60,8	20,3-23	10-19	2-5
Kénaf (bois)	37-47	18-24	15-21	2-4
Jute (Ecorce)	45-63	18-21	21-26	0,5-2
Jute (bois)	41-48	18-22	21-24	0,8
Sisal	47-62	21-24	7-4	0,6-1
Résineux	48,0	15,0	25,3	0,2
Feuillus	52,8	21,8	22,3	0,4

I.2.2.5.1 La cellulose

La cellulose est le polymère d'origine naturelle le plus abondant sur terre. Cette macromolécule est produite essentiellement par le processus biochimique de photosynthèse. Les molécules de cellulose sont présentes dans toutes les espèces végétales sous la forme de fibrilles avec des proportions très variables. Le bois (résineux ou feuillus) contient entre 40 et 50 % en masse sèche de cellulose alors que les fibres de coton entre 85 et 95 %. Les fibrilles cellulosiques assurent le soutien et la protection des parois cellulaires des végétaux [28].

1. Structure de la cellulose

➤ *Structure chimique*

Le nom cellulose indique qu'il s'agit d'un sucre « ose » issu de cellules. La cellulose a été isolée pour la première fois en 1838 par le français Anselme Payen qui lui donna également son nom. Ce n'est que 50 ans plus tard, grâce aux travaux de Weillstater et Zechmeister que sa formule chimique fut établie (figure 5). La composition élémentaire massique des macromolécules de cellulose est de 49,4 % en oxygène, 44,4 % en carbone et de 6,2 % en hydrogène.

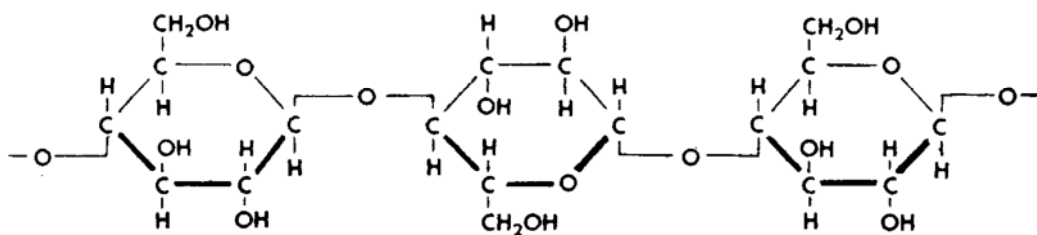


Fig. 5: *Structure chimique de la cellulose.*

La masse molaire de la chaîne de cellulose varie beaucoup (entre $1,5 \cdot 10^4$ et $2,5 \cdot 10^6$ g.mol⁻¹) en fonction de l'origine du végétal et du traitement d'extraction utilisé. Elle est caractérisée par le degré de polymérisation, noté DP. Celui-ci exprime le nombre de

monomère présent dans la chaîne de cellulose. La masse molaire du motif élémentaire de la cellulose (anhydroglucose) est de $162,1 \text{ g.mol}^{-1}$. La cellulose issue de sources végétales est constituée d'un mélange de macromolécules avec différentes longueurs de chaîne (polymoléculaire) [28].

➤ *Structure supramoléculaire*

L'existence de nombreuses liaisons hydrogène intra/intermoléculaires est responsable de la formation de structures dites supramoléculaires. Cette structure naturelle de la cellulose consiste en des microfibrilles (composées de 30 à 40 chaînes de cellulose), dont les agrégations forment des fibrilles puis des fibres rigides et résistantes qui apportent notamment la résistance aux végétaux (figure 6) [28].

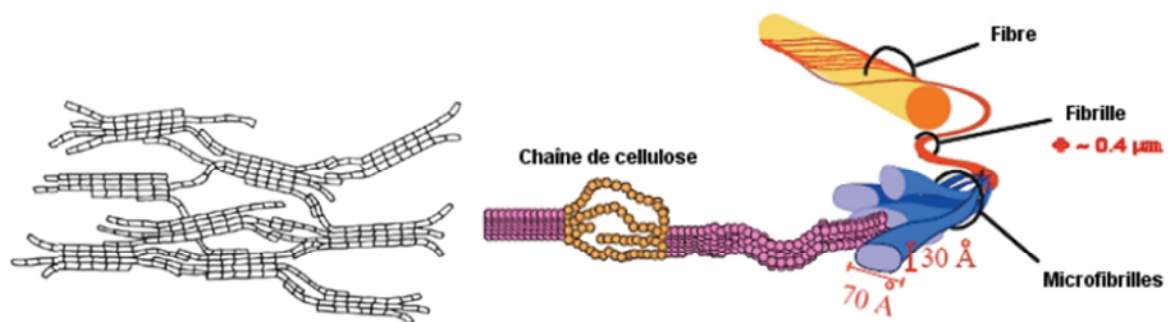


Fig. 6: *Structure fibrillaire des chaînes de cellulose.*

2. Différentes Propriétés de cellulose

➤ *Propriétés chimiques*

On dit qu'il y a gonflement lorsqu'une substance solide augmente de volume au contact d'un liquide, tout en conservant son homogénéité. Il en résulte une cohésion moléculaire réduite et une plus grande flexibilité de la substance solide. On observe ce phénomène uniquement lorsque les 2 corps (solide et liquide) possèdent une certaine affinité l'un pour l'autre. La cellulose, qui possède un caractère polaire dû à la présence

de nombreux groupements hydroxyles, aura de l'affinité uniquement pour les solvants ou liquides polaires. On distingue deux types de gonflement pour la cellulose. Le premier, dit intercrystallin, correspond à la pénétration de l'agent chimique dans les parties amorphes, qui sont les plus accessibles. Le second, dit intracrystallin consiste en la pénétration de l'agent dans les zones cristallines. Celles-ci résistent mieux à la pénétration des solvants ou des réactifs car elles sont plus serrées et mieux ordonnées. Ce second processus est le plus difficile, il nécessite un agent chimique avec des caractéristiques spéciales. La dissolution des chaînes cellulosiques est uniquement possible si le solvant peut former des complexes avec les groupements hydroxyles de la cellulose, scindant ainsi les liens hydrogènes intermoléculaires. Les molécules de cellulose se détachent alors les unes des autres pour s'attacher au solvant [28].

➤ *Propriétés structurales*

La densité de la cellulose est classiquement comprise entre 1,50 et 1,55 g.cm⁻³ (on atteint 1,63 g.cm⁻³ pour la forme cristalline la plus compacte). Différents types de cellulose ont fait l'objet de caractérisations structurales plus approfondies afin de déterminer à la fois leur porosité mais également les surfaces d'échange développées.

La cellulose cristalline est l'un des polymères ayant le module d'élasticité le plus élevé, soit environ 136 GPa à comparer au 75 GPa de la fibre de verre [28].

➤ *Propriétés thermiques*

Un récapitulatif de différentes propriétés thermiques de la cellulose est donné au tableau 3.

Tableau 3: *Propriétés thermiques de la cellulose [28].*

Propriété	Intervalle de valeurs
Température de début de dégradation (°C)	200-250°C
Chaleur Spécifique Cp (J. g ⁻¹ .K ⁻¹)	1,32 à 1,78 (à 293°K)
Conductivité Thermique (W. m ⁻¹ .K ⁻¹)	0,071 (coton)

La cellulose est considérée comme un polymère relativement stable thermiquement car elle conserve sa structure et ses propriétés mécaniques jusqu'à des températures de 200 °C. La cellulose ne possède pas de température de fusion (elle est non fusible). En revanche, elle est le siège de réactions de décompositions importantes pour des températures entre 250 et 350 °C [28].

I.2.2.5.2 Les hémicelluloses

A l'état natif, la cellulose est mélangée à des hémicelluloses qui sont également des polysaccharides, mais ramifiés et contenant des unités saccharidiques de structures moléculaires diverses (figure 7). Les hémicelluloses sont par définition les polysaccharides solubles dans l'eau et pouvant être extrait de la paroi des cellules végétales par des solutions alcalines. Ce sont des polysaccharides amorphes, de masses moléculaires plus faibles que celle de la cellulose. Elles sont composées de sucres neutres : xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose et d'acides uroniques.

Dans leur état naturel, elles ont un degré de polymérisation compris entre 200 et 300 et leur structure dépend de l'espèce végétale. Ces hémicelluloses ont, en effet, une structure chimique très différente selon l'origine végétale, le type cellulaire, la localisation dans la paroi ou bien encore l'âge des tissus. Parmi les hémicelluloses les plus communes dans la paroi des cellules du bois, se trouvent les familles des xylanes, des mannanes et des galactanes. Ce sont des polysaccharides dont la chaîne principale est constituée respectivement de xylose, de mannose et de galactose [29].

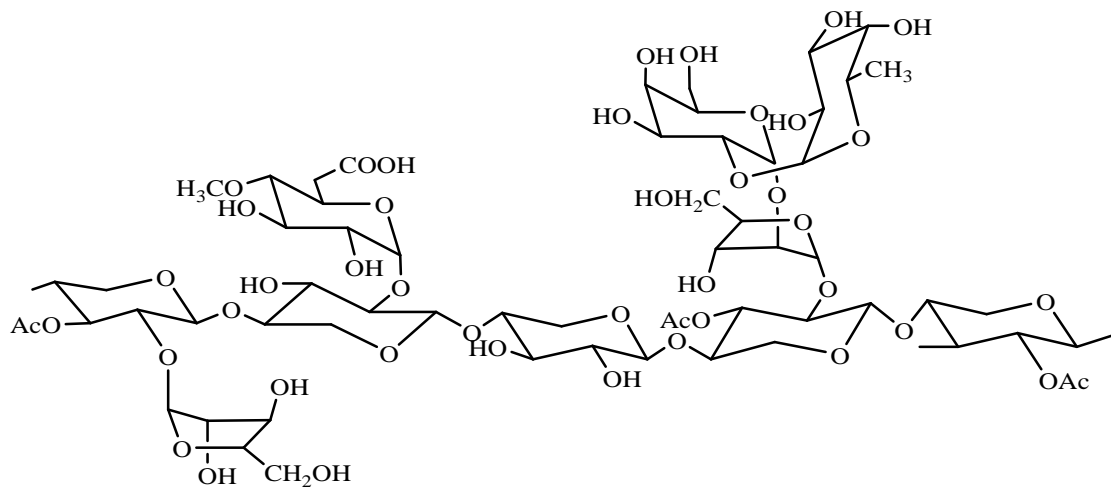


Fig.7: Structure moléculaire de l'hémicellulose.

I.2.2.5.3 Les lignines

La lignine est une macromolécule aromatique tridimensionnelle de structure amorphe (figure 8). Elle est composée par deux types de phényles propanes combinés entre eux par une variété de liens permettant de relier les cellules entre elles. Les lignines sont les deuxièmes principaux constituants des cellules avec une proportion massique de 30% dans le bois. Elles permettent d'assurer la jonction des autres éléments constituant le matériau cellulosique [30, 31].

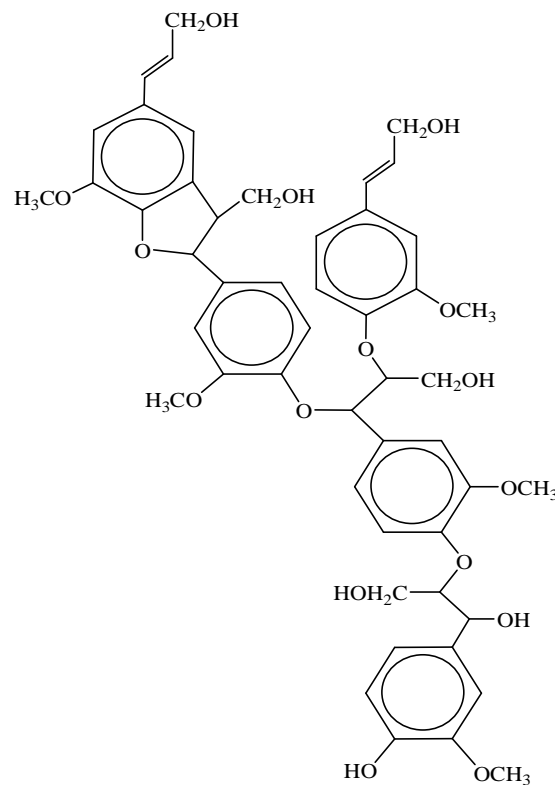


Fig. 8: Structure moléculaire de la lignine.

Ces trois constituants principaux de la paroi cellulaire contiennent beaucoup de groupements hydroxyles responsables de l'absorption d'eau et fonctionnent comme des sites réactifs avec les agents chimiques de modification (des anhydriques, des silanes, isocyanates, acide stéarique, glycidyle méthacrylate...etc.) [31-36]. Cependant, ces constituants absorbent l'humidité à différents degrés car leur contenance en groupements hydroxyles varie. Les hémicelluloses sont plus hygroscopiques que la cellulose laquelle est plus hygroscopique que la lignine. Les propriétés du bois sont généralement dépendantes de la teneur en humidité et de sa masse volumique. Ils peuvent varier d'une espèce à l'autre suivant la nature et l'âge de l'arbre [31].

I.2 2.6 Enjeux de l'utilisation des fibres végétales

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

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

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

- ✓ Leur origine et leur fonction ;
- ✓ Leur disponibilité : une fibre naturelle est considérée comme disponible si le volume de fibres présent sur le marché est suffisant pour réaliser des pièces industrielles. Sa production est liée aux débouchés.
- ✓ Leur composition et leur structure souvent complexes. Bien que les matériaux composites soient souvent présentes comme originaux et innovants, le milieu naturel en offre déjà un large panel, que ce soit dans le monde végétal ou dans le monde animal. Une multitude de matériaux naturels, les uns rigides mais légers, comme les coquilles de noix, et les autres souples mais résistants, comme le bois, doivent leurs propriétés mécaniques à leur structure composite [29].

I.3 INFLUENCE DES CARACTERISTIQUES DES CONSTITUANTS SUR LES PROPRIETES DU COMPOSITE

I.3.1 Influence de la nature et la quantité des constituants

La charge ou le renfort d'un matériau composite est une substance relativement inerte ajoutée à certains polymères en proportion variant de 5 à 60%, en vue d'améliorer ses caractéristiques, telles que la dureté, la résistance à l'abrasion, la résistance aux chocs, la résistance aux solvants ou d'en modifier les caractéristiques électriques. Dans certains cas les renforts sont ajoutés aux polymères surtout dans le but d'en réduire le coût.

L'un des facteurs les plus significatifs qui affecte les propriétés mécaniques des composites est le contenu en renfort. D'une façon générale, lorsqu'on augmente le pourcentage de renforts (fibres de bois), les propriétés mécaniques et physiques sont améliorées. Dans l'étude de J. Julson et al [37], les modules d'élasticité (MOE) et de rupture (MOR) en flexion et en traction augmentent en passant de 20% à 30% de contenu en fibres. Par exemple, les MOE en flexion passent de 753 MPa à 1037 MPa pour les composites à base de polyéthylène et de fibres de bois de 420 (μm) (Tableau 4). Ceci peut être expliqué par l'augmentation de la fraction volumique des fibres se caractérisant par un module d'élasticité élevé. D'autre part, la même étude a montré que les particules ou les fibres de faibles dimensions peuvent être considérées comme charges et améliorent ainsi la résistance en traction surtout pour les composites à base de polypropylène et de fibres de bois (Tableau 5).

Tableau 4 : Propriétés des composites de polyéthylène chargé de fibres de bois [37].

<i>Type et taux de charge</i>	<i>Granulométrie</i>	<i>Traction</i>		<i>Flexion</i>	
		<i>MOE (MPa)</i>	<i>MOR(MPa)</i>	<i>MOE (MPa)</i>	<i>MOR (MPa)</i>
20% pins	420 μm	699	21,36	753	29,12
	250 μm	707	22,39	832	30,67
	177 μm	711	21,1	741	28,44
30% pins	420 μm	854	20,59	1037	31,59
	250 μm	977	22,75	1201	33,81
	177 μm	903	20,64	1023	31,45

Tableau 5 : Propriétés des composites de polypropylène chargé de fibres de bois [37].

<i>Type et taux de charge</i>	<i>Granulométrie</i>	<i>Traction</i>		<i>Flexion</i>	
		<i>MOE (MPa)</i>	<i>MOR(MPa)</i>	<i>MOE (MPa)</i>	<i>MOR (MPa)</i>
20% pins	420µm	1052	33,05	1528	51,95
	250µm	1096	33,15	1704	54,71
	177µm	1037	29,09	1730	53,64
30% pins	420µm	1302	31,62	1959	52,5
	250µm	1307	32,42	2128	54,3
	177µm	1328	28,67	2283	53,52

D'autre part, à de très hautes teneurs en fibres, la rigidité des composites commence à diminuer en raison de la grande variation de concentration, ce qui engendre une différence de répartition des contraintes [38].

L'augmentation de la proportion de fibres lignocellulosiques a aussi pour conséquence directe la multiplication des problèmes liés à l'usage d'un matériau biologique hygroscopique et putrescible. Les propriétés d'élongation, la résistance à l'impact sont diminuées par l'accroissement de la quantité de bois [39].

D'autre part, la proportion de polymère joue aussi un rôle au même titre que la proportion de bois, ces quantités étant toutefois complémentaires. En effet, les propriétés de chaque polymère sont variables, et par conséquent la matrice n'apporte pas les mêmes performances, qu'il s'agisse de polyéthylène haute densité, basse densité, de polypropylène rigide ou souple ou de PVC. Le tableau 6 donne une idée des variations des propriétés mécaniques dues à la matrice [40].

Tableau 6: Propriétés mécaniques des CBP selon le polymère [40].

<i>Composites</i>	<i>Proportions (%)</i>	<i>E_{flexion} (GPa)</i>	<i>E_{flexion} (MPa)</i>	<i>$\bar{\sigma}_{traction}$ (GPa)</i>	<i>$\bar{\sigma}_{traction}$ (MPa)</i>
Bois/PP	55/45	2,3	41,2	2,6	21,4
Bois/PE	55/45	2,3	28,4	2,4	16,2
Bois/PVC souple	50/50	0,5	14,5	0,5	7,1
Bois/PVC souple/PVC-rigide	50/25/25	2,7	40	2,6	21,9

E flexion : module d'élasticité en flexion

σ flexion : contrainte en flexion

E traction : module de d'élasticité (en traction)

σ traction : résistance à la traction

I.3.2 Influence de la morphologie des fibres

Le facteur de forme de la fibre (longueur / diamètre) est un paramètre critique pour les propriétés mécaniques du composite bois-plastique. Lors de nombreux travaux, la comparaison entre les différentes formes de bois utilisées dans l'industrie (farines, particules, fibres) a montré que les fibres se comportent comme des charges pour des facteurs de formes faibles, alors que les fibres à fort facteur de forme permettent un meilleur usage de leurs bonnes caractéristiques mécaniques [22].

La taille de l'élément renforçant a naturellement une influence sur le procédé de fabrication mais aussi sur les propriétés mécaniques du CBP. Ceci a été mis en évidence par Stark [41] lors d'un travail sur les effets de la taille des particules de farine de bois, *i.e.* indépendamment du facteur de forme. Ils ont observé une meilleure résistance à la propagation de fissures pour de plus grandes particules alors que dans le même temps il y avait une diminution de la résistance à l'initiation de fissures (la concentration des contraintes est plus importante). Concernant la résistance à la traction, la résistance à la flexion, le module d'élasticité et l'allongement, il semblerait qu'il existe une taille optimale de 0,25 mm. Tout éloignement de cette valeur, dans la gamme 0,05-0,6 mm, ayant conduit à une diminution de performance. En effet, Oksman et Clemons [42] notent

que de petites particules bien dispersées augmentent généralement les propriétés de résistance.

Stark et Sanadi [43], lors d'une étude sur des CBP ont abouti à la conclusion que c'est bien le facteur de forme qui est le paramètre prépondérant influençant les propriétés mécaniques. Par ailleurs, ceci est confirmé par *Sanadi et al* [44] et *Shaler* [45] qui distinguent les particules, qui améliorent la rigidité, des fibres qui elles améliorent aussi la résistance mécanique.

1.3.3 Influence de l'orientation et de la dispersion du renfort

Il est évident que la dispersion du renfort qui conduit à un mélange plus ou moins intime des composants est un paramètre qui influence les propriétés physico mécaniques du CBP. En effet les particules ou fibres lignocellulosiques ont tendance à se regrouper et à s'agglomérer ce qui crée des défauts. L'orientation des fibres génère une anisotropie, qui détermine des axes forts, pour le matériau, selon lesquelles les fibres seront sollicitées longitudinalement (direction la plus résistante de la fibre).

Klason et al [46] ont étudié à l'aide de deux extrudeuses le rôle de la dispersion des renforts (farines, fibres). Les deux types de mélanges ont été réalisés afin de déterminer l'importance du rapport géométrique et de l'homogénéisation du mélange. Les résultats montrent que l'amélioration du processus de mélange permet une augmentation, du module d'élasticité et de l'élongation à la rupture, supérieure à 10%.

1.3.4 Influence de l'humidité et de la température

L'humidité est un paramètre important pour les fibres de bois utilisées comme renforts dans les composites à base de bois. Ces fibres présentent un caractère hydrophile et subissent ainsi des déformations importantes lorsqu'elles se trouvent dans une atmosphère humide. Autrement dit l'humidité influe négativement sur l'adhésion ainsi que sur les caractéristiques mécaniques et physiques du produit [47].

Dans la littérature, on retrouve deux résultats contradictoires. En général, l'absorption d'humidité provoque la diminution des propriétés mécaniques d'un matériau à base d'une matrice thermoplastique consolidée par des fibres naturelles.

L'humidité peut aussi migrer le long de l'interface fibre-matrice et influence l'adhésion entre ces dernières causant ainsi la perte de rigidité et parfois la dégradation des fibres. L'absorption d'eau des composites formés par du polypropylène et des fibres naturelles a été examinée par *Espert et al* [48]. Il a été montré qu'il y a diminution des propriétés mécaniques notamment le module d'Young et le module de rupture sous conditions humides.

Balatinecz et Park [49] ont étudié les effets de l'humidité sur les propriétés mécaniques des CBP et ont constaté que l'absorption d'eau cause la diminution de la résistance à la traction et en flexion avec une augmentation de la résistance aux chocs. *Stark et Rowlands* [50] ont examiné l'influence des différents taux d'humidité relative (30%, 56% et 90%) sur les propriétés mécaniques (résistance en traction, résistance en flexion et résistance d'impact) des composites fabriqués à partir de PP avec 20% et 40% de farine de bois. Il a été conclu que l'augmentation du contenu en bois favorise l'absorption d'humidité et pourrait causer plus de diminution des propriétés mécaniques. Ce résultat est confirmé par celui de *Lin et al* [51] qui ont examiné l'influence de l'absorption de l'humidité sur les propriétés mécaniques des composites formés par des fibres de bois et du PP.

Cependant, dans certains cas, l'eau peut agir comme un plastifiant lorsqu'elle est absorbée par une matrice thermoplastique renforcée par des fibres naturelles. D'après l'étude de *Karmaker et al* [52], le gonflement des composites fabriqués avec du polypropylène et de fibre de jute a des effets positifs sur les propriétés mécaniques. Donc, l'amélioration de l'interface fibre-matrice peut améliorer la résistance à l'eau des composites.

I.3.5 Avantages et les inconvénients des fibres végétales

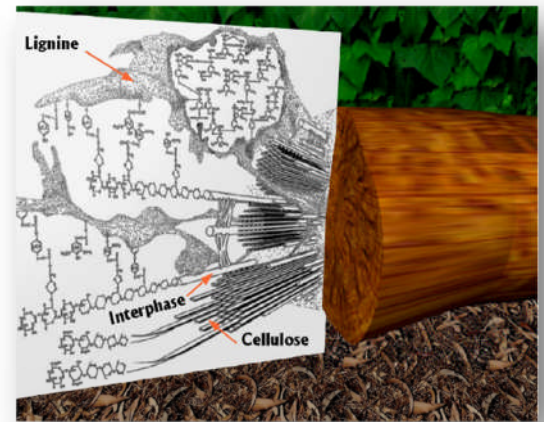
Le tableau 7 présente les avantages et les inconvénients des fibres végétales comme renfort de matériaux composites. La biodégradabilité des fibres peut être considérée comme un avantage ou un inconvénient. Pour le recyclage, c'est un avantage. Par ailleurs, il n'existe pas de pièces industrielles à durée de vie illimitée, tout matériau étant vouée à devenir déchet. L'utilisation de ce type de matériau impose, par une conception réfléchie, de placer la structure en matériaux composites en dehors des conditions de biodégradabilité [29].

Tableau 7 : Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales comme renforts de matériaux composites [29].

Avantages	
<ul style="list-style-type: none"> - Faible coût. - Biodégradabilité - Neutre pour l'émission de CO₂. - Pas de résidus après incinération. - Ressource renouvelable. 	<ul style="list-style-type: none"> - Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité). - Non abrasif pour les outillages. - Demande peu d'énergie pour être produite. - Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres. - Bon isolant thermique et acoustique.
Inconvénients	
<ul style="list-style-type: none"> - Absorption d'eau. - Biodégradabilité. - Fibres anisotropes. - Pour des applications industrielles, nécessité de gestion d'un stock. 	<ul style="list-style-type: none"> - Faible stabilité dimensionnelle. - Faible tenue thermique (200 à 230°C max). - Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, des conditions météorologiques. - Renfort discontinu.

1.3.6 Le bois

Le bois est constitué de plusieurs cellules comme les fibres. Ces fibres sont composées de matières organiques: cellulose, hémicellulose et lignine et d'une proportion d'extractibles généralement faibles (gommes, résines, protéines, etc.). La composition des fibres du bois dépend de la classe de l'arbre (résineux ou feuillus), de l'espèce et des individus de la même espèce (i.e. aubier, bois de cœur).



Depuis plusieurs années, bien que les fibres de bois présentent plusieurs avantages lorsqu'elles sont employées comme charges pour la fabrication de composites bois-plastiques, il existe toutefois, des inconvénients majeurs notamment leur forte rétention d'humidité, leur photo-dégradation, ainsi que la forte incompatibilité de l'interface bois/polymère [53, 22].

1.4 INTERFACE D'UN MATERIAU COMPOSITE : NOTION D'ADHESION

La notion d'adhésion ne peut être dissociée de la nature des surfaces impliquées. Ces dernières présentent des propriétés qui les rendent plus ou moins idéales. Le bois est un bon exemple de surface irrégulière, rugueuse, poreuse et autre caractéristiques non souhaitables. La surface conditionne donc fortement les possibilités de liens chimiques ou mécaniques représentant l'adhésion à l'interface entre deux matériaux. Cette interface prend différentes formes et conduit au concept d'interphase. L'interphase est une zone entre les deux adhérents, dans laquelle il existe un gradient de concentration des deux composants (figure 9). Cette zone est plus ou moins large et plus ou moins performante.

L'interphase se crée par interdiffusion entre deux plastiques, par diffusion d'un adhésif dans le bois ou dans un matériau poreux. C'est donc à l'interface ou dans l'interphase qu'agissent les forces qui sont à l'origine de l'adhésion. Ces forces sont

regroupées en mécanismes qui décrivent une adhésion mécanique, par diffusion, électronique et par adsorption. C'est la nature de la surface (chimie, porosité, basse ou haute énergie, rugosité, etc.) qui permet ou non la présence simultanée des différents mécanismes.

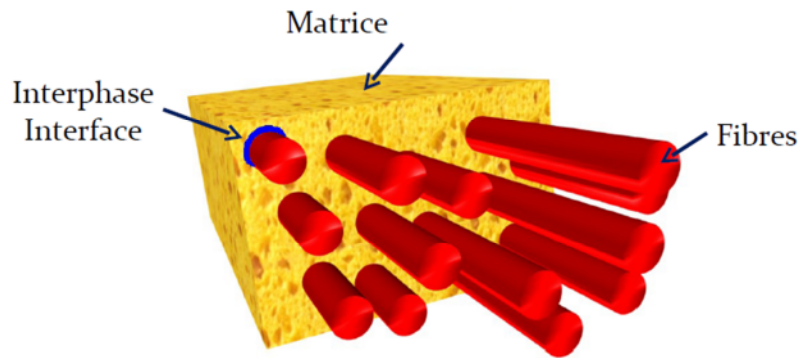


Fig. 9: Représentation schématique de l'interface fibre- matrice.

Les mécanismes de liaisons font appel à des considérations théoriques complexes. La théorie des liaisons chimiques propose plusieurs types de liens intermoléculaires plus ou moins forts (lien Van der Waals, lien hydrogène ou lien acide-base) [54]. La morphologie de l'interphase joue, quant à elle, un rôle prépondérant en ce qui concerne l'adhésion mécanique. La théorie de l'adhésion fait aussi appel à la notion d'énergie de surface et au phénomène de mouillage [55].

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

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

En terme d'énergie de surface, il y a l'énergie libre de surface non polaire résultant des forces dispersives de London et l'énergie de surface polaire résultant d'interactions du type dipôle-dipôle. Le rôle du mouillage apparaît donc primordial pour l'adhésion de l'interface qui est le lieu privilégié du transfert des contraintes entre la matrice et le renfort [56].

I.4.1 Interface bois/polymères thermoplastiques

Les compositions chimiques antagonistes du bois et des polymères thermoplastiques interdisent tous liens autres qu'un lien mécanique entre ces deux types de matériaux. De plus, de par ses caractéristiques ductiles, le transfert de contraintes n'est pas assez efficient pour assurer une cohésion suffisante.

Une des caractéristiques importantes de l'interface entre les fibres cellulosiques et la matrice provient de la nature même du constituant cellulósique. En effet, les groupes hydroxyles seront d'autant plus accessibles s'ils se trouvent dans des régions amorphes. A l'inverse, les difficultés seront plus importantes pour les régions cristallines de structure compacte et ordonnée. Ce sont ces différences de cristallinité entre les différents types de matériaux lignocellulosiques dont il faut aussi tenir compte [57].

I.4.2 Modification de l'interface bois/thermoplastiques

Il existe de nombreuses techniques afin de rendre compatible le bois et les thermoplastiques, permettant ainsi la mise en place de liaisons chimiques au niveau de l'interface. *Lu et al* [58] dénombrent pas moins d'une quarantaine d'agents de couplage utilisés dans les composites fibres de bois/polymère synthétique. Ces diverses techniques peuvent être divisées en deux catégories : les méthodes de modifications physiques et les méthodes chimiques. Le but de ces modifications est l'amélioration de l'adhésion par la création de liaisons qui n'existaient pas jusqu'alors. La surface est donc au cœur de l'action et subit les modifications.

I.4.2.1 Les méthodes physiques de modification de la surface

Les méthodes physiques telles que le calandrage, l'étirement, les traitements thermiques et autres techniques n'entraînent pas de modification chimique. Néanmoins, les méthodes physiques induisent un changement des propriétés structurelles et surfaciques de la fibre cellulosique ou de la matrice thermoplastique.

I.4.2.1.1 Les agents dispersifs (cires, paraffine) sont largement utilisés dans les composites à base de bois qu'ils soient ou non associés à des polymères thermoplastiques. D'autres *additifs* comme les élastomères et les plastifiants sont utilisés. Ces produits agissent sur des propriétés spécifiques qui entraînent des modifications de surface permettant d'améliorer directement le composite ou indirectement en facilitant sa fabrication (changement des paramètres du procédé : baisse de la température, homogénéisation du mélange, diminution des contraintes mécaniques lors du processus). De nombreux travaux sur les CBP traitent des effets de ce type de modification et des améliorations qui en découlent.

I.4.2.1.2 Les traitements par décharges électriques (corona, plasmas froids) sont très efficaces sur les polymères non actifs comme les polyoléfinés. La modification des fibres cellulosiques par ce type de méthode a connu plusieurs succès dans le cadre d'études sur les composites CBP (propriétés mécaniques, réduction de la viscosité au point de fusion). Le traitement Corona, ou effet couronne, est une technique d'activation de surface par oxydation. Cela se traduit par une augmentation de la concentration des groupements aldéhyde lors de l'activation de la surface du bois [59,60].

I.4.2.1.3 La mercerisation, bien que ce ne soit pas vraiment une technique 'physique', est une ancienne technique de modification chimique couramment pratiquée par l'industrie textile du coton. Il s'agit d'un traitement alcalin en température qui tend à être adapté aux fibres naturelles. Certaines caractéristiques mécaniques et d'absorption sont améliorées par la mercerisation. L'estérification de la cellulose par substitution des groupes hydroxyles a aussi été traitée par de nombreuses études [61-63].

I.4.2.1.4 L'irradiation par Ultra-violet semble une méthode alternative simple et intéressante pour greffer les surfaces polymères, notamment si l'on souhaite fonctionnaliser la surface de la cellulose [64].

D'autres techniques comme *le traitement* à l'ozone ou bien l'oxyfluorination, habituellement dévolus aux polymères synthétiques [64], ont été employées pour des papiers lignocellulosique/polyéthylène [65]. Il s'agit dans le cas de l'ozonation d'introduire des groupes peroxyde à la surface du substrat. Il est possible, par la suite de greffer des monomères par une autre technique, l'ozonation étant dans ce genre de cas un prétraitement.

L'ensemble de ces méthodes physiques propose une gamme de solutions plus ou moins faciles à mettre en œuvre.

I.4.2.2 Les méthodes chimiques de modification de la surface

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

I.4.2.2.1 Les couplages chimiques

La méthode de couplage chimique est parmi les techniques de modification les plus importantes. Son principe repose sur la formation de ponts chimiques entre les fibres cellulosiques et le polymère synthétique via le traitement de la surface avec un composé (compound).

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

1.4.2.2.2 Les agents de couplage organiques sont les plus utilisés pour les produits à base de bois. Ceux qui sont employés dans les CBP disposent dans leurs structures moléculaires de groupes bi- ou multifonctionnels. Ce sont ces groupes qui interagissent avec les groupes polaires de la cellulose et de la lignine pour former des liaisons covalentes ou hydrogènes :

1. **Le traitement avec un composé contenant des groupes méthylols** (-CH₂OH) aboutit à la formation de liaisons covalentes stables et de liaisons hydrogènes avec les fibres cellulosiques [58]. Les améliorations produites par un traitement au composé méthanol mélamine pour des composites cellulose/polyester insaturé portent sur l'absorption d'eau et sur les propriétés mécaniques humides [66, 67].

2. **Les traitements aux isocyanates** sont plus fréquents et plus étudiés que le traitement précédent [68-73]. Ils permettent une amélioration plus ou moins importante des propriétés physico-mécaniques soit par modification des fibres cellulosiques soit par la matrice polymère polychlorure de vinyle (PVC) ou polystyrène (PS).

3. **Les traitements aux anhydrides** comme l'anhydride maléique (MA), l'anhydride [74] sont couramment utilisés dans les CBP. Les anhydrides possèdent deux groupes fonctionnels. Les deux groupes carboxyles (-COO-) peuvent se lier à la fibre de bois par estérification ou liaison hydrogène. Le MA, quant à lui, contient, en plus des carboxyles, une double liaison carbone-carbone (C=C). Ceci permet d'augmenter grandement la réactivité à la greffe de la liaison double carbone via un initiateur. La taille réduite de la chaîne moléculaire du MA atténue les améliorations d'adhésion et conduit à son utilisation dans des copolymères greffés comme polypropylène maléaté (MAPP), polyéthylène maléaté (MAPE) et poly (styrène-co-anhydride maléique) (SMA) [75].

4. **Les acides acryliques et méthacrylates** comme acide méthacrylique (MAA), méthyle méthacrylate (MMA) et méthacrylate de glycidyle (GMA), présentent une structure qui, à cause de ses similitudes avec l'anhydride maléique, laisse supposer une forte adhésion interfaciale [76].

5. *La triazine et ses dérivés* réagissent avec les groupes polaires du bois (essentiellement –OH) grâce à la formation de liens covalents (remplacement d'un chlore –Cl). La réduction du nombre de groupes hydroxyles, du caractère hydrophile de la surface et la création d'un réseau entremêlé limitent la prise d'humidité et le gonflement des fibres cellulosiques [77].

6. *Les copolymères par greffe* sont produits de deux façons. Soit l'agent de couplage réticule une partie de la matrice polymère à la surface du bois et il y a formation d'un copolymère non polaire. Soit l'agent de couplage modifie la polarité de la matrice en la greffant avec des monomères polaires et on crée un copolymère greffé. L'adhésion interfaciale des CBP augmente significativement avec ces modifications. Il existe différentes méthodes de greffe : la xanthation, la radiation, la maléation, l'acétylation, la greffe de méthacrylate, des greffes d'époxydes ou d'autres agents de couplage [58].

I.4.2.2.3 Les agents de couplage inorganiques sont nettement moins importants dans les composites CBP [78]. Les silicates permettent par exemple de créer une certaine compatibilité entre la fibre de bois et le polymère. Il faut noter que ce type d'agent agit plutôt comme un agent dispersif qui contrebalancerait la polarité de la surface des fibres de bois.

I.4.2.2.4 Les agents de couplage organiques-inorganiques sont des composés à structure hybride dont la fonctionnalité organique régit l'efficacité de couplage. Les silanes et titanates ont été employés dans les CBP. En particulier, les silanes, qui sont généralement dévolus aux composites renforcés avec des fibres de verre, agissent comme un agent dispersif mais leur couplage permet aussi d'améliorer la stabilité thermique ou dimensionnelle de certains composites CBP [79].

CHAPITRE II

RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES

Ce chapitre résume quelques rappels bibliographiques sur les travaux relatifs aux composites polymère/charge cellulosique.

L'incorporation de matériaux cellulosiques dans la matrice thermoplastique affecte un grand nombre de propriétés. Cependant, il s'est avéré que la qualité de l'adhésion seule, ne prédomine pas les propriétés des composites mais d'autres facteurs rentrent également en jeu. Ces derniers sont aussi bien affectés par la fraction, la nature ou la taille de la charge incorporée. Des études ont été réalisées afin de voir l'influence de l'un ou de l'autre sur les propriétés mécaniques, physiques ou thermiques de composites bois/plastique (CBP). La majorité de ces études ont constaté une augmentation de la rigidité des composites accompagnée d'une hausse du module d'Young à cause de l'utilisation d'une charge rigide. En contre partie, la déformation à la rupture a diminué en raison de l'amélioration de l'adhésion interfaciale entre la charge et la matrice. Quant à la stabilité thermique, elle est déterminée par l'adhésion du composite et par la nature de la charge incorporée.

Baillif et Oksman (2006) [80] ont mis en évidence la difficulté d'alimenter une extrudeuse en fibres longues à cause de leurs faibles densités apparentes. Ils ont utilisé 20 et 30 % en poids de fibres de bois de conifère dans une matrice de PP. Les interactions fibre-fibre dans le mélange à sec donnent une mauvaise dispersion des fibres dans la matrice. Cette étude montre que ce problème peut être atténué par une seconde extrusion. Cependant, cette deuxième étape résulte en une réduction de la taille des fibres car elles sont brisées dans le procédé d'extrusion. Les auteurs ont observé que les propriétés mécaniques des CBP en traction ne sont pas influencées par la dispersion, ni par la taille des fibres. *Yam et al. (1990)* [81] ont également conclu qu'il y avait des relations entre le procédé d'extrusion et la longueur des fibres, et que la longueur finale des fibres dans le CBP dépend des paramètres d'extrusion. Ils ont

utilisé de 20 à 60 % en poids de fibres de pâte à papier chimico-thermomécanique (PCTM) de tremble dans une matrice de PEHD. Un temps de mélangeage long et une vitesse élevée des vis de l'extrudeuse augmentent la dispersion des fibres dans la matrice, mais elles se brisent. Les auteurs ont observé que les propriétés mécaniques des CBP varient inversement à la longueur des fibres. Les auteurs posent l'hypothèse que la dispersion est un facteur dominant sur la longueur des fibres.

Julson et al. (2004) [37] ont étudié les propriétés mécaniques de CBP moulés par injection avec différentes tailles de farine de bois (420, 250, 177 μ m). Les résultats de cette étude ne permettent cependant pas de faire des liens entre la taille des particules de bois et les propriétés mécaniques des CBP. *Stark et Rowlands (2003)* [50] ont comparé les propriétés mécaniques de CBP à base de farine de pin à d'autres à base de fibres de bois de feuillu, obtenues par défibrage mécanique. Ils ont utilisé de 20 et 40 % en poids de bois dans une matrice de PP et le procédé de moulage par injection. L'utilisation de fibres qui ont un rapport L/D élevé comparativement aux particules de farine augmente le MOR des CBP en flexion et en traction, augmente parfois le MOE et a un faible effet sur l'énergie d'impact. Cette étude mène à un résultat important : les propriétés mécaniques des CBP varient avec le rapport L/D, et non avec la longueur des particules.

Sanschagrín et al. (1988) [82] ont étudié les effets du rapport L/D des fibres de bois sur les propriétés mécaniques des CBP. Ils ont utilisé une fraction volumique de 27 % de fibres de pâte à papier chimico-thermomécanique (PCTM) de tremble dans une matrice de PS et le procédé de moulage par injection. *Lee et al. (2001)* [83] ont également étudié les effets de la longueur des fibres sur les propriétés physico-mécaniques des CBP. Ils ont utilisé de 0 à 40 % en poids de fibres Pâte à papier thermomécanique (TMP) dans une matrice de PP et le procédé de thermoconsolidation. Les classes de longueur, obtenues en variant la nature des fibres, sont : 2,16 mm (pin juvénile), 2,71 mm (pin de surbille supérieur), 3,23 mm (pin mature) et 1,74 mm (eucalyptus). Ces deux études ont montré que la résistance et la rigidité des CBP augmentent avec la longueur des fibres du bois.

Plus récemment, des chercheurs ont utilisé des échantillons avec une seule particule de bois afin de mieux comprendre les effets de la taille des particules de bois sur le comportement mécanique des CBP (Figure 9). *Sretenovic et al. (2005)* [84] ont utilisé ce genre d'échantillon pour étudier les mécanismes de transfert de charge à l'interface particule-matrice. Les résultats de cette étude montrent que la déformation de la matrice est maximale près des bouts de la particule et nulle au centre. Ce qui confirme que les particules dans les CBP subissent une déformation très faible comparativement à la matrice, car le bois est 40 fois plus rigide que le plastique.

Herra-Franco et Valadez-Gonzalez (2005) [85] ont aussi effectué des essais de traction sur des échantillons de CBP monofibre. A l'aide de modèles micromécaniques, ils ont déterminé que la longueur critique de transfert de charge est atteinte pour des rapports L/D qui varient de 20 à 72, selon la qualité de l'adhésion à l'interface fibre-matrice.



Fig. 9 : Echantillon de CBP monoparticule [85].

A ce jour, les implications de la taille des particules dans les propriétés physiques ont suscité peu d'intérêt, en comparaison avec les propriétés mécaniques. Des résultats présentés par *Lee et al. (2001)* [83] suggèrent que la densité apparente, l'absorption massique et le gonflement volumique de CBP en immersion dans l'eau pendant 24 heures ne varient pas avec la longueur des fibres. A l'opposé, *Steckel et al. (2006)* [86] ont observé que l'absorption d'eau et la diffusion de l'eau dans les CBP augmentent avec la taille des particules de bois. Ils ont utilisé 25 et 50 % en poids de farine de pin de deux granulométries différentes et le procédé de moulage par injection. Ces deux études ont cependant un résultat similaire, l'absorption d'eau augmente avec la proportion de bois ; car le bois est la composante hydrophile dans le CPB.

Certaines caractéristiques des particules de bois, autres que leur morphologie, influencent les propriétés des CBP dont: la nature, l'essence, la proportion de bois dans le composite et les traitements apportés aux particules de bois.

Soucy (2007) [87] a fabriqué des CBP avec 60 % en poids de fibres issues de différents procédés de mise en pâte. L'utilisation de fibres Kraft a conduit à de meilleures propriétés en traction et en flexion que les fibres CTMP et TMP. Les différences sont dues, selon l'auteur, aux différents teneurs en lignine des fibres.

Soucy (2007) [87] a également conclu que la nature des fibres influence les paramètres d'extrusion des CBP. Ensuite, *Koubaa et al. (2004)* [88] ont montré que l'utilisation des particules de bois d'érable dans la fabrication de CBP conduit à de meilleures propriétés mécaniques que l'utilisation des particules d'écorce. En ce qui concerne l'essence, *Pilarski et Matuana (2006)* [89] ont montré que des CBP faits d'érable sont plus rigides et plus résistants que ceux faits de pin.

La proportion de bois dans les CBP est un paramètre qui a été beaucoup étudié (*Soucy, 2007*). Généralement, l'ajout de farine de bois dans une matrice plastique augmente sa rigidité, mais diminue sa résistance, *Yam et al. (1990)* [81] ont conclu que la rigidité en flexion et en traction des CBP augmente avec la proportion massique de bois (de 0 à 60 %) tandis que la résistance en traction et la résistance à l'impact diminuent.

J. W. Kim et al. (2008) [90] ont étudié le comportement mécanique de diverses farines de bois obtenues d'arbres d'espèces différentes (cerisier, cèdre rouge, oranger, pin, érable, chêne...). Les différents composites obtenus par injection, ont montré une légère différence, mais statistiquement significative, de la résistance en traction et du module d'Young. Les auteurs ont suggéré que différentes espèces peuvent être utilisées pour la fabrication de composites. Mais le choix de l'espèce peut affecter les propriétés mécaniques. Ils rejoignent dans leur conclusion l'étude précédente dans le fait que les différences existantes entre chaque espèce influent sur la morphologie et la chimie de surface du composite.

B. A. Acha et al. (2006) [91] ont fait varier le taux de fibre de jute incorporé dans une matrice de PP et mettent en évidence l'augmentation du module d'Young avec le taux de fibres. Ceci a été également prouvé par *T. T. L. Doan et al.* [92]. Ce comportement est relié à l'utilisation d'une charge rigide à haut module. En contrepartie, une réduction de la déformation à la rupture est enregistrée à cause de la limitation imposée sur l'allongement de la matrice par l'utilisation de cette charge rigide. Au même temps, ils ont constaté que malgré une faible adhésion de la matrice aux fibres, une augmentation de la résistance en traction est obtenue. Ce qui est expliqué par l'effet de la longueur des fibres. Avec l'ajout d'agent de couplage, les auteurs ont constaté une diminution de la déformation des composites qu'ils ont expliqué par la rigidification de l'interphase entre fibre et matrice ce qui empêche la mobilité des chaînes macromoléculaires donc limite la déformabilité de la matrice. Les tests de choc ont également montré une faible énergie de propagation pour les composites compatibilisés ce qui est une indication d'une bonne adhésion entre la matrice PP et les fibres.

H. S. Yang et al. (2006) [93] ont démontré l'influence du procédé de transformation sur la dispersion, en conséquence sur les propriétés mécaniques de composites PP/Farine de cosse de riz et celles du PP/Farine de bois. Ils ont trouvé que les propriétés mécaniques en traction des composites préparés par une extrudeuse à double vis sont meilleures que celles de composites préparés par une mono vis. Ceci est expliqué par l'amélioration de la dispersion des charges dans la matrice. La résistance en traction et le module des composites ont montré une amélioration même en absence de l'agent modifiant. Avec l'incorporation de cet agent, ce progrès est beaucoup plus important pour les composites obtenus avec une double vis.

Ces conclusions, ont confirmé l'étude réalisée ultérieurement par *A. K. Bledzki* [94] et qui ont trouvé aussi des propriétés mécaniques intéressantes de composites PP/Fibre de bois préparés avec une extrudeuse à double vis, par rapport à celles de composites obtenus par des mélangeurs internes à différents taux de cisaillement.

Mansur et al. (2002) [95] notent que de petites particules bien dispersées augmentent généralement les propriétés mécaniques. Le poly (méthylène (polyphenyl isocyanate)) s'est avéré être le plus prometteur des trois agents de couplage. De plus, les composites contenant une teneur de 30% en fibre de bois fournissent de bonnes propriétés mécaniques. En effet au-delà de cette proportion, de nombreux problèmes comme la faiblesse des liens mécaniques apparaissent. L'augmentation de la quantité de bois s'avère bénéfique si elle est accompagnée d'une amélioration de l'adhésion interfaciale.

Tajvidi et al. (2003) [96] ont réalisé une étude sur la caractérisation mécanique et le taux d'absorption d'eau des composites à base de polypropylène renforcés avec trois types de fibres naturelles à savoir : les fibres cellulosiques, les farine de bois et les fibres de papier. En variant le taux de charge dans la matrice, trois formulations ont été élaborées pour chaque type de renfort utilisé (83/15, 73/25, 63/35). Dans le but d'améliorer l'adhésion interfaciale, 2% en masse de PP-g-MA ont été ajoutés.

Malgré que les fibres cellulosiques sont plus hydrophiles que les fibres de papier ou la farine de bois, les résultats de l'immersion de différentes formulations dans l'eau révèlent que les composites élaborés avec les fibres cellulosiques absorbent moins d'eau que ceux préparés avec d'autre renforts. Ce résultat est attribué aux interactions entre la fibre cellulosique et la matrice PP. Cependant, le taux d'absorption augmente avec le taux de fibres dans la matrice quelque soit le renfort utilisé. L'allongement à la rupture diminue avec l'incorporation de la fibre naturelle dans le polymère. Le type de renfort n'a aucun effet sur la contrainte à la rupture pour la formulation 83/15. La contrainte augmente légèrement avec le taux de charge dans le cas des fibres cellulosiques. Par contre, elle demeure pratiquement constante dans le cas des composites renforcés avec la farine de bois et les fibres de papier.

S. J. Kim et al. (2008) [97] ont réalisé une étude comparative sur les propriétés mécaniques de composites PP/Fibre de bois et PP/Fibre de coton. Ils ont remarqué que la résistance en traction de composites PP/FB est conditionnée par la qualité de l'interphase. Cette résistance est meilleure pour de fortes interactions qui permettent

un meilleur transfert des efforts à la matrice à travers l'interphase. A l'inverse, les composites PP/Fibre de coton exhibent un comportement différent indépendant de la qualité de l'interphase. Selon ces auteurs, ceci démontre que la résistance en traction des composites ne dépend pas seulement de l'adhésion interfaciale, mais peut dépendre aussi, de la taille des charges, de leur nature hydrophile et notamment de la nature chimique. D'un autre côté, ils ont pu montrer que la résistance en flexion de ces composites dépend, en plus, du grade de la matrice utilisée.

Martins et al. (2002) [98] ont préparé des composites à base de polychlorure de vinyle souple (PVC), plastifié avec deux types de plastifiants et renforcés par des fibres de sisal en utilisant le procédé de calandrage. Deux plastifiants ont été employés, un plastifiant liquide (polyester) et un plastifiant solide (éthylène/ vinyle acétate/ copolymère monoxyde de carbone), pour former deux types de matrice polymère. Pour chacun de ces matrices, l'influence de type de plastifiant, leur concentration, la taille et la quantité de la fibre de sisal sur les propriétés des composites ont été étudiées. Les composites à base de PVC chargé par des fibres courtes distribuées aléatoirement ont été caractérisés par microscopie électronique à balayage (MEB), analyse thermogravimétrique (ATG) et analyse calorimétrique différentielle (DSC). Pour chacune des matrices polymères étudiées, la taille optimale de la fibre de sisal est de 6 mm. Ceci permet d'avoir de meilleures propriétés mécaniques. L'utilisation du plastifiant solide était faisable pour les composites en PVC et a favorisé un meilleur contact fibre/matrice sur les composites, augmentant ainsi ses propriétés mécaniques pour une quantité de plastifiant de plus de 40% en comparaison avec le plastifiant liquide. Les analyses thermiques (ATG et DSC) ont montré que le remplacement du plastifiant liquide par le plastifiant solide ne change pas le comportement thermique des composites et des matrices polymères vierges. Pour les deux matrices le module d'élasticité a augmenté avec le taux de fibre de sisal ajouté, par rapport aux matrices vierges.

Maldas et al. (1988) [99] ont étudié l'effet de la proportion et la granulométrie de la charge, la présence et la concentration de l'agent de couplage poly (méthylène

(polyphenyl isocyanate)) (PMPPIC) ainsi que sa nature sur les propriétés mécaniques tels que l'allongement, l'énergie, la résistance à la traction et aussi le module de traction des composites à base d'une matrice de polystyrène et de fibre de bois de sapin.

Les résultats révèlent une amélioration des propriétés mécaniques lorsque la température de malaxage des composites se situe entre 175 et 190°C. Au-delà de cette température une diminution des propriétés est enregistrée.

D'autre part, la concentration optimale de l'agent de couplage est estimée à 2%. Par ailleurs, la taille optimale des particules de la charge naturelle est de 60µm, alors que la proportion de la charge est de l'ordre de 30%. L'augmentation de la quantité de la charge s'avère bénéfique, si seulement, elle est accompagnée par une amélioration d'adhésion.

CHAPITRE III
PROTOCOLES EXPERIMENTAUX
ET TECHNIQUES D'ANALYSES

Ce chapitre sera consacré à la présentation des différents matériaux utilisés pour l'élaboration des composites à savoir la charge, la matrice utilisée ainsi que les caractéristiques de chacune d'elles, les procédés utilisés pour la préparation des échantillons (formulations) et les différentes techniques d'analyse seront également présentées.

III.1 MATERIAUX UTILISES

III.1.1 Polychlorure de vinyle (PVC)

Le polymère utilisé est le polychlorure de vinyle de type SHINTECH SE-1200. Les principales caractéristiques physiques de cette résine sont présentées dans le tableau suivant :

Tableau 8 : *Caractéristiques de la résine PVC*

<i>Propriétés</i>	<i>Valeurs</i>	<i>Unités</i>	<i>Méthodes de mesures</i>
Viscosité	0,99-1,03	Cst	ASTM D 1243
Aspect	Poudre blanche	-	-
Densité	0,481-0,561	-	ASTM D 1895
Taille des particules < 42µm	Max.2.2	%	ASTM D 1921

III.1.2 Additifs

III.1.2.1 Plastifiant

Le plastifiant incorporé dans les différentes formulations est le **Diocyle Phtalate** connu sous le nom de **DOP** de type **PLASTIMED 2001**, produit par la société

générale des plastifiants, Tunisie. Les différentes caractéristiques du DOP utilisé dans cette étude sont résumées dans le tableau 9.

Tableau 9 : Propriétés physiques du DOP utilisé.

<i>Caractéristiques</i>	<i>Norme-Méthode</i>	<i>Valeur</i>	<i>Unité</i>
Aspect	-	Liquide huileux limpide	-
Densité à 20°C	ASTM D 1298 -90	0,982 - 0,986	-
Acidité	ASTM D 1045 -86	< 0,1	mg KOH/g
Couleur	ASTM D 1045 -86	Max 40	APHA
Viscosité à 20°C	ASTM D 445 -88	75-85	Cst
Viscosité à 25°C	ASTM D 445 -88	57-61	Cst
Teneur en ester	Chromatographie	99-99,8	%
Point d'éclair	ASTM D 93-90	>190	°C
Teneur en eau	ASTM E 203-92	≤1000	ppm
Indice de réfraction n_{20}^D	ASTM D - 1045	1,485 - 1,487	-

III.1.2.2 Stabilisant thermique

Un stabilisant à base de Ca/Zn est incorporé dans les différentes formulations, il est de type **REAPAK B-CV/3037**. Les principales caractéristiques physico- chimiques de ce stabilisant sont représentées dans le tableau suivant :

Tableau 10 : caractéristiques de stabilisant thermique Ca/Zn.

<i>Caractéristiques</i>	<i>Valeurs</i>	<i>Unités</i>	<i>Méthode</i>
Apparence	Poudre blanche	-	Visuel
Densité	0,37	-	APF00500

III.1.3 Farine de bois

Dans cette étude, la farine de bois utilisée comme charge naturelle est issue de l'arbre de *Pin d'Alep*, originaire de la wilaya de Djelfa. La farine du bois est récupérée

d'une chaîne de transformation de bois, au niveau de l'entreprise nationale de transformation de bois «*Transbois*», située à l'arrière port de Béjaïa. Les troncs d'arbres utilisés ont été dénudés de la couche morte extérieure, ensuite broyés par deux broyeurs de types «*BROUKS*» et «*PALMAN*». A la sortie de ces broyeurs, une farine très fine est récupérée. Celle-ci a subi une analyse granulométrique au niveau du laboratoire de Technologie des Matériaux et Génie des Procédés, en utilisant une tamiseuse de type automatique *SEIVE SHAKER D411* pendant 15 min, pour sélectionner les fractions de la farine appartenant à la gamme [0-50 μ m], [50-100 μ m], [100-160 μ m] et [160-200 μ m].

III.2 TECHNIQUES EXPERIMENTALES

III.2.1 Préparation des composites PVC/FB

III.2.1.1 Le Dry blend

Cette étape consiste à mélanger la résine de polychlorure de vinyle avec les différents adjuvants utilisés (plastifiant, stabilisant), Pour cela, la résine PVC et le stabilisant Ca/Zn sont introduits dans un turbo mélangeur à double parois en acier de type **TG6HK8** tournant avec une vitesse de 3000 tr/min environ. La température de mélangeage augmente par friction jusqu'à 70°C. A ce moment on verse à travers un orifice placé dans la partie supérieure du mélangeur le DOP. On continue de mélanger jusqu'à ce qu'on atteigne la température de 100°C. On laisse refroidir pour éviter le phénomène de prégélification, on obtient ainsi un mélange homogène appelé dry blend ou compound.

III.2.1.2 Le calandrage

Les pré-mélanges PVC/FB sont réalisés dans un mélangeur à double cylindre (Calandre) de marque **LE SCUYER** de type **A80** à l'unité calandrage «*CABEL*» de l'entreprise des câbleries électriques d'Alger. La vitesse de rotation des deux cylindres est de l'ordre de 27 tr/mn et leur température est fixée à 140°C. En premier lieu on a incorporé le compound mélangé jusqu'à ramollissement. Par la suite, on a ajouté la quantité de la farine de bois à l'aide d'une spatule pour avoir des concentrations 10, 20 et 30% et à différentes dimensions (tailles) des particules. Après 4min, on récupère les

films de composites de 1mm d'épaisseur qui vont servir à la préparation des plaques par le procédé de moulage par compression.



Fig.10 : Vue d'ensemble de la calandre utilisée lors de la préparation des composites.

III.2.1.3 Moulage par compression

Les films obtenus par calandrage sont pliés puis introduits entre les plateaux d'une presse de marque **FONTUME HOLLAND** et chauffés à une température de 170°C, sous une pression de 250 KN et pendant un temps de séjour de 5mn. Des plaques d'épaisseur de 2mm sont obtenues et serviront à la découpe des échantillons qui feront l'objet de différentes caractérisations.



Fig. 11 : Vue d'ensemble de la presse utilisée.

Les compositions massiques des différentes formulations PVC/FB élaborées sont résumées dans le tableau 11.

Tableau 11 : Les compositions massiques des différentes formulations PVC/FB.

COMPOSANTS	FORMULATIONS			
	F0(%)	F10(%)	F20(%)	F30(%)
Résine de PVC	100	100	100	100
Plastifiant DOP	30	30	30	30
Stabilisant Ca/Zn	4	4	4	4
FB de Ø= [0-50] µm	-	10	20	30
FB de Ø= [50-100] µm	-	10	20	30
FB de Ø= [100-160] µm	-	10	20	30
FB de Ø= [160-200] µm	-	10	20	30

Avec Ø= c'est le diamètre des particules de bois.

III.3 TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

III.3.1 Analyses physico chimiques de la farine de bois

III.3.1.1 Taux d'humidité (Th)

La détermination du taux d'humidité contenu dans l'échantillon de la farine de bois se fait suivant la norme AFNOR. Une prise d'essai (m_0) de 5g est séchée dans une étuve à 105°C pendant 4 heures puis pesé (m_t). La différence de masse rapportée à la masse initiale représente le taux d'humidité (eq.1).

$$Th(\%) = \frac{(m_0 - m_t)}{m_0} \times 100 \quad (1)$$

III.3.1.2 Taux de matière minérale (TMM)

La détermination du taux de matière minérale se fait après incinération d'une prise d'essai (PE), dans un four à moufle pendant 4 heures à une température de 550°C. Après la pesée des cendres, ce taux se calcule suivant l'équation (2).

$$TMM (\%) = \frac{P_1 - P_2}{PE} \times 100 \quad (2)$$

Où :

P_1 et P_2 : Les masses, respectivement, du creuset vide et du creuset contenant les cendres.

PE : La masse de la prise d'essai.

III.3.1.3 Taux de matière cellulosique (TMC)

Le taux de matière cellulosique est obtenu par deux types d'hydrolyses successives. L'une est en milieu acide avec une solution de 50 ml d'acide sulfurique 0,1N à 1,25 %, et l'autre en milieu alcalin avec une solution de 50 ml de soude 0,3 N à 2,5% sur une prise d'essai (PE) de 0,5g de la farine de bois séchée préalablement.

Dans le premier traitement en milieu acide, le mélange est porté à ébullition et chauffé à reflux pendant 30 min, suivi d'un lavage avec l'eau distillée et une filtration sous vide. La seconde attaque consiste à récupérer le filtrat et le traiter avec la soude en présence de quelques gouttes d'indicateur coloré (bleu de bromothymole). La solution est mise à ébullition sous reflux pendant 30 min, filtrée et séchée à 105 °C pendant 24 h, puis refroidie dans un dessiccateur. On pèse le filtrat à un milligramme près (soit P_1). Par la suite l'échantillon est incinéré dans le four à moufle à 550°C pendant 4 h, puis refroidi dans un dessiccateur (soit P_2) [100]. Le taux de matière cellulosique se calcul selon l'équation (3).

$$TMC (\%) = \frac{P_1 - P_2}{PE} \times 100 \quad (3)$$

III.3.1.4 Densité

La densité apparente est mesurée par la méthode pycnométrique, selon la norme NFT51-063. L'éthanol est le solvant de déplacement utilisé qui assure une bonne mouillabilité de l'échantillon.

$$d = \frac{\rho(M_2 - M_1)}{(M_4 - M_1) - (M_3 - M_2)} \quad (4)$$

ρ : Densité du liquide de déplacement;

M_1 : Poids du pycnomètre à vide;

M_2 : Poids du pycnomètre contenant la prise d'essai;

M_3 : Poids du pycnomètre contenant la prise d'essai et le liquide;

M_4 : Poids du pycnomètre contenant le liquide de déplacement.

III.3.2 CARACTERISATION DES COMPOSITES

III.3.2.1 Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique qui permet de visualiser des structures par bombardement d'électrons incidents la couche superficielle de l'échantillon, produisant une émission d'électrons secondaires. Ceux-ci seront plus facilement émis par les reliefs de la surface de l'échantillon et donneront naissance à des zones lumineuses alors que les creux apparaîtront plus sombres. Les mesures ont été réalisées sur des échantillons à surface fracturée sur un microscope électronique à balayage de marque *FEI CONTA 200*.

III.3.2.2 Analyse thermogravimétrique (ATG)

En analyse thermogravimétrique (ATG), la masse d'un échantillon, maintenu en atmosphère contrôlée, est enregistrée en fonction de la température (montée, descente ou isotherme) ou du temps. Les thermogrammes enregistrés fournissent des renseignements essentiellement sur les phénomènes physiques de vaporisation, de sublimation ou de désorption, mais aussi sur les réactions de décomposition ou d'oxydation notamment dans le cas des polymères [101].

Dans cette étude nous avons utilisé un appareil de type *SETARAM TG-DTA92*. Il est composé d'une nacelle à échantillon mené d'une microbalance de grande précision. La nacelle est introduite dans un four permettant de soumettre l'échantillon à une

rampe en température de 20°C à 800°C avec une vitesse de 10°C/min, sous un flux de gaz inerte (N₂).

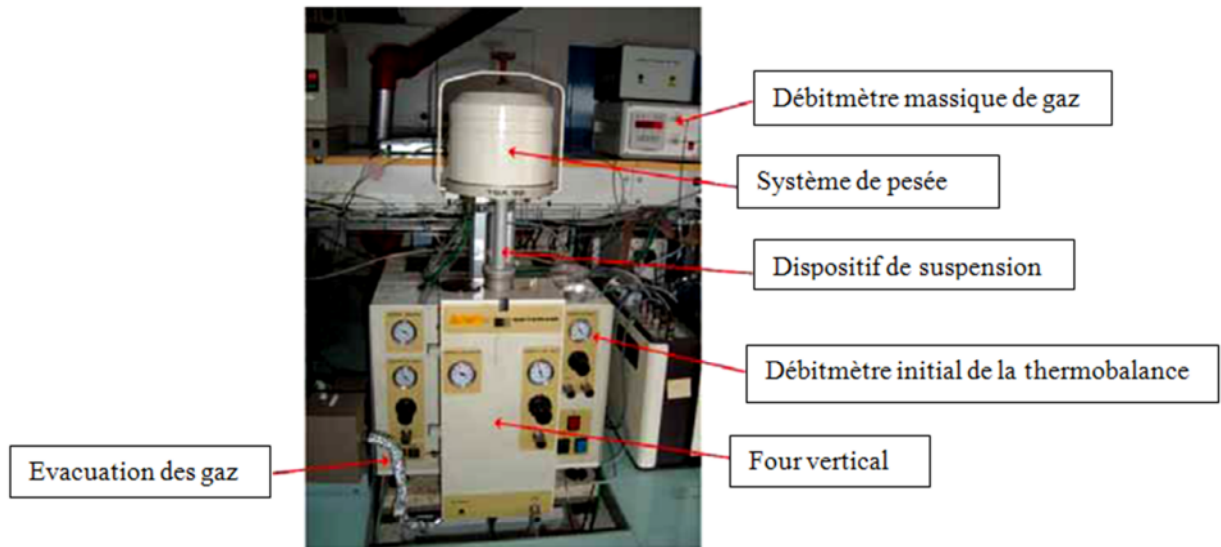


Fig.12 : Thermobalance SETARAM TG-DTA92 utilisée au laboratoire.

III.3.2.3 Essais de traction

Les propriétés mécaniques d'un matériau sont généralement déterminées à partir de forces extérieures qu'on applique sur le matériau. Ces propriétés dépendent de la température d'utilisation, de l'état de surface, des conditions d'applications et de la vitesse de déformation. Elles sont déterminées, avec un intervalle de précision, au moyen d'essais normalisés.

L'essai en traction simple est un essai très répandu pour la caractérisation des matériaux. Il consiste en un allongement forcé d'une éprouvette en mesurant en même temps la force nécessaire à chaque instant. Le résultat d'un tel essai est la contrainte nominale σ , (Equation 5) en fonction de la déformation nominale ε , (Equation 6), ce qui est résumé dans une courbe de traction (figure 13).

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (5)$$

$$\varepsilon(\%) = \frac{L-L_0}{L_0} \times 100 \quad (6)$$

Où :

F : Force

A : Surface

L : Longueur de l'échantillon

L_0 : Longueur initiale de l'échantillon

σ : Contrainte

ε : Allongement

Les courbes typiques $\sigma = f(\varepsilon)$ obtenues pour les différents matériaux sont représentés sur la figure 13.

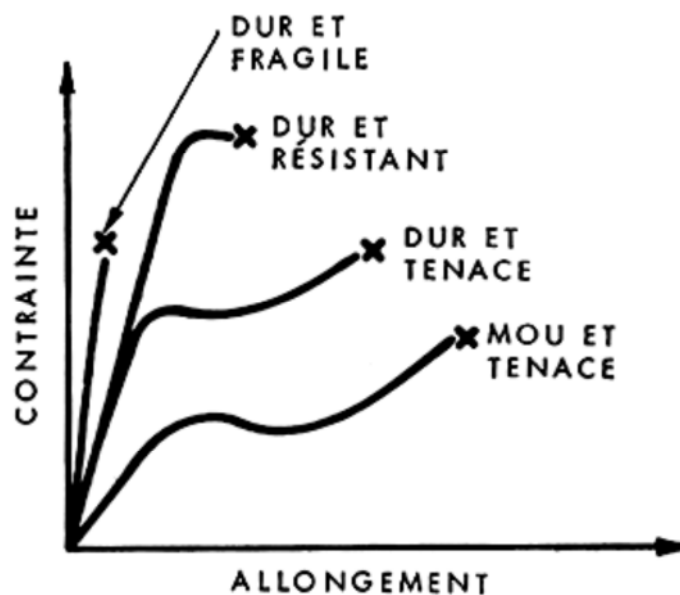


Fig. 13 : Courbes typiques d'essais de traction pour différents matériaux [88].

La mesure des propriétés mécaniques à la rupture des échantillons est réalisée avec une machine de traction de marque Zwick/Roell (figure 14) à la température ambiante sur des échantillons découpés sous forme d'haltères de type « H » (figure 15), selon la norme ASTM D638. La vitesse de déformation est fixée à 100 mm/min. Le traitement des résultats expérimentaux a été fait à l'aide d'un logiciel de type TestXpert V10.11.

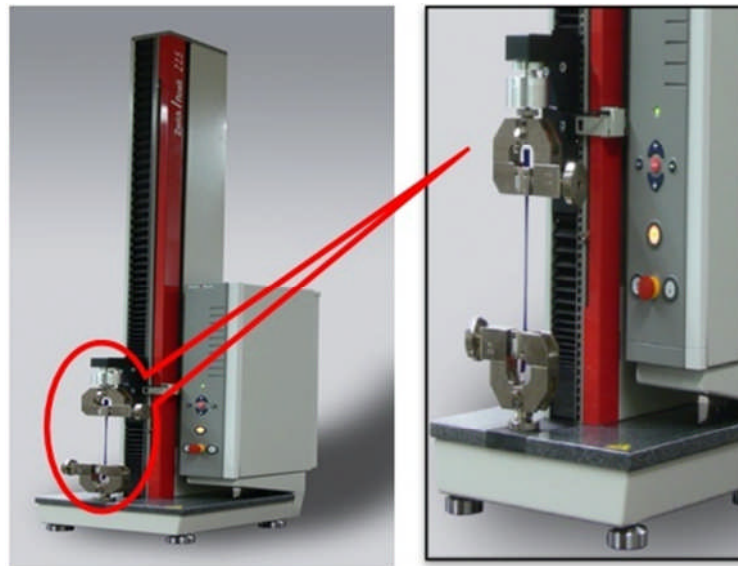


Fig.14: Vue d'ensemble de la machine de traction Zwick/Roell.



Fig.15: Echantillon sous forme d'haltère.

III.3.2.4 Taux d'absorption d'eau (TH)

Le test est réalisé selon la norme ASTM D570. Trois essais minimum sont réalisés pour des échantillons de 2 mm d'épaisseur. Les spécimens sont immergés dans l'eau distillée à pH=7 et à 23°C, sous l'agitation magnétique jusqu'à obtention de l'équilibre [102]. Avant l'immersion, les spécimens ont été étuvés pendant 12h à 70°C ensuite refroidis dans un dessiccateur, puis pesés (m_0).

Un suivi périodique de la variation du poids est réalisé (m_t) et avant chaque pesée, l'eau superficielle en excès est éliminée en essuyant l'échantillon avec du papier absorbant.

Le taux d'absorption d'eau est déterminé par la relation (7) suivante :

$$TH(\%) = \frac{m_t - m_0}{m_0} \times 100 \quad (7)$$

Avec :

m_0 : La masse moyenne des spécimens avant immersion

m_t : La masse moyenne des spécimens après un temps "t" d'immersion

III.3.2.5 Test de dureté

La mesure de la dureté shore D consiste à lire la valeur de l'enfoncement du pénétrateur dans l'échantillon à l'aide d'un cadran (figure 16). La valeur retenue est la moyenne de (05) mesures obtenues après 15 secondes et dans des endroits distincts de la plaque selon la norme NF ISO T 51-123.



Fig.16 : Duromètre shore D.

III.3.2.6 Essai de densité

La mesure de la densité des échantillons est réalisée à la température ambiante sur des échantillons découpés sous forme carrée d'une masse de 5g, sur un densimètre de modèle DSM (figure17). L'essai consiste à immerger un échantillon dans un bêcher au $\frac{3}{4}$ plein d'eau distillée à 20°C.

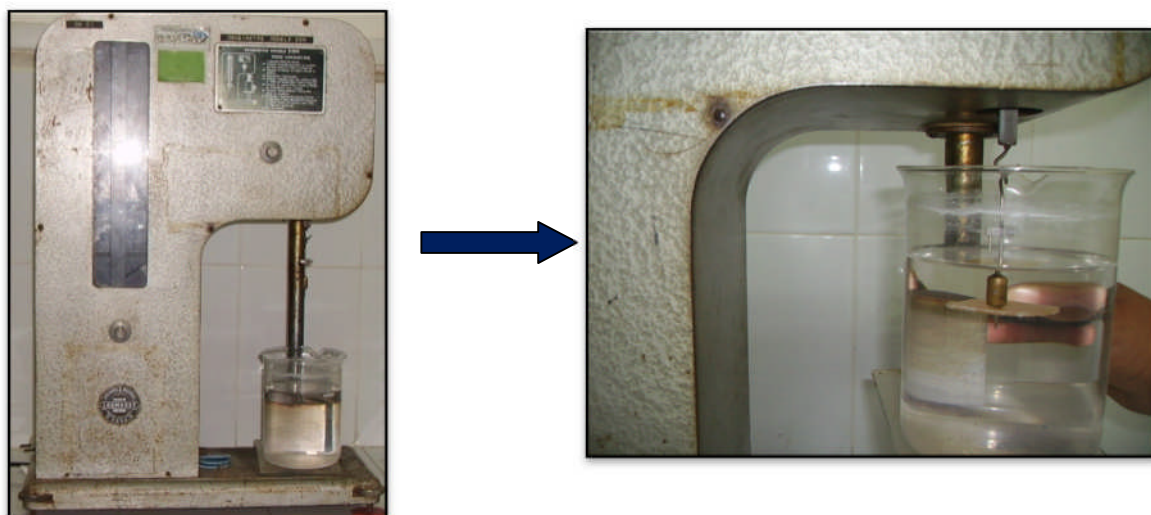


Fig. 17 : *Densimètre utilisé.*

CHAPITRE IV
RESULTATS ET DISCUSSION

IV.1 CARACTERISATION DE LA FARINE DE BOIS

IV.1.1 Caractérisation physico-chimique de la farine de bois

Cette partie de l'étude, résume les principales caractéristiques physico-chimiques de la farine de bois, telles que la densité, le taux d'humidité, le taux de matière cellulosique et le taux de matière minérale (taux de cendres) obtenues expérimentalement.

Les valeurs des différentes caractéristiques de la farine de bois sont rapportées en tableau 12.

Tableau 12 : *Caractéristiques physico-chimiques de la farine de bois.*

<i>Caractéristiques</i>	<i>Farine de bois</i>
Taux de matière minérale (TMM)	12,48%
Taux de matière cellulosique (TMC)	38,70 %
Taux d'humidité (TH)	4,04 %
Densité	0,8091

IV.2 CARACTERISATION DES COMPOSITES

Les propriétés physiques, mécaniques, thermiques et morphologiques des différentes formulations des composites élaborées avec différentes teneurs et différentes dimensions des particules de bois, ont été étudiées.

IV.2.1 Caractérisation physique

IV.2.1.1 Test de densité

La faible densité du matériau lignocellulosique est l'un des avantages majeurs de son utilisation comme charge dans les composites à base de thermoplastique. La connaissance de la valeur de la densité de la farine de bois permet de prévoir la masse d'une construction à base de ce matériau. La mesure révèle que la densité de la farine de bois est de l'ordre de 0,8091. A cet égard, l'incorporation de la farine de bois dans le polychlorure de vinyle conduit à l'obtention de composites à faible densité. En effet les figures 18 et 19 montrent l'évolution de la densité en fonction du taux et de la dimension des particules de la farine de bois respectivement.

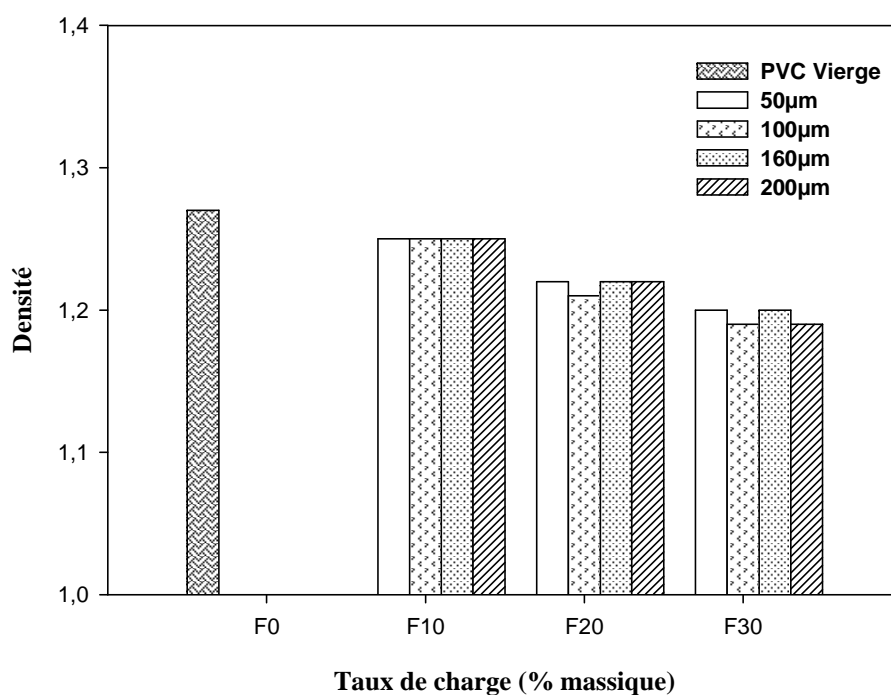


Fig. 18 : Evolution de la densité des composites PVC/FB à différentes tailles des particules en fonction de taux de la charge (10, 20 et 30%).

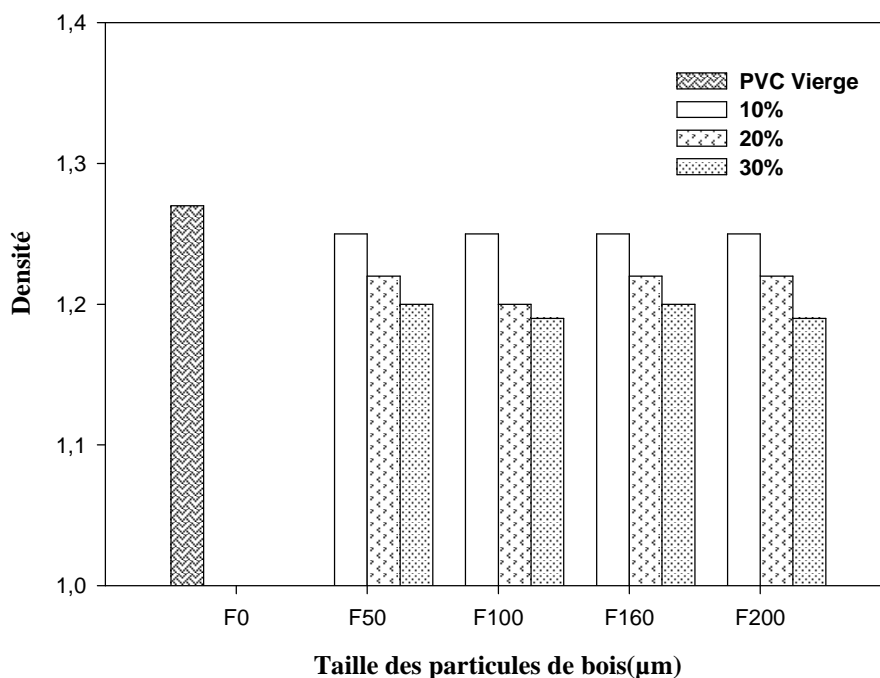


Fig. 19 : Evolution de la densité des composites PVC/FB à différents taux de charge (10, 20 et 30%) en fonction de la taille des particules de bois.

Les profils de densité des composites PVC/FB diminuent au fur et à mesure que la teneur en charge augmente en allant de 10%, 20% jusqu'à 30% pour les différentes dimensions des particules de bois. A titre d'exemple, pour les composites PVC/FB de 100 μm de taille des particules de bois, les valeurs de la densité sont 1,25, 1,2 et 1,19 pour des proportions en charge de 10, 20 et 30% respectivement. Cependant pour une teneur en charge donnée, la densité n'est pas influencée par la taille ou la dimension des particules de bois incorporée dans la matrice PVC. C'est à dire que les profils ont des variations de densité similaires pour les quatre classes de la taille des particules de bois utilisées (50 μm , 100 μm , 160 μm et 200 μm). Les résultats trouvés concordent parfaitement avec ceux de *B.J.Lee et al* [83], qui suggèrent que la densité des composites polypropylène / fibre de bois ne varie pas avec la longueur des fibres.

IV.2.1.2 Test d'absorption d'eau

L'affinité de la charge végétale avec l'eau est l'un des inconvénients majeurs de son utilisation comme renfort dans le domaine des composites. Cette partie de l'étude est consacrée à l'effet du taux et de la dimension des particules de la farine de bois sur le taux d'absorption d'eau. Plusieurs autres facteurs tels que la taille et la géométrie (forme) des particules de la farine de bois, la présence d'autres espèces dans le composites ainsi que la proportion matrice/charge peuvent influencer sur le phénomène d'absorption des composites [102].

a) Effet du taux de la farine de bois sur l'hydrophilie des composites PVC/Farine de bois à différentes dimensions des particules de bois.

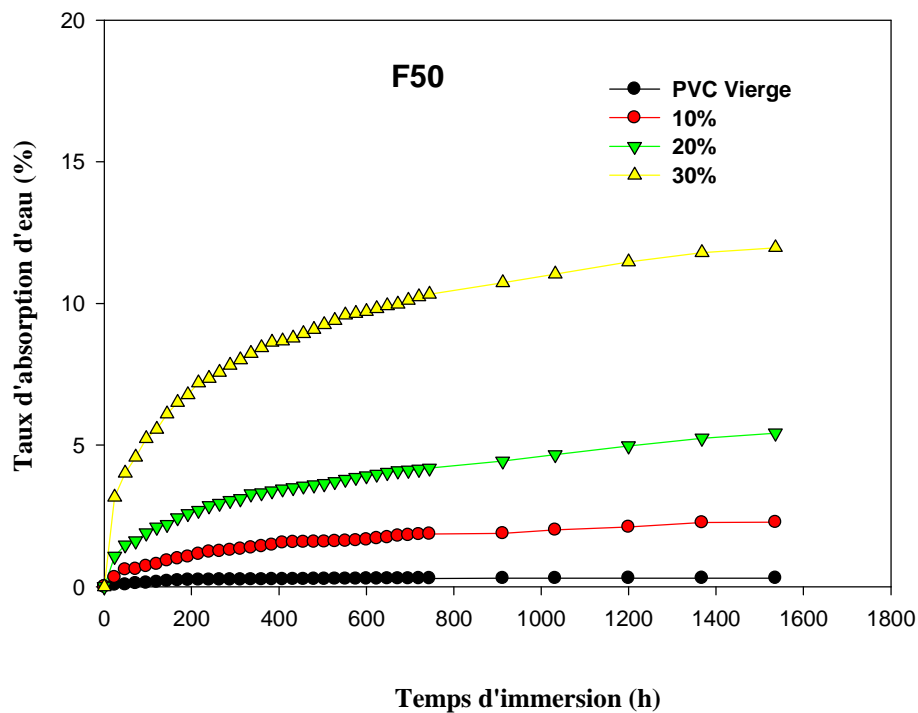


Fig. 20 : Evolution du taux d'absorption d'eau des différents composites PVC/Farine de bois de dimension 50µm en fonction de temps d'immersion.

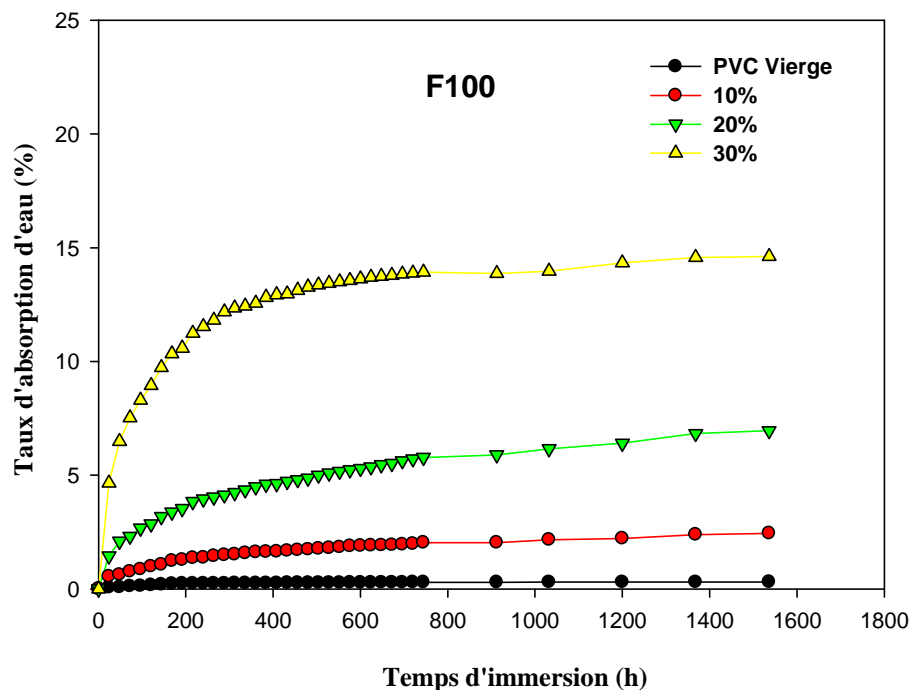


Fig. 21: Evolution du taux d'absorption d'eau des différents composites PVC/Farine de bois de dimension 100µm en fonction de temps d'immersion.

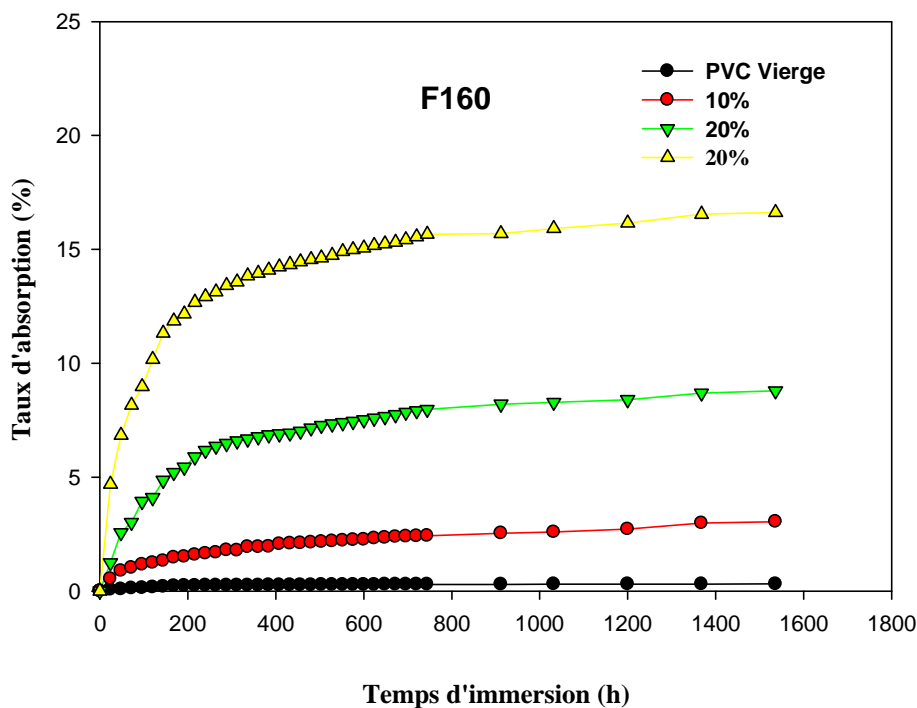


Fig. 22 : Evolution du taux d'absorption d'eau des différents composites PVC/Farine de bois de dimension 160µm en fonction de temps d'immersion.

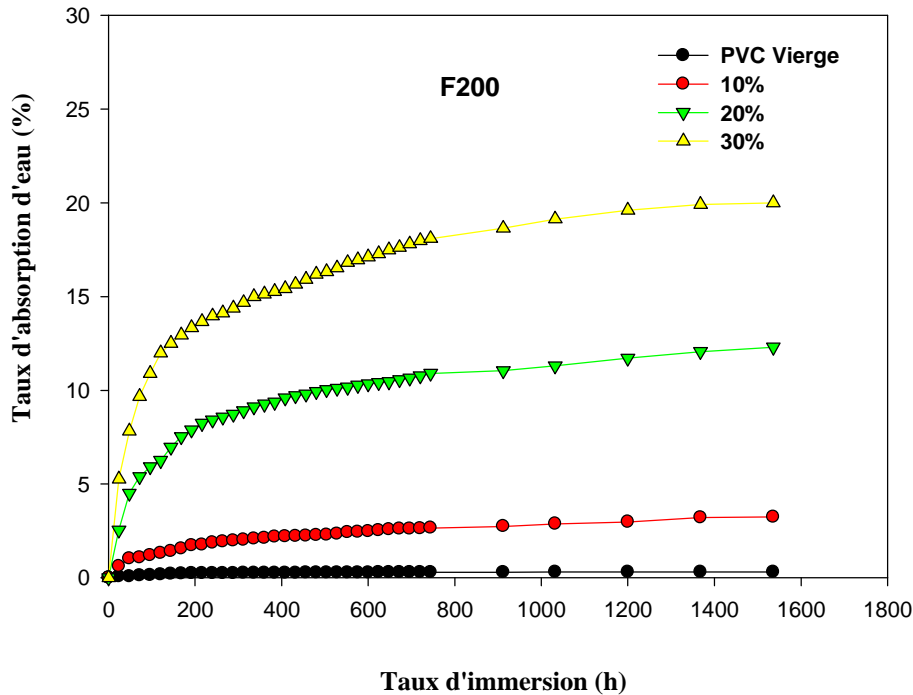


Fig. 23 : Evolution du taux d'absorption d'eau des différents composites PVC/Farine de bois de dimension $200\mu\text{m}$ en fonction de temps d'immersion.

L'évolution du taux d'absorption d'eau des composites PVC/FB à différents taux de charge et à différentes tailles de particule en fonction du temps, après deux mois d'immersion dans l'eau sont illustrées sur les figures 20, 21, 22 et 23. On peut voir clairement sur les courbes expérimentales que l'absorption massique d'eau augmente avec le temps d'immersion et le taux de charge incorporée dans la matrice PVC quelque soit la taille des particules de bois. Ce phénomène est lié à la composition de la charge, riche en cellulose. Cette dernière renferme dans sa structure des groupements hydroxyles OH (figure 5), ces derniers forment avec les molécules d'eau des liaisons hydrogènes, donc plus la teneur en charge est élevée, plus l'absorption massique d'eau devient plus important. Ce résultat est en accord avec les résultats observés par *Esperet et al* [48] et *Joseph et al* [103] qui ont constaté que le caractère hydrophile des fibres est responsable de l'absorption de l'eau. A titre d'exemple, pour les formulations allant de 10, 20 et 30% avec les particules de bois de $50\mu\text{m}$ de dimension, on estime les gains en poids à 2,27%, 5,42% et 11,97% après deux mois d'immersion dans l'eau respectivement. Pour la formulation non chargée (PVC

vierge), on enregistre un gain en poids que de l'ordre 0,06% en 24 h, et ne dépasse pas 0,3% après deux mois d'immersion dans l'eau, Ce résultat est attendu, du fait que le Polychlorure de vinyle est apolaire, ce qui lui confère le caractère hydrophobe. Ces résultats sont en accord avec ceux rapporté par A. Blaga *et al* [104].

b) Effet de la dimension des particules de la farine sur l'hydrophilie des composites PVC/Farine de bois.

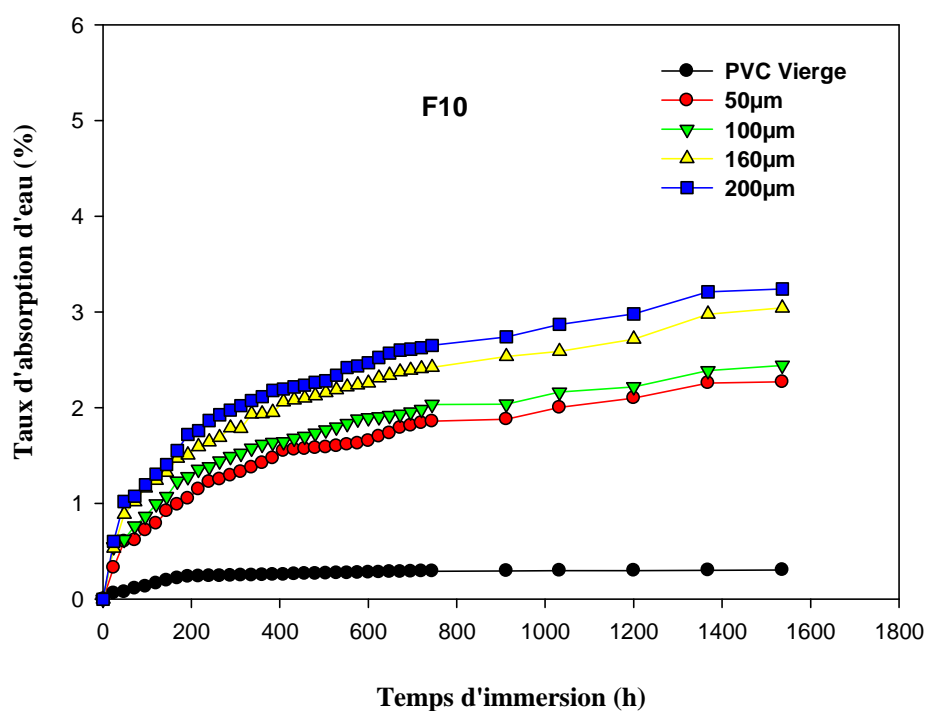


Fig. 24: Evolution du taux d'absorption d'eau des composites F10 à différentes tailles des particules de bois en fonction du temps d'immersion.

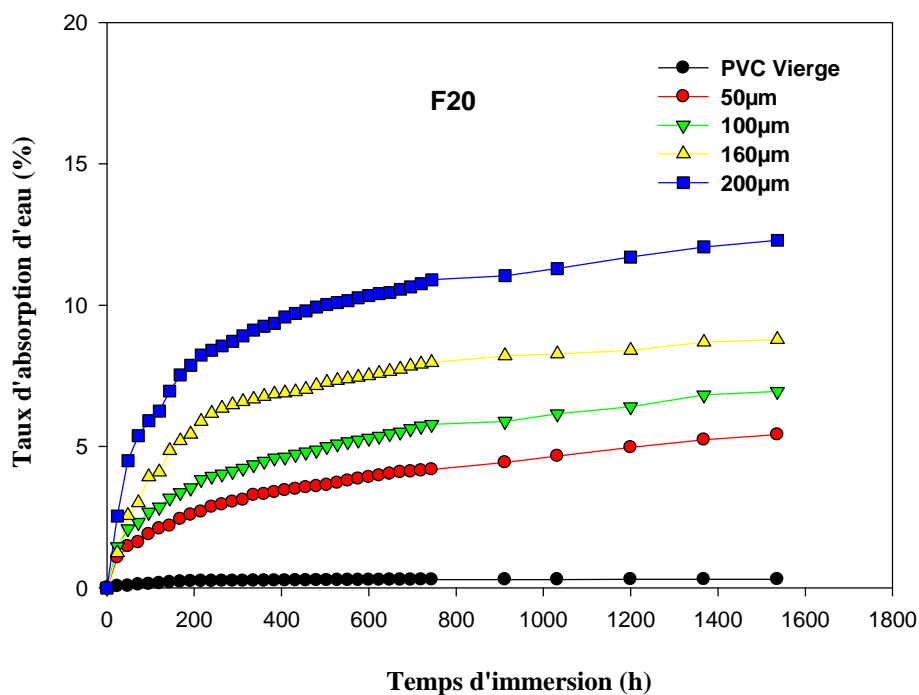


Fig. 25 : Evolution du taux d'absorption d'eau des composites F20 à différentes tailles des particules de bois en fonction du temps d'immersion.

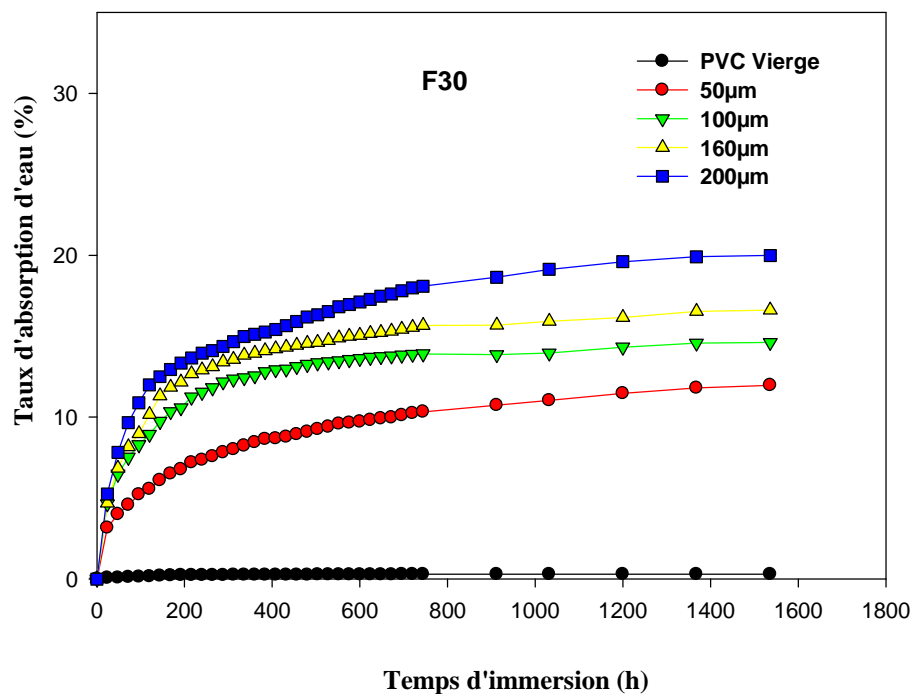


Fig. 26 : Evolution du taux d'absorption d'eau des composites F30 à différentes tailles des particules de bois en fonction du temps d'immersion.

Les figures 24, 25 et 26 représentent la variation du taux d'absorption d'eau des composites PVC/FB chargés à différentes teneurs en charge (10, 20 et 30%) respectivement pour différentes dimensions des particules de bois en fonction du temps d'immersion dans l'eau. Pendant toute la période d'immersion et pour un taux fixe de farine de bois les figures 24, 25 et 26 montrent clairement que la taille des particules influe sur le taux d'absorption d'eau. Les taux d'absorption d'eau des échantillons augmentent proportionnellement avec la taille des particules de bois. A titre d'exemple, pour les formulations F30 la taille des particules de bois incorporées varie de 50 μ m, 100 μ m, 160 μ m et 200 μ m, on enregistre après deux mois d'immersion dans l'eau des gains de masse de 11,97%, 14,62%, 16,63% et 19,99% respectivement (figure 27). Nous proposons deux explications plausibles : (1) les particules fines sont plus isolées par la matrice hydrophobe, (2) avec les plus grandes particules, l'eau diffuse sur une plus grande distance sans interruption, favorisant une absorption de l'eau plus rapide. Ce résultat est attendu puisque *Takatanil et al [47]* ont constaté que les farines de bois (0,125mm) ont fourni une meilleure résistance à l'eau que les plus grosses (0,850mm). *Steckel et al [86]* ont également constaté que les fibres les plus courtes donnent des composites bois-plastiques avec une meilleure stabilité dimensionnelle. De plus, l'absorption massique d'eau des fibres longues est de 72% plus grande que celle des fibres courtes *S. Migneault et al [105]*.

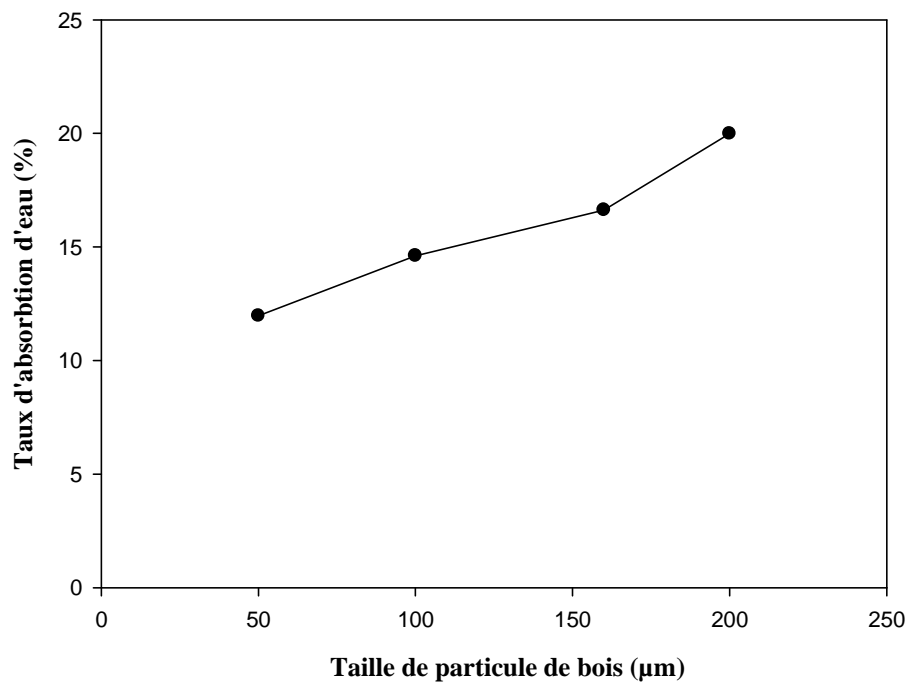


Fig. 27 : Evolution du taux d'absorption d'eau des composites F30 en fonction de la taille des particules de bois.

IV.2.2 Caractérisation mécaniques

L'intérêt de l'incorporation de charge ou de fibres cellulosiques dans les matériaux composites est d'améliorer les propriétés mécaniques de ce dernier. La majorité des auteurs se rejoignent sur la dépendance de celles-ci à la fois, de la nature de la charge, de sa taille et de sa fraction mais également de l'état de dispersion dans la matrice utilisée.

L'effet du taux et la dimension (taille) des particules de la farine de bois sur les propriétés mécaniques des composites PVC/Farine de bois a été étudié. Les caractéristiques mécaniques étudiées sont la contrainte à la rupture (σ_r), l'allongement à la rupture (ϵ_r) et le module d'Young (E).

IV.2.2.1 Essai de traction

IV.2.2.1.1 Evolution de la contrainte à la rupture

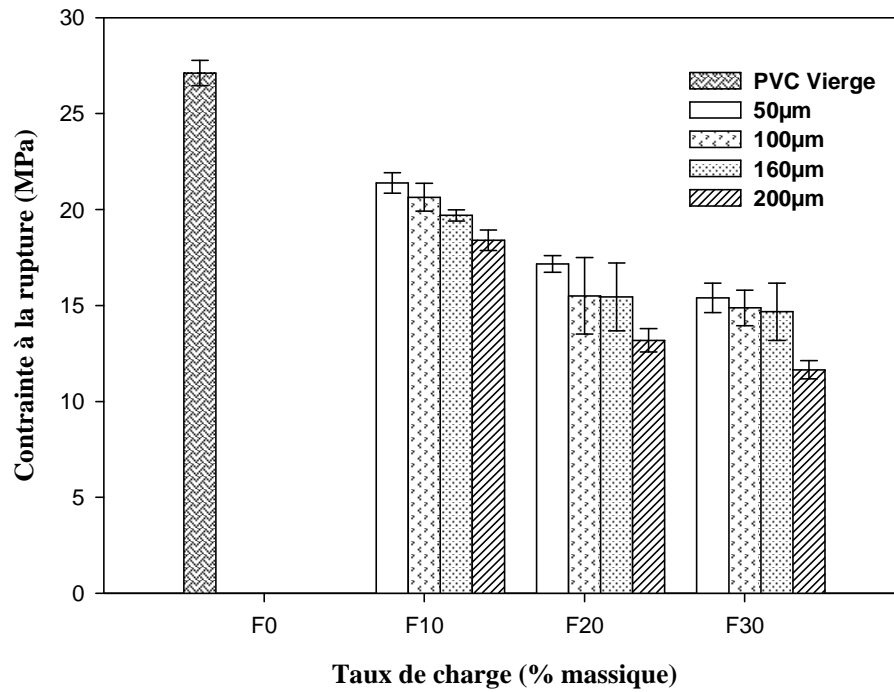


Fig. 28 : Evolution de la contrainte à la rupture des composites PVC/FB à différentes tailles des particules en fonction du taux de charge.

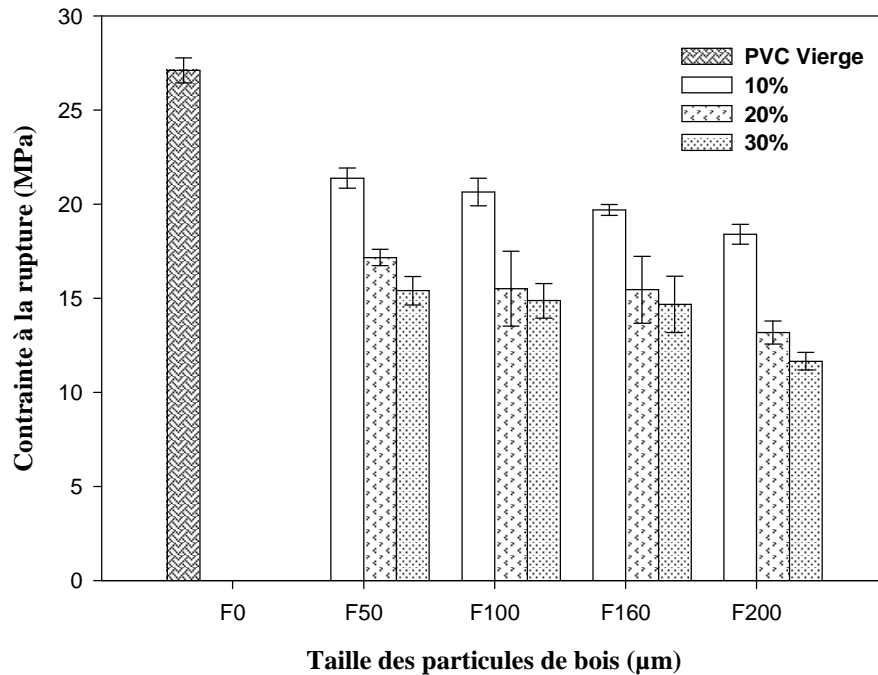


Fig. 29 : Evolution de la contrainte à la rupture des composites PVC/FB à différents taux de charge (10, 20 et 30%) en fonction de la taille des particules de bois.

L'évolution de la contrainte à la rupture des composites PVC/FB en fonction de la teneur en charge et de la dimension des particules de bois sont illustrées sur les figures 28 et 29 respectivement. On constate une diminution de contrainte à la rupture pour les composites chargées avec la farine de bois comparé au PVC non chargé. A titre d'exemple cette baisse est évaluée à 32, 51 et 57 % pour les formulations allant de 10, 20 et 30%, de dimension des particules de 200µm respectivement. Ces résultats sont prévisibles et sont en accord avec beaucoup de travaux de *NM .Stark, R. E. Rowlands* [50], *B. Sanschagrín* [82] et *J. Simonsen* [106]. Ils ont attribué cette baisse à la diminution de la force de liaison entre la fibre et la matrice qui obstrue la propagation d'effort. Cette diminution augmente au fur et à mesure que le taux et la dimension des particules de bois augmente, cela peut s'expliquer par la tendance des particules de bois à se regrouper en formant des agglomérats qui induisent des hétérogénéités et un transfert de contrainte non uniforme au sein de la matrice, par conséquent il se produit une fragilisation du matériau composite. Il s'ajoute à cela une

faible adhésion interfacial PVC / FB à cause du caractère antagoniste (matrice PVC hydrophobe et la charge FB hydrophile). *K. Oksman, C. Clemons* [42] ont montré que de petites particules bien dispersées augmentent généralement les propriétés de résistance. *Mansur et al* [95] notent que de petites particules bien dispersées augmentent généralement les propriétés mécaniques. De plus, les composites contenant une teneur de 30% en fibres de bois fournissent de bonnes propriétés mécaniques. En effet au-delà de cette proportion, de nombreux problèmes comme la faiblesse des liens mécaniques apparaissent. *E. G. Myers* [107] ont constaté que les fines particules de bois (0,420mm) ont fourni des résistances en traction et en flexion plus élevées que les grosses particules (0,840mm).

IV.2.2.1.2 Evolution de l'allongement à la rupture

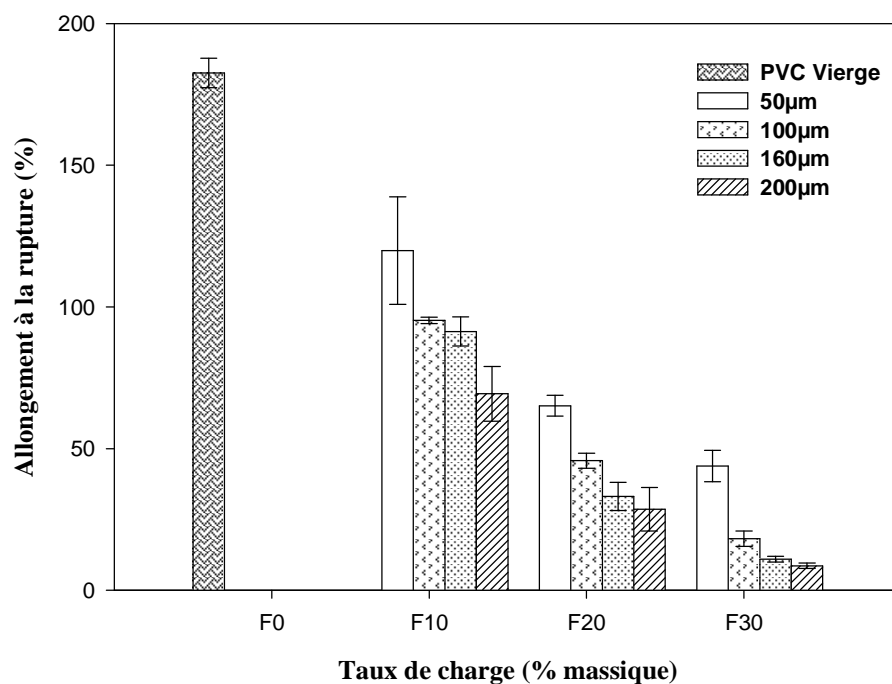


Fig. 30: Evolution de l'allongement à la rupture des composites PVC/FB à différentes tailles des particules en fonction de taux de charge (10, 20 et 30%).

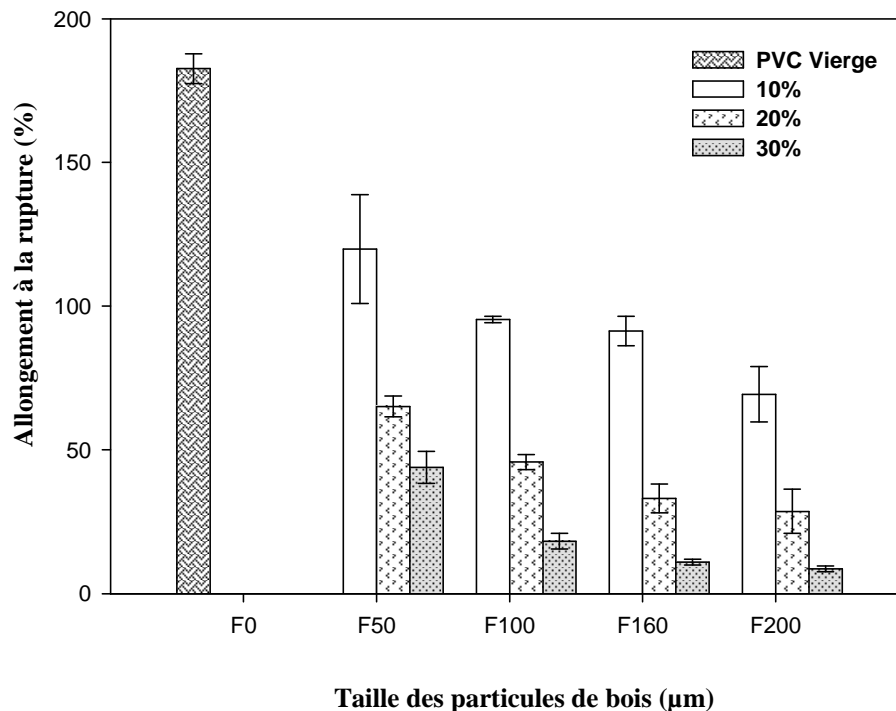


Fig. 31 : Evolution de l'allongement à la rupture des composites PVC/FB à différents taux de charge (10, 20 et 30%) en fonction de la taille des particules de bois.

La variation de l'allongement à la rupture en fonction de la teneur de la farine, de la dimension des particules de bois sont présentées sur les figures 30 et 31 respectivement. On observe que la tendance générale des histogrammes est similaire pour l'ensemble de composites élaborées PVC/FB à différents taux de la farine, de la dimension des particules de bois, caractérisée par une baisse significative de l'allongement à la rupture avec l'augmentation de la teneur et de la taille des particules de bois. Ce constat est en parfait accord avec beaucoup d'auteurs, tel que celui *B. A. Acha et al* [91], *T. T. L. Doan et al* [92], *S. J. Kim et al* [97]. La détérioration de cette propriété est principalement due à l'incorporation de la farine de bois de caractère rigide dans la matrice PVC, qui réduit la mobilité des chaînes polymériques, ce qui accélère la rupture des éprouvettes à de faibles contraintes. Le pourcentage de perte de l'allongement à la rupture est nettement amoindri pour les composites préparés avec la farine de bois de dimension égale à 200µm, que celle de dimension des particules de 50µm. en effet on estime une perte de l'allongement à la rupture d'environ 62,04%, 84,34% et 95,27% pour les formulations allant de 10, 20 et 30% de dimensions des

particules est $200\mu\text{m}$, alors que celles de $50\mu\text{m}$, elles se situent aux environs de 34,35%, 64,35% et 75,97% respectivement par rapport au PVC vierge.

IV.2.2.1.3 Evolution du module d'Young

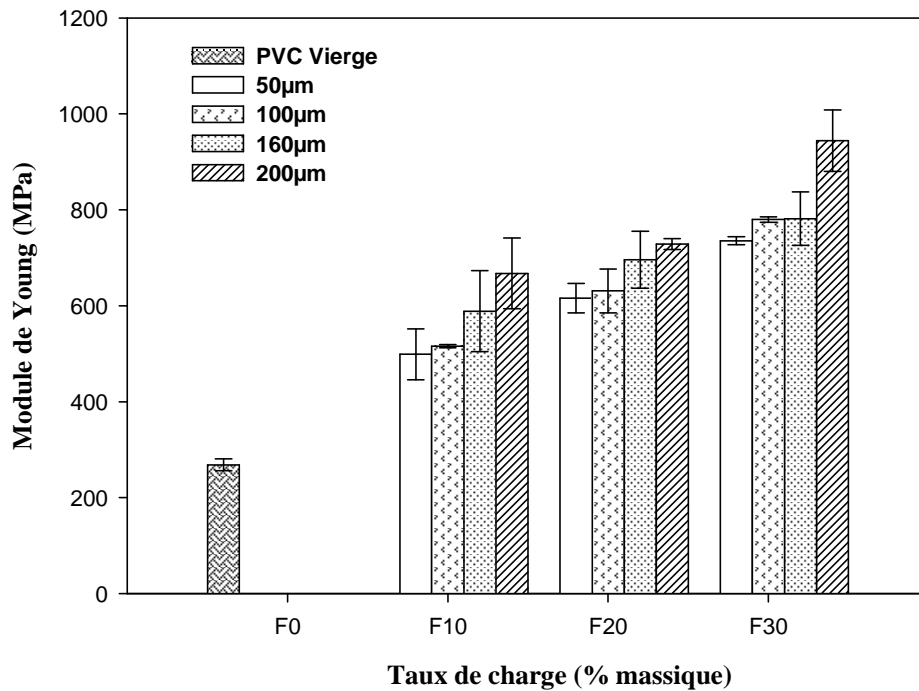


Fig. 32 : Evolution du module d'Young des composites PVC/FB à différentes tailles des particules en fonction de taux de charge (10, 20 et 30%).

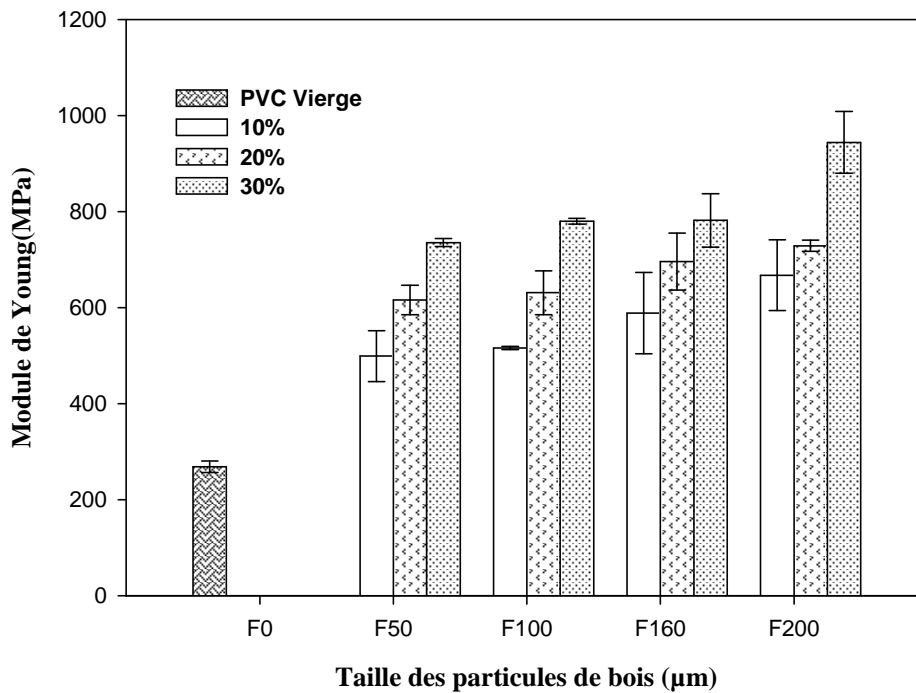


Fig. 33: Evolution du module d'Young des composites PVC/FB à différents taux de charge (10, 20 et 30%) en fonction de la taille des particules de bois.

Les figures 32 et 33 mettent en évidence l'évolution du module d'Young des composites PVC/FB en fonction du taux de la farine, de la dimension des particules de bois respectivement. L'introduction de la farine de bois dans la matrice PVC augmente la rigidité du matériau, et réduit leur élasticité. Autrement dit le module d'Young augmente et cette augmentation est d'autant plus importante que la teneur et la taille des particules de bois sont élevées (figure 32 et 33). En effet, lorsqu'on augmente la proportion de la charge de 10% à 30% pour la même taille soit 200 µm, les modules d'Young passent de 667 à 944 MPa, cela s'explique par le fait que les particules de bois de caractère rigide ont tendance à former une armature à l'intérieur des composites conduisant à une grande résistance. C'est ce qu'ont remarqué *NM. Stark, R. E. Rowlands* [50], qui ont examiné les effets de tailles des particules de bois (500, 210, 125 et 62 µm) sur les propriétés mécaniques des matériaux composites préparés avec du polypropylène. Ils ont constaté que le facteur de forme, indépendamment de la

taille des particules de bois, a une grande influence sur la résistance mécanique et la rigidité des composites.

IV.2.2.2 Test de Dureté Shore D

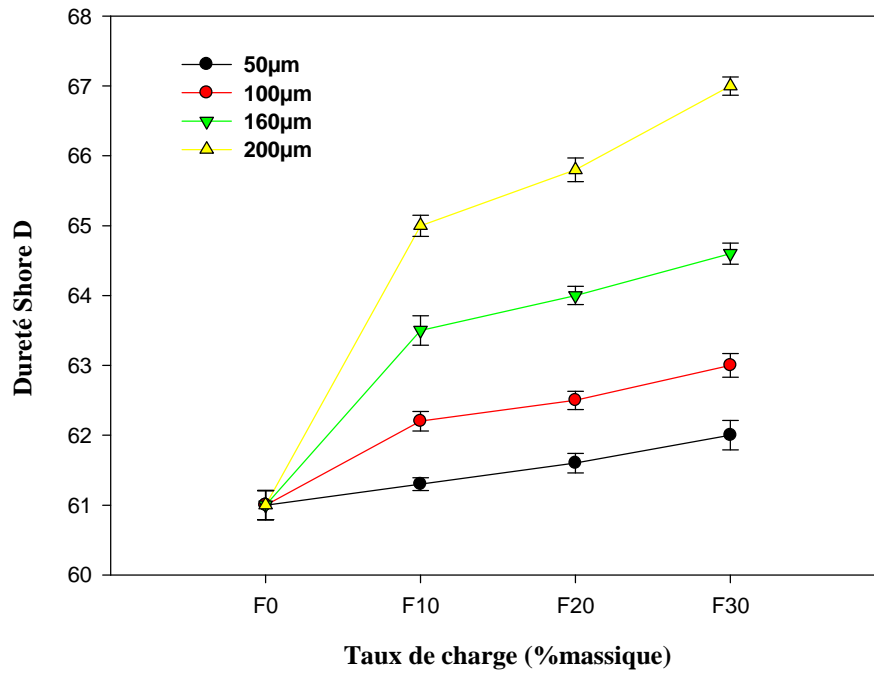


Fig. 34: Variation de la dureté des composites PVC/FB à différentes tailles des particules de bois en fonction de taux de charge (10, 20 et 30%).

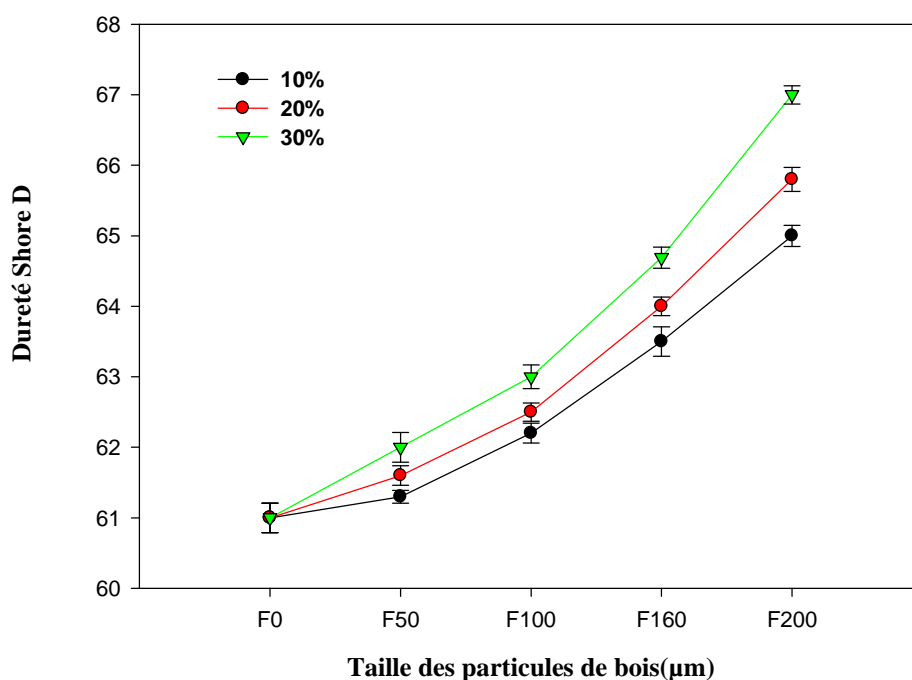


Fig. 35 : Variation de la dureté des composites PVC/FB à différents taux de charge (10, 20 et 30%) en fonction de la dimension des particules de bois.

D'après les figures 34 et 35, l'allure générale des courbes est la même pour les différents composites PVC/FB, caractérisés par une augmentation significative de la dureté avec l'incorporation de la farine à différents diamètres des particules de bois. Cette augmentation est d'autant plus importante que le taux et la dimension des particules de bois sont élevés. Ces résultats sont prévisibles dans la mesure où la farine de bois est constituée de microfibrilles de cellulose qui est classée parmi les fibres dures ce qui se traduit par la difficulté de la pénétration de l'aiguille du duromètre dans le matériau composite. A titre d'exemple on enregistre une augmentation de 6,56%, 7,87% et 9,84% pour les composites PVC/FB de teneur en charge (10, 20 et 30%) avec la dimension des particules de bois est de 200μm comparés au PVC vierge.

IV.2.3 Caractérisation thermique (ATG/DTG)

La stabilité thermique des composites polymère-fibres végétales est une propriété très importante pour les choix des procédés de transformation de ces matériaux et

leurs usages. La fabrication de tels matériaux est effectuée à des températures élevées. Par conséquent, la dégradation des charges lignocellulosiques peut se produire pendant leurs transformations. A cet effet, les matériaux composites que nous avons élaborés ont été soumis à une analyse thermique (ATG-DTG). Cette analyse a pour but de déterminer l'effet de la taille des particules de bois incorporées dans la matrice PVC sur les propriétés thermiques des composites. Les différents paramètres thermiques tirés des thermogrammes TG-DTG sont reportés sur le tableau 13.

Tableau 13 : Les paramètres thermiques des différents composites.

<i>Echantillons</i>	<i>Température de début de décomposition (°C)</i>	<i>Gammes de températures de la 1^{ière} perte de masse (°C)</i>	<i>Température et vitesse max de la 1^{ière} perte de masse (°C et%/min)</i>	<i>Gammes de températures de la 2^{ière} perte de masse (°C)</i>	<i>Température et vitesse max de la 2^{ière} perte de masse (°C et%/min)</i>	<i>Taux de résidu (%)</i>
<i>F0</i>	248,2	248-306	V=18,35 T=256,4	404-460	V=2,72 T=420,6	25,66
<i>F10/50</i>	229,8	229-324	V=12,92 T=272,2	397-438	V=2,53 T=413,7	19,90
<i>F20/50</i>	222,9	222-333	V=11,24 T=274,1	391-439	V=2,35 T=415,6	21,37
<i>F30/50</i>	210,6	210-337	V=9,15 T=270,0	386-442	V=2,26 T=418,3	25,27
<i>F10/200</i>	231,3	231-324	V=12,78 T=273,2	397-436	V=2,61 T=420,8	19,98
<i>F20/200</i>	223,7	223-332	V=11,03 T=274,3	389-438	V=2,33 T=413,8	19,66
<i>F30/200</i>	211,5	211-338	V=9,80 T=271,3	387-442	V=1,99 T=411,1	26,08

IV.2.3.1 Comportement thermique de la matrice polychlorure de vinyle

Le comportement thermique de polychlorure de vinyle est illustré sur la figure 36, le thermogramme ATG a permis de déterminer la température de début de décomposition (T_d) de l'échantillon. Elle correspond au premier point d'inclinaison de la droite, qui représente la ligne de base à 100% de masse de l'échantillon. On enregistre une T_d 248 °C. L'allure générale des thermogrammes TG-DTG est caractérisée par deux stades de décomposition (perte de masse). En effet, l'échantillon est stable thermiquement au dessous de 248°C. Au delà de cette température, une perte de masse de l'ordre de 46,64% est enregistrée entre 248°C et 306°C. Cette perte de masse est due au phénomène de deshydrochloration ; sous l'action de la température, le radicale du chlore résultant de la scission de la chaîne $C-Cl$ réagit avec l'hydrogène du groupement $-C-H$ adjacent pour former une liaison covalente $H-Cl$, ce qui induit une double liaison tout le long des chaînes polymériques, comme on peut associer à ce phénomène de deshydrochloration l'évaporation de plastifiant qui se fait à cet intervalle de température. Entre 306 et 404°C, aucune perte de masse n'est enregistrée, l'échantillon devient stable thermiquement. Ceci est attribué à la formation d'un nouveau polymère, après le premier stade, en l'occurrence le polyacétylène, ce dernier est plus stable thermiquement que le polychlorure de vinyle [108].

Un deuxième stade de décomposition s'étale sur un intervalle de température moins important que le premier (404-460°C), il correspond au cracking du polyacétylène. Au-delà de 460°C, un résidu stable est formé et correspond au noir de carbone.

Le thermogramme DTG enregistre une vitesse maximale de décomposition égale à 18,35% /min à 256,4°C.

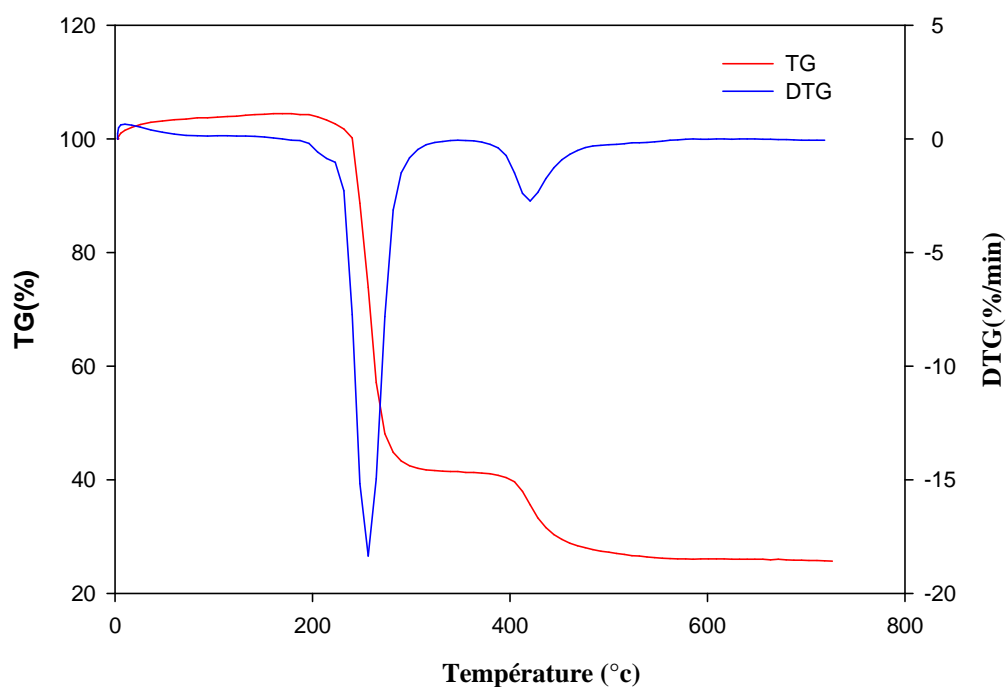


Fig. 36 : *Thermogrammes TG et DTG de la matrice polychlorure de vinyle.*

IV.2.3.2 Comportement thermique des composites PVC/FB

a) Effet de la teneur en charge à différentes tailles de particules de bois 50 μ m et 200 μ m

Les figures 37 et 38 représentent les thermogrammes TG, des différents composites élaborés avec la farine de bois de dimension 50 et 200 μ m avec différents taux de charge (10, 20 et 30%) respectivement. L'allure générale est similaire pour tous les échantillons, caractérisés par deux stades de décomposition. L'incorporation de la farine de bois dans la matrice PVC conduit à une diminution de la température de début de décomposition et cette diminution est d'autant plus grande que la teneur en charge augmente quelque soit la taille des particules de bois. Elle est estimée à 248,2°C pour le PVC vierge, 229,8°C, 222,9°C et 210,6°C pour les formulations F10/50, F20/50 et F30/50 respectivement. Cette diminution peut être attribuée à la décomposition de l'hémicellulose (l'un des constituants de la farine de bois) qui est moins stable thermiquement que la cellulose et la lignine,

elles se dégradent généralement à des températures comprises entre 200 et 260°C [109-110].

Les premiers stades de décomposition pour les différents composites F50 et F200 correspondent, en plus des phénomènes de dégagement d'acide chlorhydrique (HCL) et d'évaporation du plastifiant, à la décomposition de l'holocellulose (cellulose et l'hémicellulose) qui se dégradent dans cette plage de température. Plus précisément la décomposition thermique de la cellulose se produit essentiellement à partir d'une température de 310°C et se fait par dépolymérisation [94]. A titre d'exemple, on enregistre une gamme de température de la première phase de décomposition de 211-338°C pour la formulation F30/200. Ces transformations qui ont lieu dans la première étape de décomposition sont à l'origine de la stabilité thermique enregistrée entre 338 et 387°C pour la formulation F30/200.

Finalement, une superposition de dégradation de la lignine et cracking de polyacétylène à lieu entre 387 et 442°C qui se termine par la formation d'un résidu stable correspond au noir de carbone.

Cependant, en analysant les thermogrammes de DTG représentées en figure 39 et 40 respectivement, on constate que les vitesses maximales enregistrées pendant la première phase de dégradation sont : 12,92, 11,24 et 9,15 (%/min) pour les formulations F10/50, F20/50 et F30/50 respectivement, correspondant à des températures de dégradations maximales de 272,2°C, 274,1°C et 270,0°C qui sont nettement supérieures à la température maximale du PVC qui est de 256,4°C avec une vitesse de 18,35% /min. En dehors de la température de début de décomposition (T_d), les autres paramètres thermiques montrent clairement que la charge lignocellulosique retarde de manière significative la décomposition du polychlorure de vinyle. Autrement dit, elle joue un rôle d'inhibiteur de la dégradation thermique.

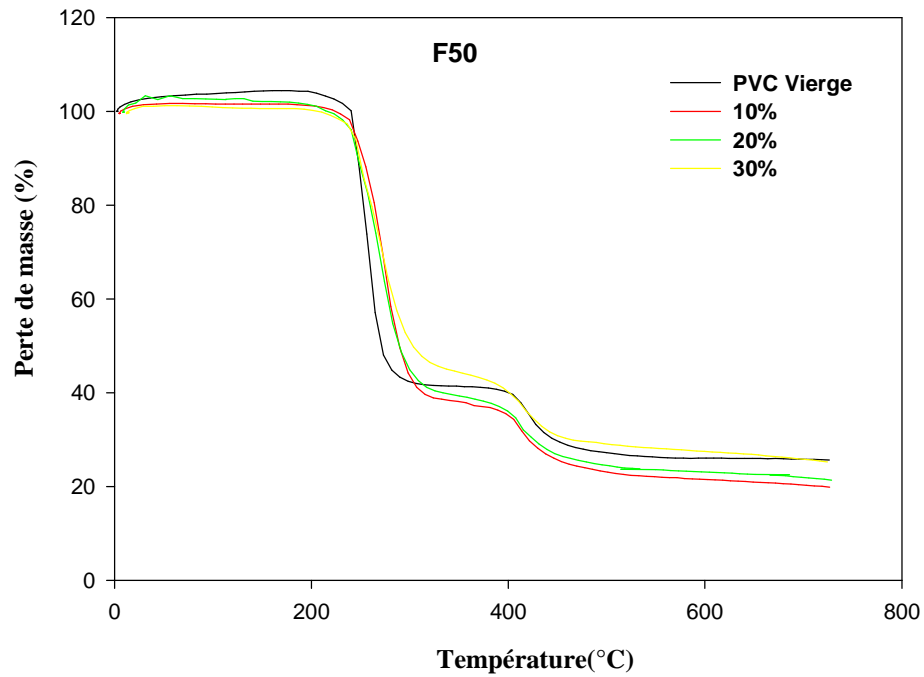


Fig. 37 : Thermogrammes ATG des composites PVC/FB pour 50µm de diamètres des particules de bois.

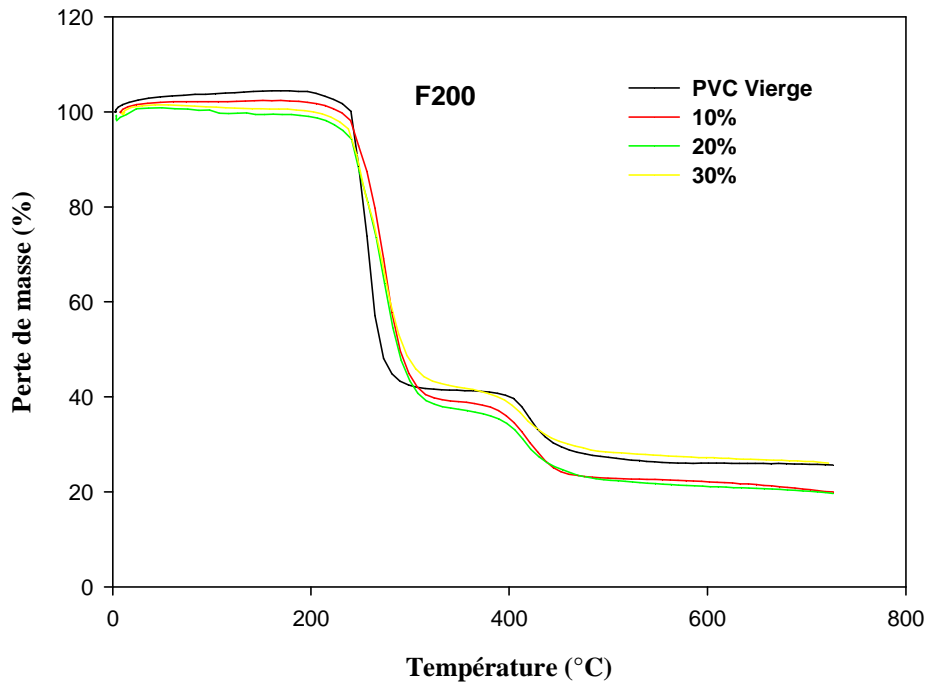


Fig. 38 : Thermogrammes ATG des composites PVC/FB pour 200µm de diamètres des particules de bois.

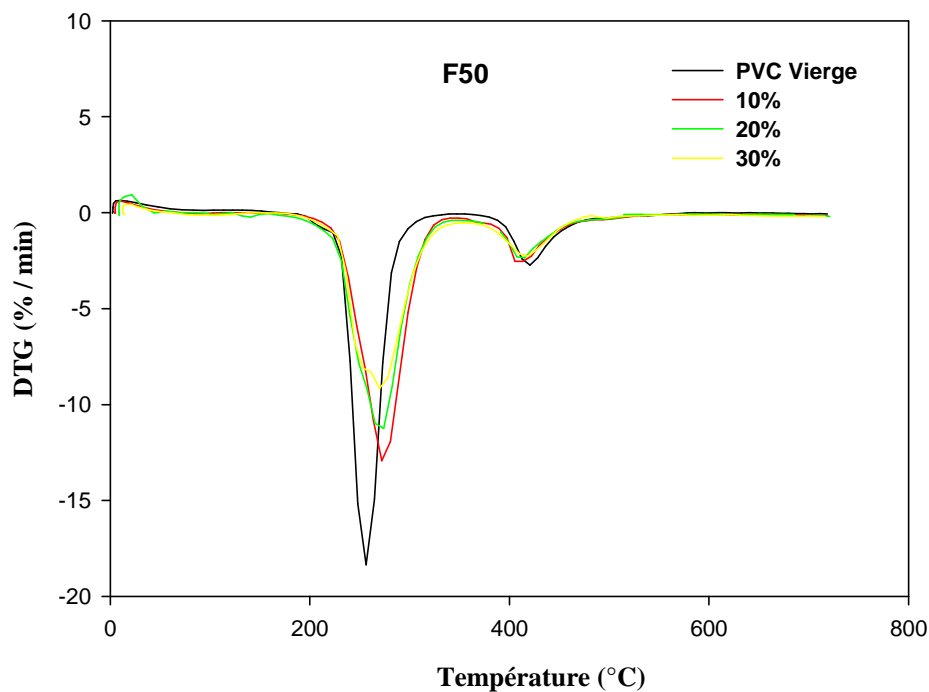


Fig. 39: Thermogrammes DTG des composites PVC/FB pour 50 μ m de diamètres des particules de bois.

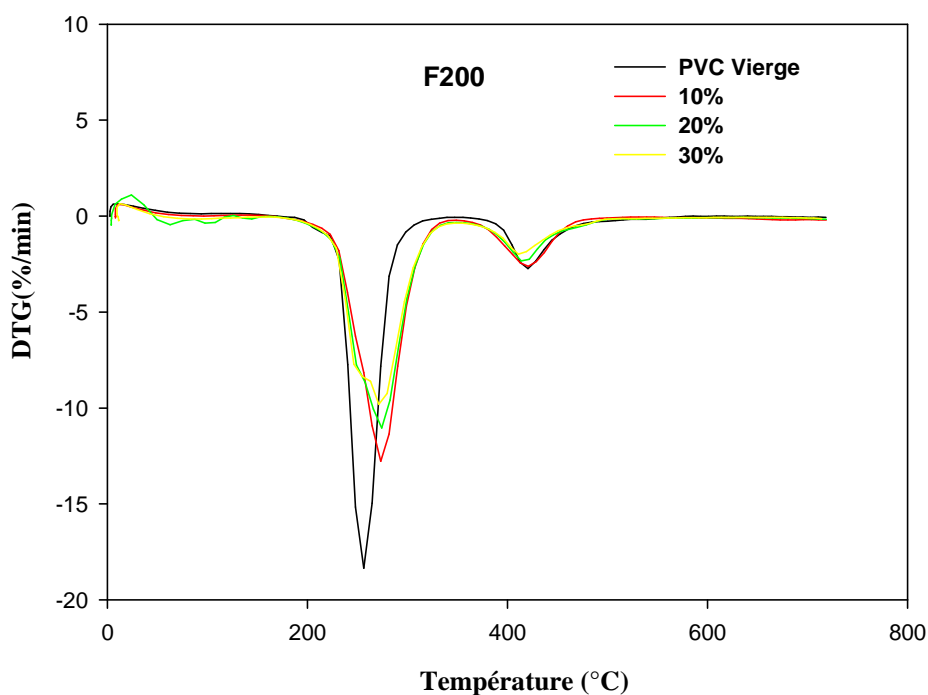


Fig. 40 : Thermogrammes DTG des composites PVC/FB pour 200 μ m de diamètres des particules de bois.

b) Effet de la taille des particules de bois sur le comportement thermique des composites

Les figures 41, 42 et 43 représentent les thermogrammes des analyses thermogravimétriques (ATG) des échantillons des composites F10, F20 et F30 pour différentes taille des particules (50 et 200 μm) en fonction de l'évolution de la température.

Ces thermogrammes présentent tous les mêmes tendances de perte de masse en fonction de l'augmentation de la température. En effet, les courbes de L'ATG des échantillons élaborés montrent deux phases principales de décomposition. Chaque phase est caractérisée par une vitesse de perte de masse spécifique.

Il apparait que la dimension des particules de bois n'a aucun effet significatif de dégradation thermique des composites élaborés.

En effet, à teneur égale de farine de bois, les thermogrammes TG et DTG des composites avec différentes taille se superposent.

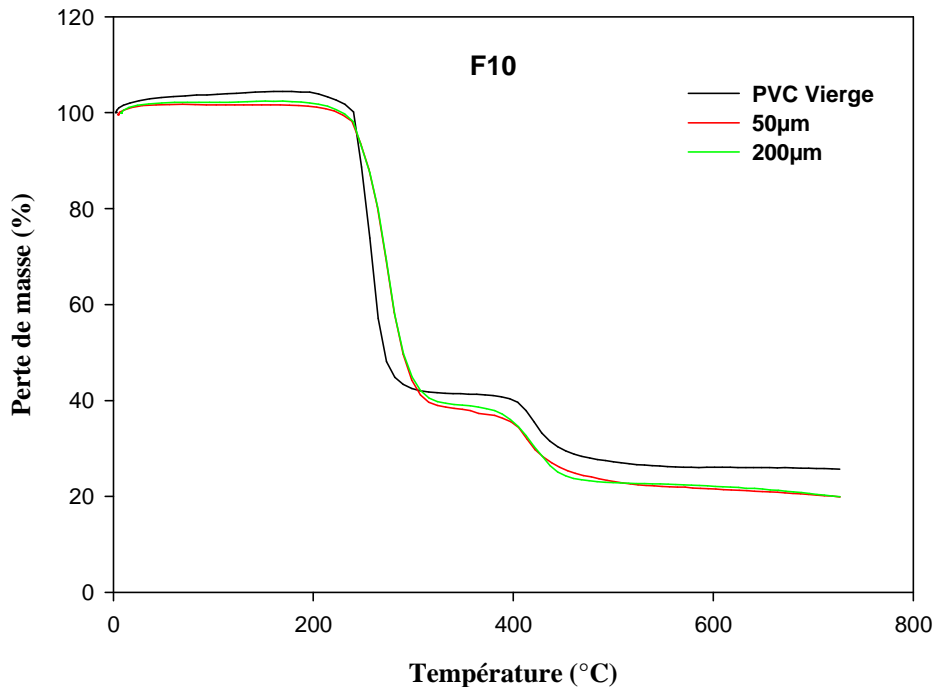


Fig. 41: Thermogrammes ATG des composites PVC/FB à 10% de la teneur en charge pour différentes tailles de particules de bois.

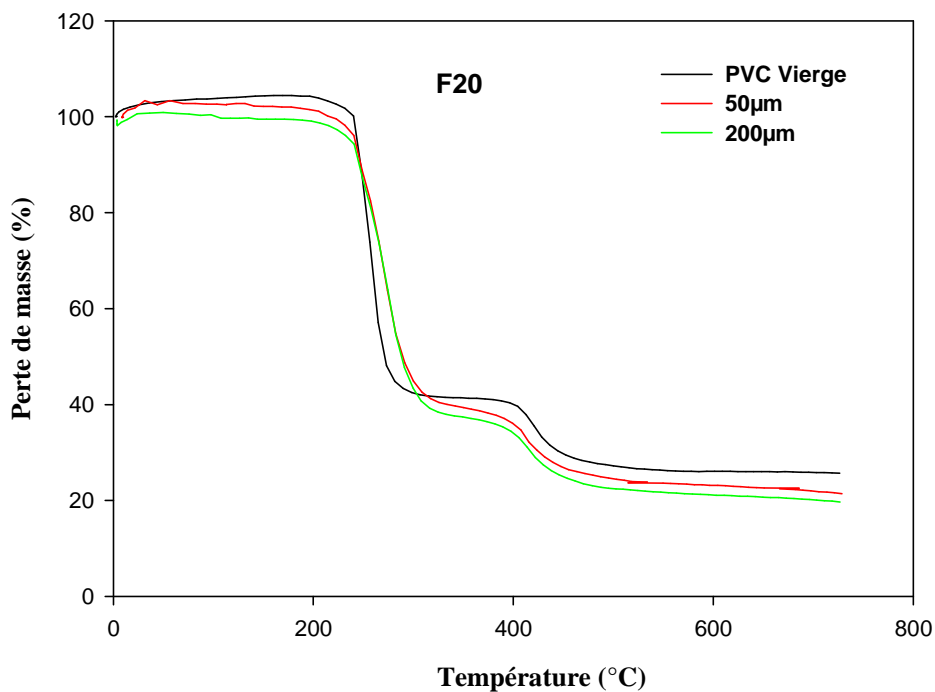


Fig. 42: Thermogrammes ATG des composites PVC/FB à 20% de la teneur en charge pour différentes tailles de particules de bois.

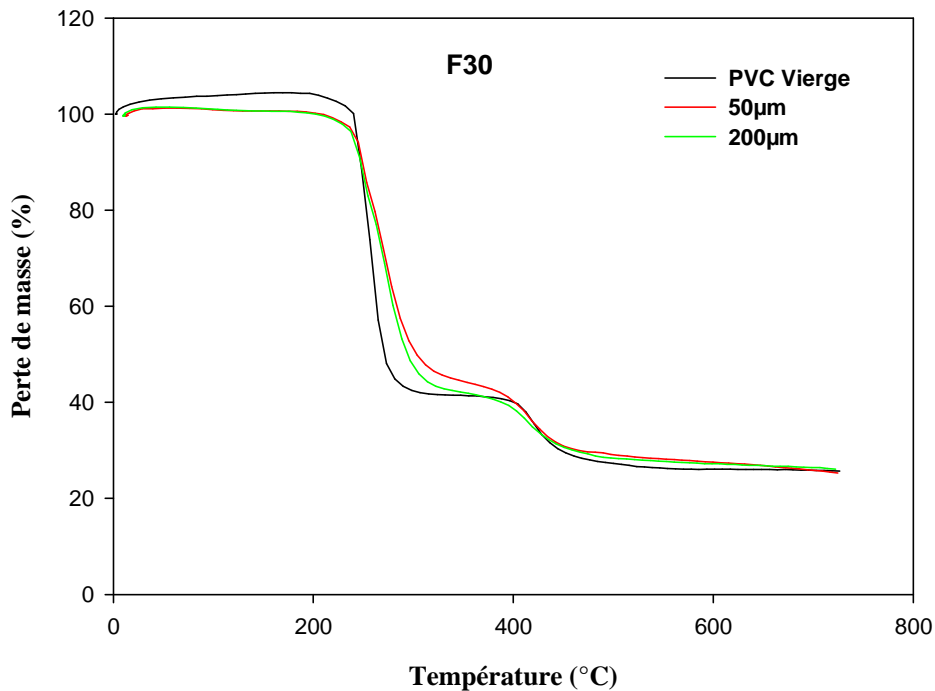


Fig. 43 : Thermogrammes ATG des composites PVC/FB à 30% de la teneur en charge pour différentes tailles de particules de bois.

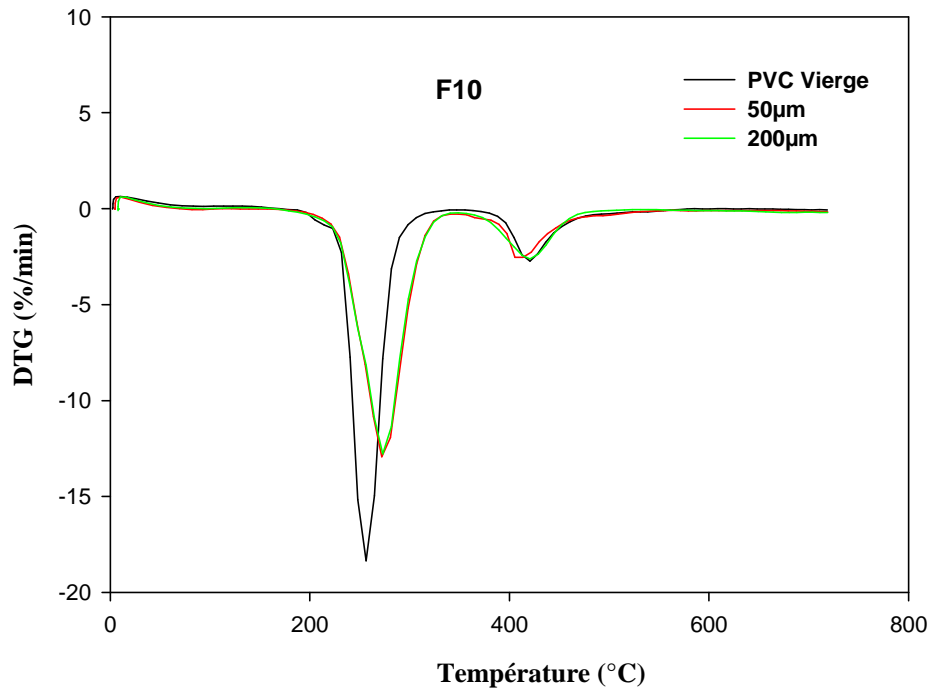


Fig. 44 : Thermogrammes DTG des composites PVC/FB à 10% de la teneur en charge pour différentes tailles de particules de bois (50µm et 200µm).

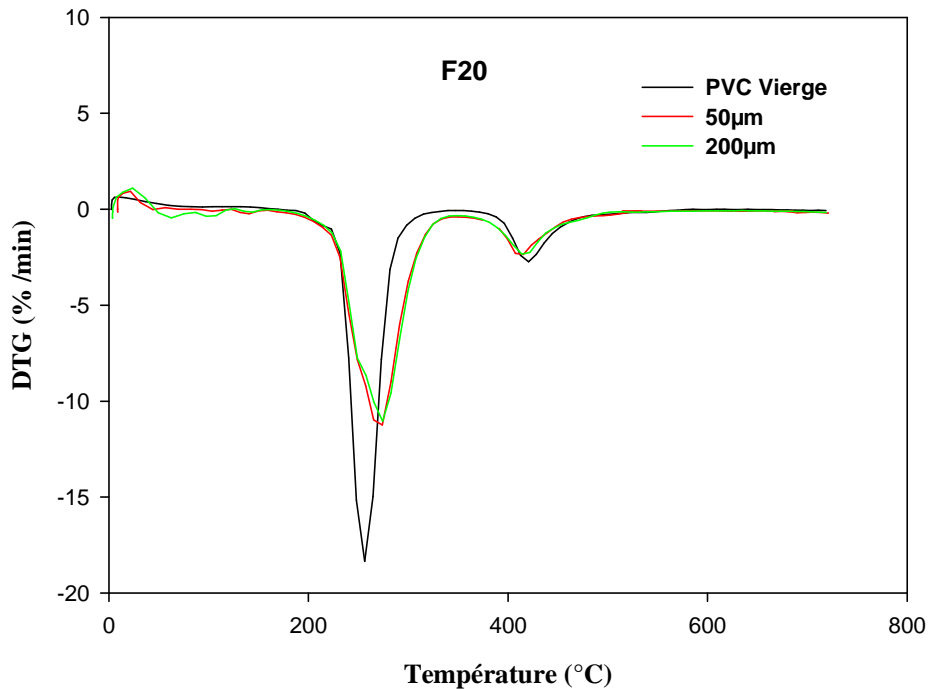


Fig. 45: Thermogrammes DTG des composites PVC/FB à 20% de la teneur en charge pour différentes tailles de particules de bois.

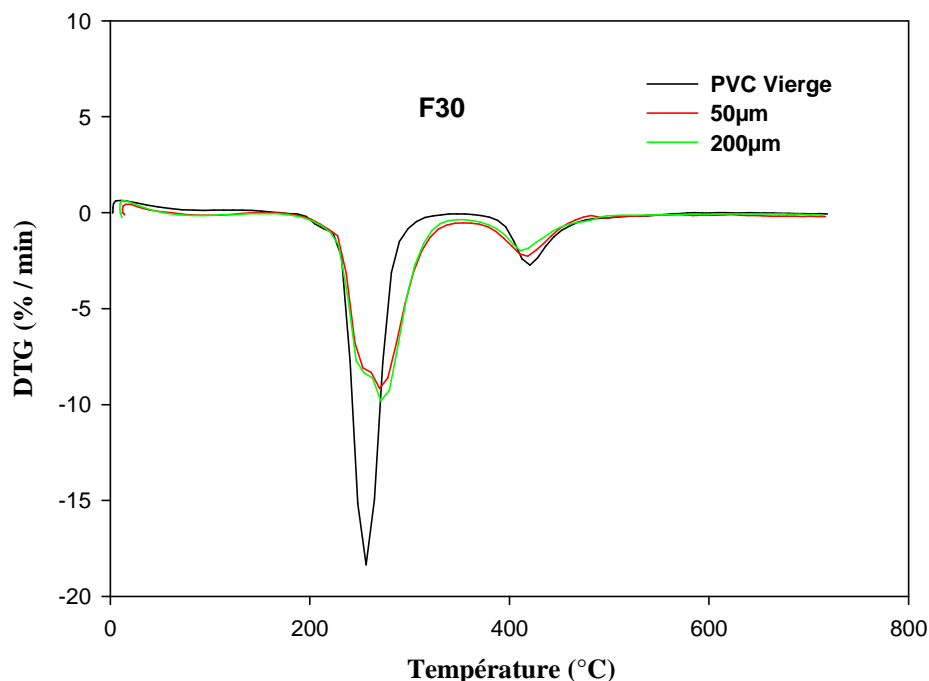


Fig. 46 : *Thermogrammes DTG des composites PVC/FB à 30% de la teneur en charge pour différentes tailles de particules de bois.*

IV.2.4 Caractérisation de l'état de dispersion de la farine de bois dans la matrice polychlorure de vinyle à différentes tailles de particules de bois

Parmi les techniques de caractérisation utilisées habituellement dans l'étude de la qualité de l'interface entre les charges, en particulier cellulosiques connues pour leur hydrophilie importante, et la matrice thermoplastique (Polychlorure de vinyle) hydrophobe, on retrouve les méthodes microscopiques comme la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage MEB, et récemment des méthodes plus sensibles dont la microscopie à force atomique MFA. D'autres méthodes sont également appliquées et qui s'appuient sur les conséquences engendrées par une meilleure adhésion et une bonne dispersion. Dans notre étude, nous avons utilisé le MEB pour une caractérisation de la morphologie des surfaces fracturées des composites.

V.2.4.1 Analyse de la Morphologie par Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Les changements induits par l'incorporation de 20% en masse de farine de bois à différentes tailles dans la matrice vierge du polychlorure de vinyle, sont observés par la microscopie électronique à balayage MEB. Les images obtenues pour les différentes formulations PVC vierge, PVC/FB à différentes tailles de particules de bois (50 μ m, 100 μ m, 160 μ m et 200 μ m) sont représentées sur figures 47, 48, 49, 50 et 51 respectivement avec une amplification de 600.

La figure 46 représentant le micrographe de la surface fracturée du PVC vierge, montre un état de surface homogène.

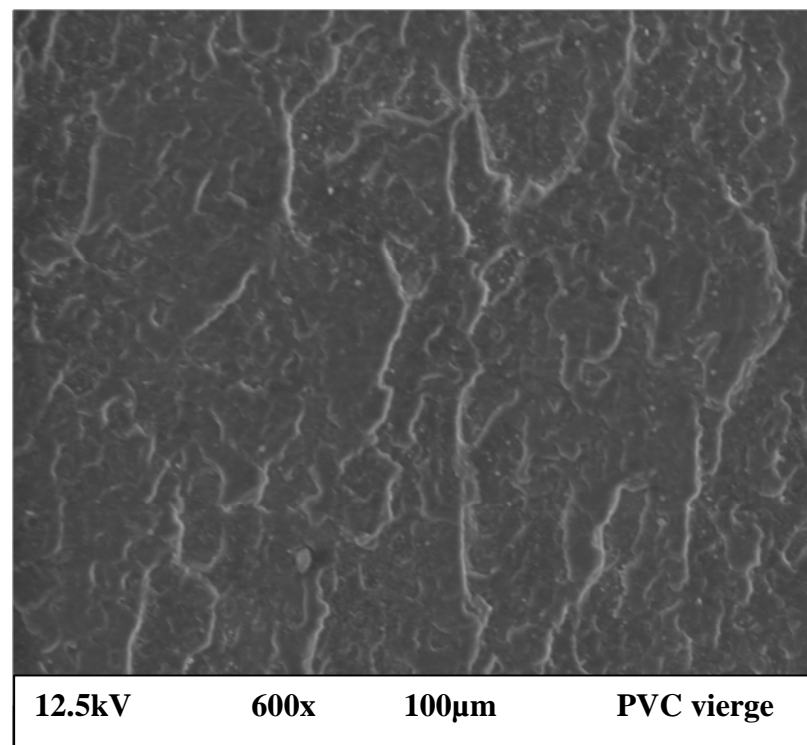


Fig. 47 : Micrographie en MEB de la surface fracturée du PVC vierge.

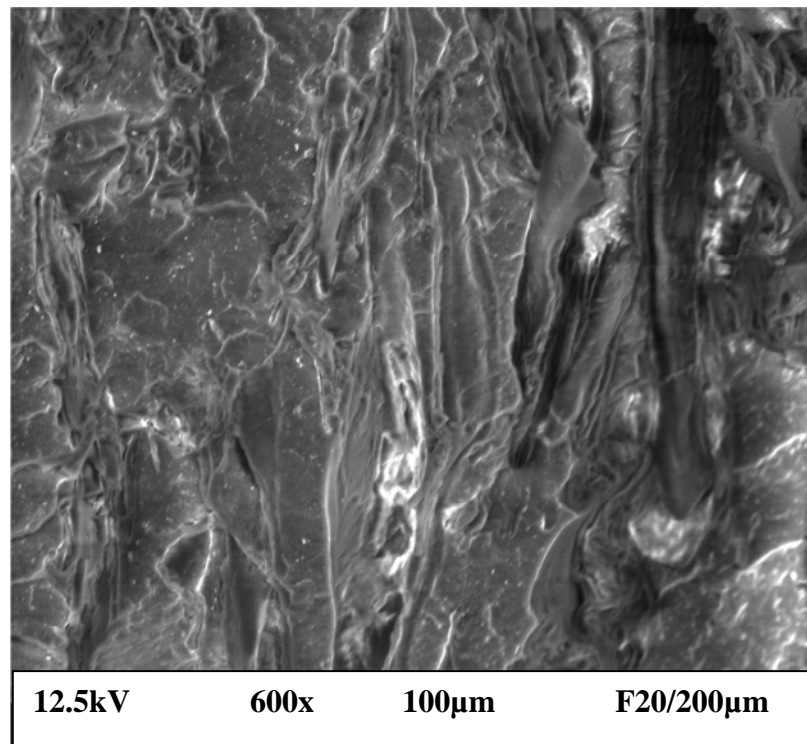


Fig. 48 : Micrographie en MEB de la surface fracturée de composite F20/200µm.

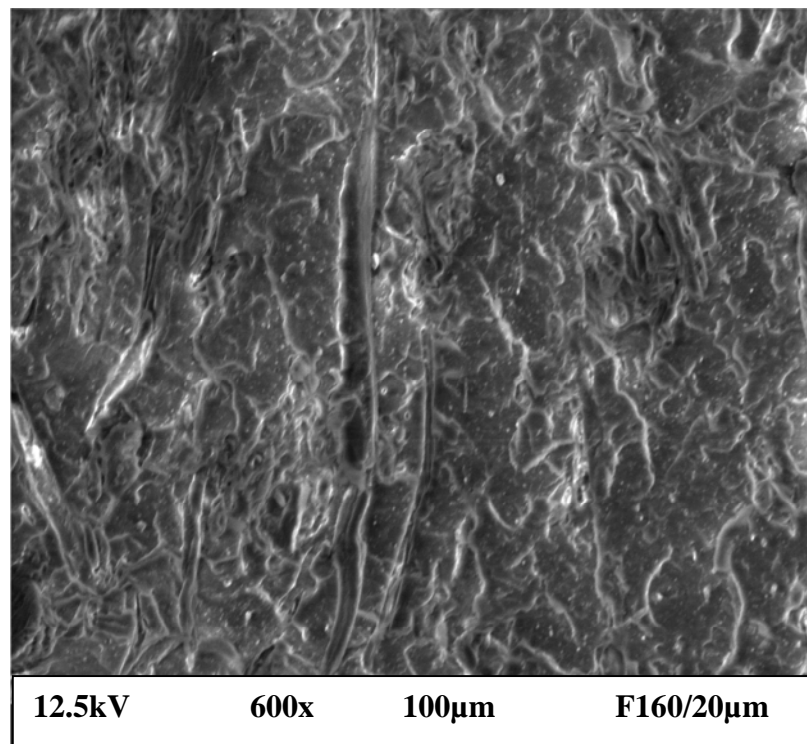


Fig. 49 : Micrographie en MEB de la surface fracturée de composite F20/160µm.

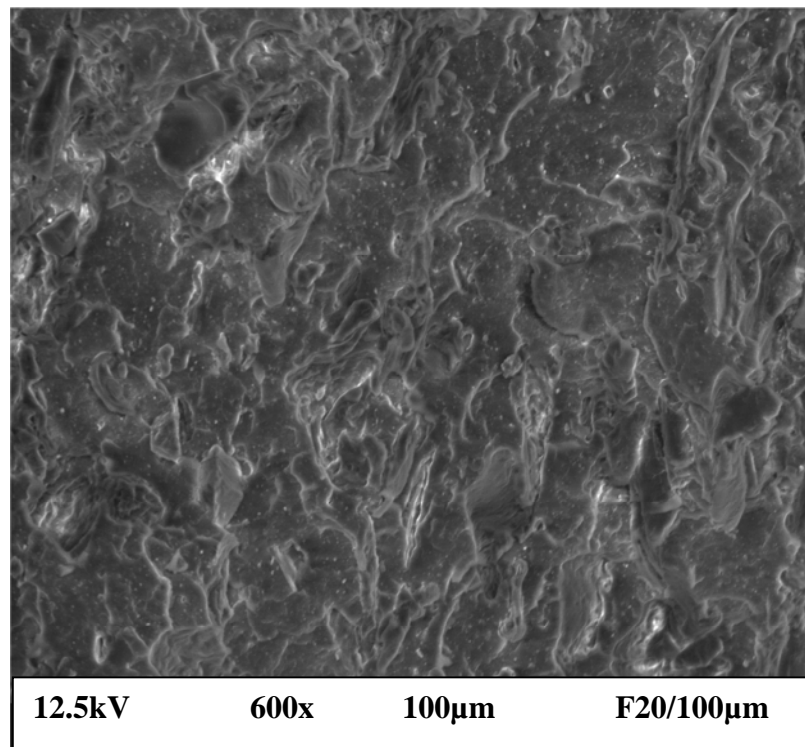


Fig. 50 : *Micrographie en MEB de la surface fracturée de composite F20/100µm.*

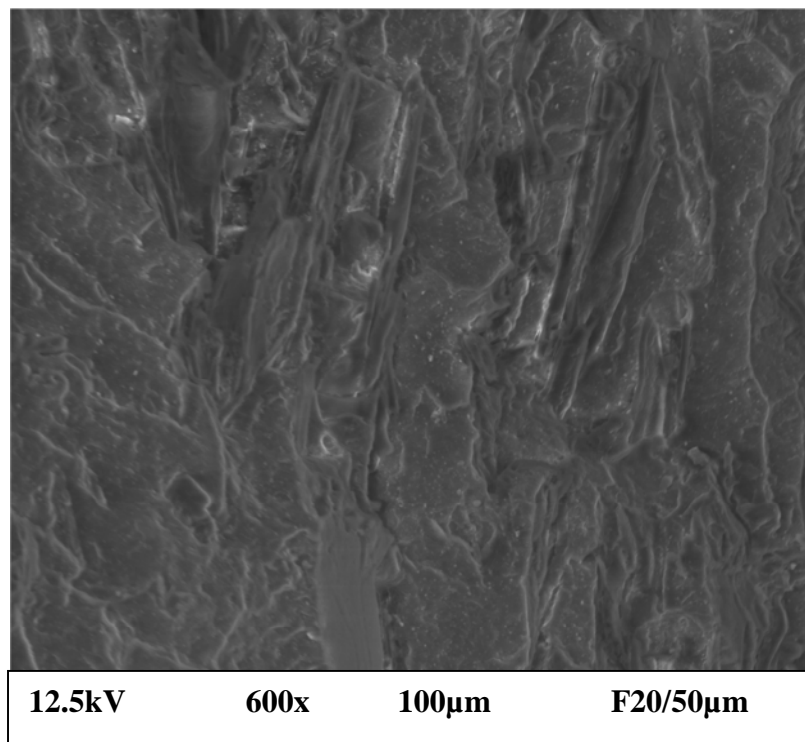


Fig. 51 : *Micrographie en MEB de la surface fracturée de composite F20/50µm.*

Les micrographes des composites des figures 47, 48 et 49 relatifs à l'incorporation de 20% en masse de la farine de bois dans la matrice PVC, décrivent nettement une surface hétérogène, irrégulière, rugueuse et la présence d'agrégats de bois de différentes tailles, totalement séparés de la matrice de polychlorure de vinyle. Ces agrégats augmentent en nombre et en dimensions avec l'augmentation de la taille des particules de bois incorporées dans la matrice du PVC. De plus, la morphologie de surface se distingue par la présence de porosités et de fissurations qui mettent en évidence d'une part l'incompatibilité des deux phases en raison de la faible adhésion interfaciale entre la farine de bois à caractère hydrophile et le PVC à caractère hydrophobe et, d'autre part, l'influence de la structure chimique et la taille des particules de bois incorporée sur la dispersion. Cependant, pour la micrographie du composite PVC/FB de 50 μ m de dimension de particules de bois est caractérisée par une réduction remarquable du nombre et de la taille des agrégats formés par la farine de bois favorisant ainsi une meilleure dispersion des particules dans la matrice polymère en comparaison avec les composites PVC/FB de taille de particules incorporée de 100 μ m, 160 μ m et 200 μ m. Ces résultats sont en bonne concordance avec ceux rapportés par *Baillif et al* [80] et *Yam et al* [81].

CONCLUSION GENERALE

L'objectif de ce travail était d'étudier l'effet de la taille des particules de bois sur les propriétés des composites PVC/FB. Quatre classes de dimension de particules ont été étudiées : 50, 100, 160 et 200 μ m. Les composites correspondants ont été préparés à partir d'une résine thermoplastique (Polychlorure de vinyle) et de farine de bois à différentes taille et avec différents proportions de charge variant entre 10 et 30 % en poids par procédé calandrage et moulage par compression. Les composites obtenus sont ensuite caractérisés par la détermination des propriétés physiques, mécaniques, thermiques et morphologiques.

L'analyse des résultats expérimentaux nous ont permis de tirer les principales conclusions suivantes :

- La densité des composites PVC/FB diminue avec l'augmentation de taux de charge. Cependant, elle ne varie pas avec la taille de particules de bois incorporées dans la matrice PVC. L'homogénéité n'est pas influencée par la taille de la charge.
- Le taux d'absorption d'eau dépend du temps d'immersion, du taux de charge, mais aussi du la taille de particules incorporées dans le PVC.
- Le comportement mécanique des composites PVC/FB montre qu'avec l'augmentation du taux et la taille de particule de bois dans la matrice PVC, la contrainte et l'allongement à la rupture diminuent, alors que le module d'élasticité et la dureté croient progressivement.
- L'analyse thermogravimétrique (ATG/DTG) des échantillons (F50 et F200) à différents taux de charge, révèle que la présence de la farine de bois dans la matrice polychlorure de vinyle, diminue la température de dégradation des

composites PVC/FB par comparaison à la matrice PVC vierge, mais n'accélère pas le processus de dégradation. Cependant, la dimension des particules de bois n'a aucun effet sur la dégradation des composites élaborés.

- La caractérisation de l'état de dispersion de la farine de bois dans la matrice PVC par MEB, montre une surface homogène et régulière pour la formulation F20/50 contrairement aux composites F20/100, F20/160 et F20/200 ce qui indiquent une bonne dispersion de la charge.

En guise de perspective :

- Améliorer l'adhésion interfaciale des composites PVC/FB à différentes tailles des particules par l'introduction d'un agent de couplage ou un agent comptabilisant.
- Elaborer des matériaux composites préparés à base de déchet de PVC (ou recyclé) et de bois, en présence d'un agent comptabilisant.
- Elaborer des matériaux composites à base de PVC/FB à différentes tailles de particules par les procédés d'extrusion et d'injection.
- Etudier le vieillissement des composites PVC/FB dont différentes tailles de particules.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] I. Slama, «*Caractéristiques physico-mécaniques des composites bois-plastiques provenant de la valorisation des résidus des panneaux MDF- étude des possibilités de recyclage*», Thèse doctorat, Université Québec (2009).
- [2] R. H. Falk, D. Vos, S. M. Cramer, «*The comparative performance of wood fiber plastic and wood-based panels*», Proceedings of the fifth international conference on Wood fiber-plastic composites. Madison, WI, États-Unis, 26-27 mai, 269-274 (1999).
- [3] D. N. Saheb, J. P. Jog, «*Natural fiber polymer composites: a review* », Adv. Polym. Tech, 18, 351–363 (1999).
- [4] J. Bodig, B. A. Jayne, «*Mechanics of wood and wood composites* », Krieger publishing company: Malabar, Floride, 712 (1993).
- [5] J. C. Giannotta, «*Les aspects de l'éco-conception appliqué aux produits plastiques*», Carma IPFM, Club Matériaux (2005).
- [6] M. Carrega et Coll, «*Matériaux Polymères* », Edition Dunod, Paris (2000).
- [7] S.C.Turmanova¹, S. D. Genieva, A. S. Dimitrova, L. T. Vlaev, «*Non-isothermal degradation kinetics of filled with rice husk ash polypropene composites* », Express. Polym. Letters, 2, 133–146 (2008).
- [8] C. Duval, «*Polypropylène* », Technique de l'Ingénieur, AM3320.
- [9] C. A. Naudin, C. Clozza, «*Traité plastique et composites* », Technique de l'Ingénieur, A3220-1-charge.
- [10] «*Glossaires des matériaux composites* », Centre d'animation régional en matériaux avancés, France (2006).
- [11] «*Material and Processing development drive Wood plastic Composites forward plastics additives and compounding* », Elsevier (2003).
- [12] «*Wood Plastic Composites: Current trends in materials and processing* » (2005).

- [13] G. H. Florentin, « *4^{ème} Symposium International sur les composites bois plastiques, matériaux innovants dans le domaine de la construction et de l'ameublement* », FCBA, Bordeaux (2009).
- [14] A. Seyni, « *Propriétés physico-chimiques et d'usage de matériaux composites à charge dégradable produits par Co-broyage* », Thèse doctorat, Université Toulouse (2008).
- [15] A. Negrier, J. CH. Rigal, « *Présentation des matériaux composites* », Technique de l'ingénieur A7790 (1993).
- [16] HN. Rabetafika, M. Paquot, P. Dubois, « *Les polymères issus du végétal : matériaux à propriétés spécifiques pour des applications ciblées en industrie plastique* », Biotechnol. Agron. Soc. Environ, 10, 185-196 (2006).
- [17] L. Rigal, « *Les matériaux issus du végétal, Biomasse et matériaux : une réalité* », Laboratoire de chimie Agro-industrielle, Toulouse (2005).
- [18] C. Reverte, « *Stratégie expérimentale pour la détermination de modèles stoechiocinétiques des réactions de dégradation thermique* », Thèse doctorat, Université Toulouse (2007).
- [19] J. P. Mercier, « *Polymérisation des monomères vinyliques* », Press. Polytechnique, Romandes (1983).
- [20] J. Batchelor, J. Edenbaum, « *Plastics additives and modifiers* », Hand Book (1991).
- [21] M. Carrega, « *Matériaux polymères* », Dunod, Paris (2007).
- [22] F. Michaud « *Rhéologie de panneaux composites Bois/thermoplastique Sous chargement thermomécanique* », Thèse doctorat, Université Bordeaux (2003).
- [23] A.Y. Nenonene « *Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage* », Thèse doctorat, Université Toulouse (2009).
- [24] K. Charlet, C.Morvan, J. Bréard, J-P. Jernot, M. Gomina. « *Etude morphologique d'un composite naturel, la fibre de lin* », Revue des Composites et Matériaux Avancés, 3, 309-344 (2006).

- [25] A. K. Bledzki, J. Gassan, « *Composites reinforced with cellulose based fibers* », *Progress. Polym. Sci*, 24, 221-274 (1999).
- [26] R. Prat, M. Mosiniak, J.C. Roland, « *La paroi primaire de la cellule végétal* », cours de biochimie, Université Paris (2002).
- [27] C. Ververis, K. Georghiou, N. Christodoulakis, P. Santas, R. Santas, « *Fiber dimensions, lignin and cellulose content of various plant materials and their suitability for paper production* », *Industrial Crops and Products*, 19, 245–254 (2004).
- [28] F. Fischer, « *Synthèse et étude de matériaux nanostructurés à base d'acétate de cellulose pour applications énergétiques* », Thèse doctorat, Université Paris, (2006).
- [29] D. Sedan, « *Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment : Influence sur les propriétés mécaniques du composite* », Thèse doctorat, Université Limoges (2007).
- [30] C. Jammes, « *Covalorisation d'effluents graisseux et de résidus lignocellulosiques: déshydratation, mécaniques et compostages* », Thèse doctorat, Université Limoge (2007).
- [31] R. A. Garcia, « *Amélioration de la stabilité dimensionnelle des panneaux de fibres de bois MDF par traitement physico-chimiques* », Thèse doctorat, Université Laval (2005).
- [32] M. Pracella, D. Chionna, I. Anguillesi, Z. Kulinski, E. Piorkowska, « *Functionalization, compatibilization and properties of polypropylene composites with Hemp fibers* », *Compos. Sci. Tech*, 66, 2218–2230 (2006).
- [33] Z. Dominkovics, L. Danyadi, B. Pukanszky, « *Surface modification of wood flour and its effect on the properties of PP/wood composites* », *Compos, Part A*, 38, 1893–1901 (2007).
- [34] S. M. B. Nachtigall, G. S. Cerveira, S. M. L. Rosa, « *New polymeric-coupling agent for polypropylene/wood-flour composites* », *Polym. Testing*, 26, 619–628 (2007).
- [35] A. J. Numez, J. M. Kenny, M. M. Reboredo, M. I. Aranguren, N. E. Marcovich, « *Thermal and Dynamic Mechanical Characterization of Polypropylene/Wood Flour composites* », *Polym. Eng. Sci*, 42, 733-741 (2002).

- [36] R. Bouza, S. G. Pardo, L. Barral, M. J. Abad, « *Design of new PP/WF composites: Processing and physical characterization*», Polym. Compos, 30, 880-886 (2008).
- [37] J. Julson, L. Subbarao, G. Stokke, D. D. Gieselman, «*Mechanical Properties of Biorenewable Fiber/Plastic Composites*», J. App. Poly. Sci, 93, 2484-2493 (2004).
- [38] G. A. Bibo, P. J. Hogg, «*The role of reinforcement architecture on impact damage mechanisms and post-impact compression behaviour*», J. Mater. Sci, 31, 115-1137 (1996).
- [39] A. K. Bledzki, S. Reihmane, J. Gassan, «*Thermoplastics reinforced with wood fillers*», Poly. Plast. Tech. Eng, Part A, 37, 451-468 (1998).
- [40] A. K. Bledzki, J. Gassan, S. Theis, «*Wood-filled thermoplastic composites*», Mech. Compos. Mater, Part B, 34, 563-568 (1998).
- [41] NM. Stark, « *Effect of Species and Particle Size on Properties of Wood-Flour-Filled Polypropylene*», Composites. Proceedings of Functional Fillers, Intertech Conferences, San Diego (1997).
- [42] K. Oksman, C. Clemons, «*Mechanical properties and morphology of impact modified polypropylene-wood flour composites*», J. App. Polym. Sci, 67, 1503-1513 (1998).
- [43] NM. Stark, A. R. Sanadi, «*Effects of fiber type on the properties of wood-plastic composites*», Progress in wood fibre-plastic composites conference, Materials and Manufacturing Ontario, 25-26 mai, (2000).
- [44] A. R. Sanadi, D. F. Caulfield, R. E. Jacobson, R. M. Rowell, «*Renewable agricultural fibers as reinforcing fillers in plastics, Mechanical properties of kenaf fiber-polypropylene composites*», I&EC Research, 34, 1889-1896 (1995).
- [45] S. M. Shaler, «*Mechanics of the interface in discontinuous wood fiber composites*», Wood Fiber/Polymer Composites, Fundamental concepts, processes and material options, Forest. Product. Society, Madison, USA, 9 (1993).
- [46] C.Klason, J.Kubat, H.E.Strömvall, «*The efficiency of cellulosic fillers in common thermoplastics, part 1 Filling without processings aids or coupling agents*», Inert. J. Polym. Mater, 10, 159-187 (1984).

- [47] M. Takatanil, H. Ito, S. Ohsugi, T. Kitayama, M. Saegusa, S. Kawai, T. Okamoto, «*Effect of lignocellulosic materials on the properties of thermoplastic polymer/wood composites*», *Holzforschung*, 54, 197-200 (2000).
- [48] A.Espert, F.Vilaplana, S.Karlsson, «*Comparision of water absorption in natural cellulosic fibers from wood and one- year crops in polypropylene composites and its influence on their mechanical properties*», *Compos, Part A*, 35, 1267-1276 (2004).
- [49] J. J. Balatinecz, B. D. Park, «*Effects of temperature and moisture exposure on the properties of wood-fiber thermoplastic composites*», *J. Thermoplast. Compos. Mater*, 10, 476-487 (1997).
- [50] NM. Stark, R. E. Rowlands, «*Effects of wood fiber characteristics on mechanical properties of wood/polypropylene composites*», *Wood and fiber science*, 35, 167-174 (2003).
- [51] Q. Lin, X. Zhou, G. Dai, «*Effect of hydrothermal environment on moisture absorption and mechanical properties of wood flour-filled polypropylene composites*», *J. App. Polym. Sci*, 85, 2824-2832 (2002).
- [52] A. C. Karmaker, A. Hoffmann, G. Hinrichsen, «*Influence of water uptake on the mechanical properties of jute fiber-reinforced polypropylene*», *J. App. Polym. Sci*, 54, 1803-1807 (1994).
- [53] C. M. Clemons, «*Wood-Plastic Composites in the United States, The interfacing of two industries*», *Forest Prod. J*, 52, 10-18 (2002).
- [54] F. M. Fowkes, «*Role of acid-base interfacial bonding in adhesion* », *J. Adh. Sci. Tech*, 1, 7-27 (1987).
- [55] M. Geoghegan, G. Krausch «*Wetting at polymer surfaces and interfaces*», *Prog Polym. Sci*, 28 261-302 (2003).
- [56] B. Fiedler, A. Klisch, K. Schulte, «*Stress concentrations in multiple fiber model composites* », *Compos, Part A*, 291013-1019 (1998).
- [57] F. P. Liu, M. P. Wolcott, D. J .Gardner, T. G. Rials, «*Characterization of the interface between cellulosic fibers and a thermoplastic matrix*», *Compos. Interfaces*, 2, 419-432 (1994).

- [58] J. Z. Lu, Q. Wu, H. S. McNabb «*Chemical coupling in wood fiber and polymer composites, A review of coupling agents and treatments*», Wood Fib Sci, 32, 88-104 (2000).
- [59] A. R. Denes, M. A. Tshabalala, R. Rowell, F. Denes, R. A. Young, «*Hexamethyldisiloxane-Plasma coating of wood surfaces for creating water repellent characteristics*», Holzforschung, 53, 318-326 (1999).
- [60] L. Podgorski, B. Chevet, L. Onic, A. Merlin, «*Modification of wood wettability by plasma and corona treatments*». Int. J. Adhesion & Adhesives, 20, 103-111(2000).
- [61] P. Jandura, B. Riedl, B. V. Kotka, «*Thermal degradation behavior of cellulose fibers partially esterified with some long chain organic acids*», Polym. Degrad. Stab, Part A, 70,387-394(2000).
- [62] D. N. S. Hon, W. Y. Chao, «*Composites from benzylated wood and polystyrenes: Their processability and viscoelastic properties*», J. App. Polym. Sci, 50, 7-11 (1993).
- [63] M. L. Hassan, R. M. Rowell, N. A. Fadl, S. F. Yacoub, A. W. Christainsen, «*Thermoplasticization of Bagasse: I. Preparation and characterization of esterified bagasse fibers*», J. Ap. Polym. Sci, 76, 561-574 (2000).
- [64] Y. Uyama, K. Kato, Y. Ikada, «*Surface modification of polymers by grafting*», Adv. Polym. Sci, 137, 1-39 (1993).
- [65] H. Chtourou, B. Riedl, B. V. Kotka, «*Strength properties of lignocellulosic/Polyethylene paper with regard to treated polyethylene. Pulp proportion and interfiber acid/base interactions*», Tappi J, 80, 141-151 (1997).
- [66] L. Hua, P. Flodin, T. Rönnhult, «*Cellulose fiber-polyester composites with reduced water sensitivity (1)-Chemical treatment and mechanical properties*», Polym. Compos, Part A, 8, 199-202 (1987).
- [67] L. Hua, P. Zadorecki, P. Flodin P, «*Cellulose fiber-polyester composites with reduced water sensitivity (2)-Surface analysis*», Polym. Compos, Part B, 8, 203-207 (1987).
- [68] R. G. Raj, B. V. Kotka, D. Maldas, C. Daneault, «*Use of wood fibers in thermoplastic composites: VI, Isocyanate as a bonding agent for polyethylene-wood fiber composites*», Polym. Compos, 9, 404- 411 (1988).

- [69] D. Maldas, B. V. Kotka, C. Daneault, « *Influence of coupling agents and treatments on the mechanical properties of cellulose fiber-polystyrene composites* », *J. App. Polym. Sci, Part A*, 37,751-775 (1989).
- [70] D. Maldas, B. V. Kotka, C. Daneault, « *Thermoplastic composites of polystyrene: Effect of different wood species on mechanical properties* », *J. App. Polym. Sci, Part B*, 38, 413-439 (1989).
- [71] D. Maldas, B. V. Kotka, C. Daneault, « *Composites of Polyvinyl Chloride Wood Fibers: IV. Effect of the Nature of Fibers* », *J. Vinyl Tech, Part C*, 11, 90-99 (1989).
- [72] B. V. Kotka, D. Maldas, C. Daneault, P. Béland, « *Composites of polyvinyl chloride-wood fibers. I. Effect of isocyanate as a bonding agent* », *Polym. Plast. Tech. Eng*, 29, 87-118 (1990).
- [73] D. Maldas, B. V. Kotka, « *Surface modification of wood fibers using maleic anhydride and isocyanate as coating components and their performance in polystyrene composites* », *J. Adh. Sci.Tech*, 5, 727-740 (1991).
- [74] H. D. Rozman, W. B. Banks, M. L. Lawther, « *Improvements of fiberboard properties through fiber activation and subsequent copolymerization with vinyl monomer* », *J. App. Polym. Sci*, 54, 191-200 (1994).
- [75] L. M. Matuana, J. J. Balatinecz, R. N. S. Sodhi C. B. Park, « *Surface characterization of esterified cellulosic fibers by XPS and FTIR spectroscopy* », *Wood Sci. Tech.*, 35, 191-201 (2001).
- [76] M-J. Chen, J. J. Meister, D. W. Gunnels, D. J. Gardner, « *A process for coupling wood to thermoplastic using graft copolymers* », *Adv. Polym. Tech*, 14, 97-109 (1995).
- [77] P. Zadorecki, P. Flodin, « *Surface modification of cellulose fibers. II. The effect of cellulose fiber treatment on the performance of cellulose-polyester composites* », *J. App. Polym. Sci*, 30, 3971- 3983 (1985).
- [78] H. Dalväg, C. Klason, H. E. Stromvall, « *The efficiency of Cellulosic fillers in common thermoplastics part II, Filling with processing aids and coupling agents* », *Int. J. Polym. Mater*, 11, 9-38 (1985).

- [79] S. B. Elvy, G. R. Dennis, Ng Loo-Teck, «*Effects of coupling agent on the physical properties of woodpolymer composites*», J. Mater. Proc. Tech, 48(1995) 365-372.
- [80] M. Baillif, K. Oksman, «*The influence of the extrusion process on bleached pulp fiber and its composites*», Proceedings of the progress in wood & biofibrepastic composites conference. Toronto, Canada, 1-2 may (2006).
- [81] K. L. Yam, B. K. Gogoi, C. C. Lai, S. E. Selke, «*Composites from compounding wood fibers with recycled high density polyethylene*», Poly. Eng. Sci, 30, 693-699 (1990).
- [82] B. Sanschagrin, S. T. Sean, B. V. Kokta, «*Mechanical properties of cellulose fibers reinforced thermoplastics*», Proceedings of the 43rd annual conference, composite institute. Cincinnati, OH, États-Unis, 1-5 février. (1988).
- [83] B. J. Lee, A.G. McDonald, B. James, «*Influence of fiber length on the mechanical properties of wood-fiber/polypropylene prepreg sheets*», Materials research innovations, 4, 97-103 (2001).
- [84] A. Sretenovic, U. Müller, W. Gindl, «*Mechanism of stress transfer in a single wood fibre-LDPE composite by means of electronic laser speckle interferometry*», Compos, Part A, 37, 1406-1412 (2005).
- [85] P. G. Herra-Franco, A. Valadez-Gonzalez, «*A study of the mechanical properties of short natural-fiber reinforced composites*», Compos, Part B, 36, 597-608 (2005).
- [86] V. Steckel, C. M. Clemons, H. Thoemen «*Effects of material parameters on the diffusion and sorption properties of wood-flour/polypropylene composites*», J. App. Polym. Sci, 103, 752-763 (2006).
- [87] J. Soucy, «*Potentiel d'utilisation des fibres de papier dans la conception de composites bois-polymères par une technologie d'extrusion*», Mémoire de maîtrise en ingénierie, Université Québec (2007).
- [88] A. Koubaa, A. Cloutier, E. Villeneuve, «*Potentiel de l'écorce pour la fabrication de panneaux composites par extrusion*», Présentation au 72^e congrès de l'ACFAS. Montréal, 10-14 mai (2004).

- [89] J. M. Pilarski, L. M. Matuana, «*Durability of wood flour-plastic composites exposed to accelerated freeze-thaw cycling. II. High density polyethylene matrix*», J. App. Polym. Sci, 100, 35-39 (2006).
- [90] J. W. Kim, D. P. Harper, A. M. Taylor, «*Effect of wood species on the mechanical and thermal properties of wood plastic composites* », J. App. Polym. Sci, 112, 1378-1385 (2009).
- [91] B. A. Acha, M. M. Reboledo, N. E. Marcovich, «*Effect of coupling agents on the thermal and mechanical properties of polypropylene–jute fabric composites*», Polym. Inter, 55, 1104–1113 (2006).
- [92] T. T. L. Doan and all, «*Jute /PP composites, Effect of matrix modification*», Compos. Sci. Tech, 66, 952-963 (2006).
- [93] H. S. Yang, M. P. Wolcott, H. S. Kim, S.Kim, H. J. Kim, «*Properties of lignocellulosic material filled PP biocomposites made with different manufacturing processes*», Polym Testing, 25, 668-676 (2006).
- [94] A. K. Bledzki, M. Letman, A. Viksne, L. Rence, «*A comparison of compounding processes and wood type for wood fiber-PP composites*», Compos, Part A, 36, 789-797 (2005).
- [95] R. Mansur, M. Natov , S. Vassileva, J. Univ. Chem. Tech. Metall,77-86 (2002).
- [96] M. Tajvidi, G. Ebrahimi, J. App. Polym. Sci, 88, 941-946 (2003).
- [97] S. J .Kim, J. B. Moon, G. H. Kim, C. S. Ha, «*Mechanical properties of polypropylene/natural fiber composites, comparison of wood fiber and cotton fiber* », Polym. Testing, 27, 801-806 (2008).
- [98] A. R. Martins, S. Manolache, F. S. Dènes, L. H. C. Mattoso, «*Functionnalization of sisal fibers and high-density polyethylene by cold plasma treatment*», J. App. Polym. Sci, 85, 2145-2154 (2002).
- [99] D. Maldas, B. V. Kokta, R. G. Raj, S. T. Sean, «*Use of wood fibers as reinforcing fillers for polystyrene* », Mater. Sci. Eng, 104, 235-241 (1988).
- [100] P. J. Lang, J. App. Polym. Sci, 79, 967-975 (2000).
- [101] D. A. Skoog, F.J.Holler, T.A.Nieman, «*Principe d'analyse instrumentales*», 5^{ème} Edition de Boeck, Paris (2003).

- [102] W. Wang, J. J. Morelli , *Forest Products Journal*, 54, 12 (2004)
- [103] P. V. Joseph, M. S. Rabello, L. H. C. Mattoso, K. Joseph, S. Thomas, «*Environmental effects on the degradation behaviour of sisal fibre reinforced polypropylene composites*». *Compos. Sci. Tech*, 62, 1357–1372 (2002).
- [104] A. Balga, «*Les thermoplastiques*», CBD-158-F, IRC, Canada (1975).
- [105] S. Migneault, A. Koubaa, F. Erchiqui, A. Chaala, K. Englund, M. Wolcott, «*Effect of Processing method and fiber size on the structure and properties of wood-plastic composites* », *compos*, Part A, 40, 80-85 (2008).
- [106] J. Simonsen, «*Efficiency of reinforcing materials in filled polymer composites* », *Forest Products Society*, 47, 74-81(1997),
- [107] E. G. Myers, P.C. Kolosick, I. S. Chahyadi, C. A. Coberly, J.A. Koutsky, D. S. Ermer, «*Extruded Wood - Flour Polypropylene Composites: Effect of a Maleated Polypropylene Coupling Agent on Filler – Matrix Bonding and Properties*», *Mat. Res. Soc. Symp. Proc*, 97, 67-77 (1990).
- [108] H. Djidjelli, Vega, J. J. Martinez, J. Farenc, D. Benachour, «*Effect of wood flour content on the thermal, mechanical and dielectric properties of poly(vinyl chloride)*», *Macr. Mater. Eng*, 287, 611-618 (2002).
- [109] H. S. Kim, H. S. Yang, H. J. Kim, H. J. Park, *J. Therm. Anal. Cal*, 76, 395-404 (2004).
- [110] N. Sombatsompop, K. Chaochanchaikul, C. Phromchirasuk, S. Thongsang, «*Effect of wood sawdust content on reological and structural changes, and thermomechanical proprieties of PVC/ sawdust composites* », *Polym. Inter*, 52, 1847-1855 (2003).

❖ Résultats de test d'absorption d'eau

<i>Temps (heure)</i>	<i>Formulation F10/200</i>		<i>Formulation F20/200</i>		<i>Formulation F30/200</i>	
	<i>Masse moyenne (g)</i>	<i>Taux d'abs (%)</i>	<i>Masse moyenne (g)</i>	<i>Taux d'abs (%)</i>	<i>Masse moyenne (g)</i>	<i>Taux d'abs (%)</i>
0	1,30126667	0	1,1919	0	1,1333	0
24	1,30913333	0,60453891	1,2222	2,54215958	1,19293311	5,2619
48	1,31453333	1,01951918	1,24556667	4,50261487	1,22196599	7,8237
72	1,31526667	1,07587453	1,2561	5,38635792	1,24283231	9,6649
96	1,31683333	1,19627004	1,26243333	5,9177224	1,2567651	10,8943
120	1,31826667	1,30641913	1,2664	6,25052437	1,26916567	11,9885
144	1,31956667	1,40632179	1,27486667	6,96087479	1,2749659	12,5003
168	1,32146667	1,55233336	1,28166667	7,53139245	1,27996602	12,9415
192	1,32366667	1,7213994	1,2858	7,8781777	1,28449922	13,3415
216	1,32416667	1,7598235	1,29003333	8,23335291	1,28810198	13,6594
240	1,32556667	1,86741098	1,29213333	8,40954219	1,29145202	13,955
264	1,32633333	1,92632793	1,29393333	8,56056157	1,29334576	14,1221
288	1,32696667	1,97499846	1,2959	8,72556423	1,29628554	14,3815
312	1,32756667	2,02110738	1,29816667	8,91573678	1,29961971	14,6757
336	1,32826667	2,07490112	1,30056667	9,11709595	1,3031794	14,9898
360	1,3288	2,11588682	1,3023	9,26252202	1,30473202	15,1268
384	1,32963333	2,17992699	1,30343333	9,3576083	1,30633224	15,268
408	1,32983333	2,19529663	1,3062	9,58973068	1,30799933	15,4151
432	1,33013333	2,21835109	1,30763333	9,70998686	1,31066598	15,6504
456	1,33036667	2,23628233	1,30876667	9,80507313	1,31369983	15,9181
480	1,33076667	2,26702161	1,31036667	9,93931258	1,31686627	16,1975
504	1,33096667	2,28239125	1,31143333	10,0288055	1,31833276	16,3269
528	1,3317	2,3387466	1,31226667	10,0987219	1,32059936	16,5269
552	1,33276667	2,42071801	1,31306667	10,1658417	1,32386553	16,8151
576	1,33296667	2,43608765	1,31423333	10,2637246	1,32549975	16,9593
600	1,3334	2,46938854	1,3152	10,3448276	1,32733229	17,121
624	1,33413333	2,52574388	1,316	10,4119473	1,32919884	17,2857
648	1,3347	2,5692912	1,31646667	10,4511005	1,33143257	17,4828
672	1,33513333	2,60259208	1,31783333	10,5657633	1,33289906	17,6122
696	1,33526667	2,61283851	1,3188	10,6468663	1,3350988	17,8063
720	1,33546667	2,62820815	1,32026667	10,7699192	1,33709907	17,9828
744	1,33576667	2,65126261	1,32183333	10,901362	1,3383321	18,0916
912	1,33693333	2,74091884	1,32356667	11,046788	1,34456639	18,6417
1032	1,33863333	2,87156078	1,32656667	11,298487	1,35009916	19,1299
1200	1,34003333	2,97914826	1,3314	11,704002	1,35549933	19,6064
1368	1,34306667	3,21225446	1,33563333	12,0591772	1,35893323	19,9094
1536	1,34343333	3,24043213	1,3385	12,2996896	1,35986594	19,9917

<i>Temps (heure)</i>	<i>Formulation F10/160</i>		<i>Formulation F20/160</i>		<i>Formulation F30/160</i>	
	<i>Masse moyenne (g)</i>	<i>Taux d'abs (%)</i>	<i>Masse moyenne (g)</i>	<i>Taux d'abs (%)</i>	<i>Masse moyenne (g)</i>	<i>Taux d'abs (%)</i>
0	1,39893333	0	1,29913333	0	1,35696667	0
24	1,40636667	0,53135746	1,31523333	1,23928799	1,42056667	4,68692401
48	1,41133333	0,88638987	1,3324	2,56068174	1,4498	6,84123878
72	1,41316667	1,0174421	1,33826667	3,01226485	1,46773333	8,16281385
96	1,4152	1,16279094	1,3502	3,93082595	1,4787	8,97098895
120	1,4163	1,24142228	1,35233333	4,09503798	1,49503333	10,174654
144	1,41746667	1,32481915	1,36226667	4,85965029	1,51053333	11,3169075
168	1,41953333	1,47255076	1,3667	5,20090344	1,51773333	11,8475027
192	1,42	1,50590951	1,36973333	5,43439243	1,522	12,1619295
216	1,42123333	1,59407192	1,37563333	5,88854135	1,529	12,677786
240	1,42193333	1,64411004	1,3793	6,17078079	1,5323	12,9209754
264	1,42256667	1,68938263	1,3817	6,35551934	1,53506667	13,1248615
288	1,42396667	1,78945888	1,38326667	6,47611255	1,53893333	13,4098108
312	1,4239	1,78469334	1,3847	6,58644252	1,5411	13,5694807
336	1,426	1,93480772	1,38583333	6,67368016	1,5447	13,8347783
360	1,42603333	1,93719048	1,38706667	6,76861525	1,54623333	13,9477754
384	1,42623333	1,95148709	1,38823333	6,85841871	1,54826667	14,0976194
408	1,42776667	2,06109441	1,3887	6,89434009	1,5501	14,2327247
432	1,42806667	2,08253932	1,3892	6,93282729	1,55146667	14,3334395
456	1,42833333	2,10160146	1,3903	7,01749912	1,55306667	14,4513495
480	1,42866667	2,12542914	1,39213333	7,15861884	1,55446667	14,5545208
504	1,42913333	2,15878789	1,39363333	7,27408043	1,55543333	14,6257582
528	1,42953333	2,18738111	1,3944	7,33309413	1,55696667	14,7387553
552	1,42996667	2,21835709	1,39513333	7,38954202	1,55913333	14,8984251
576	1,43026667	2,239802	1,39593333	7,45112154	1,5604	14,9917706
600	1,43053333	2,25886414	1,39673333	7,51270105	1,56123333	15,0531821
624	1,43126667	2,31128503	1,39766667	7,58454382	1,56286667	15,1735486
648	1,43166667	2,33987825	1,39863333	7,6589524	1,5638	15,2423294
672	1,43216667	2,37561976	1,39963333	7,73592679	1,5647	15,3086538
696	1,4324	2,39229914	1,401	7,84112513	1,56626667	15,4241074
720	1,4326	2,40659575	1,4019	7,91040208	1,56806667	15,5567562
744	1,4328	2,42089235	1,40263333	7,96684997	1,5696	15,6697533
912	1,4344	2,53526521	1,4057	8,20290478	1,56993333	15,6943179
1032	1,43513333	2,5876861	1,4067	8,27987917	1,57303333	15,9227686
1200	1,43693333	2,71635556	1,40826667	8,40047239	1,57623333	16,1585887
1368	1,4406	2,97846002	1,41203333	8,69040927	1,5815	16,5467093
1536	1,4415	3,04279476	1,4133	8,78791017	1,58253333	16,6228595

<i>Temps (heure)</i>	<i>Formulation F10/100</i>		<i>Formulation F20/100</i>		<i>Formulation F30/100</i>	
	<i>Masse moyenne (g)</i>	<i>Taux d'abs (%)</i>	<i>Masse moyenne (g)</i>	<i>Taux d'abs (%)</i>	<i>Masse moyenne (g)</i>	<i>Taux d'abs (%)</i>
0	1,0304	0	1,30036667	0	1,44203333	0
24	1,03603333	0,54671325	1,31926667	1,45343595	1,50903333	4,64621739
48	1,03683333	0,624353	1,32753333	2,08915408	1,53546667	6,47927719
72	1,03826667	0,76345756	1,3304	2,30960472	1,55046667	7,51947506
96	1,03929333	0,86309524	1,33513333	2,67360462	1,5616	8,29153304
120	1,04063333	0,99314182	1,3375	2,85560457	1,5709	8,93645572
144	1,04143333	1,07078157	1,34173333	3,18115377	1,58243333	9,73625231
168	1,0431	1,23253106	1,34423333	3,37340724	1,59113333	10,3395671
192	1,04356667	1,27782091	1,34633333	3,53490015	1,5946	10,5799684
216	1,04436667	1,35546066	1,35023333	3,83481556	1,60403333	11,2341372
240	1,04463333	1,38134058	1,35173333	3,95016763	1,6083	11,5300157
264	1,04527333	1,44345238	1,35276667	4,0296324	1,61236667	11,8120249
288	1,04575333	1,49003623	1,354	4,12447744	1,6176	12,1749384
312	1,0461	1,52368012	1,3554	4,23213939	1,62	12,3413701
336	1,04664	1,57608696	1,35696667	4,35261822	1,62126667	12,429209
360	1,04705	1,61587733	1,35863333	4,4807872	1,62316667	12,5609674
384	1,04726667	1,63690476	1,3601	4,5935759	1,6269	12,8198611
408	1,04733333	1,64337474	1,3605	4,62433646	1,62853333	12,9331271
432	1,0477	1,67895963	1,3618	4,72430826	1,62903333	12,9678004
456	1,04793333	1,70160455	1,36283333	4,80377303	1,63136667	13,1296089
480	1,04826667	1,73395445	1,36366667	4,86785751	1,63333333	13,2659904
504	1,04863333	1,76953934	1,3654	5,00115325	1,6347	13,360764
528	1,0489	1,79541925	1,36653333	5,08830816	1,6356	13,4231759
552	1,0493	1,83423913	1,36753333	5,16520954	1,6366	13,4925224
576	1,0498	1,88276398	1,3684	5,23185741	1,6375	13,5549343
600	1,04993333	1,89570393	1,36926667	5,29850528	1,6385	13,6242808
624	1,05003333	1,9054089	1,37016667	5,36771653	1,63953333	13,6959389
648	1,05016667	1,91834886	1,3713	5,45487143	1,6402	13,7421699
672	1,0503	1,93128882	1,37203333	5,51126578	1,6408	13,7837778
696	1,05053333	1,95393375	1,3736	5,63174462	1,6415	13,8323204
720	1,0508	1,97981366	1,37476667	5,72146291	1,6422	13,8808629
744	1,05136667	2,03480849	1,3756	5,78554739	1,64273333	13,9178477
912	1,0514	2,03804348	1,377	5,89320934	1,64203333	13,8693052
1032	1,0527	2,16420807	1,3804	6,15467405	1,64336667	13,9617672
1200	1,05326667	2,2192029	1,38363333	6,40332187	1,64863333	14,3269922
1368	1,055	2,38742236	1,3891	6,82371611	1,6522	14,5743282
1536	1,05556667	2,44241718	1,3908	6,95444847	1,6528	14,6159361

	<i>Formulation F10/50</i>		<i>Formulation F20/50</i>		<i>Formulation F30/50</i>	
<i>Temps (heure)</i>	<i>Masse moyenne (g)</i>	<i>Taux d'abs (%)</i>	<i>Masse moyenne (g)</i>	<i>Taux d'abs (%)</i>	<i>Masse moyenne (g)</i>	<i>Taux d'abs (%)</i>
0	1,40636667	0	1,28123333	0	1,2116	0
24	1,411	0,32945391	1,29496667	1,07188412	1,24996667	3,16661164
48	1,41483333	0,60202389	1,30006667	1,46993808	1,26016667	4,00847364
72	1,41503333	0,61624493	1,30186667	1,61042772	1,26706667	4,57796853
96	1,4165	0,72053258	1,30546667	1,89140698	1,27486667	5,22174535
120	1,4175	0,79163779	1,30806667	2,09433645	1,27893333	5,55738968
144	1,4193	0,91962717	1,30936667	2,19580119	1,28553333	6,10212391
168	1,42026667	0,98836221	1,31233333	2,42734891	1,29043333	6,50654782
192	1,42113333	1,04998672	1,3143	2,58084685	1,29363333	6,77066138
216	1,4225	1,14716385	1,3157	2,69011656	1,29876667	7,19434357
240	1,4236	1,22537958	1,31783333	2,85662279	1,30076667	7,35941455
264	1,42396667	1,25145149	1,31893333	2,94247757	1,30333333	7,57125564
288	1,42453333	1,29174444	1,32026667	3,04654396	1,30636667	7,82161329
312	1,42506667	1,32966722	1,32103333	3,10638214	1,3086	8,00594256
336	1,4257	1,37470053	1,32323333	3,27809169	1,31133333	8,23153956
360	1,42636667	1,422104	1,32373333	3,31711659	1,3139	8,44338065
384	1,42706667	1,47187765	1,3246	3,38475975	1,31623333	8,63596346
408	1,42816667	1,55009338	1,32543333	3,44980124	1,31676667	8,67998239
432	1,42836667	1,56431442	1,32603333	3,49663112	1,318	8,78177616
456	1,42846667	1,57142494	1,32676667	3,55386764	1,3198	8,93034005
480	1,42856667	1,57853547	1,3273	3,59549419	1,32163333	9,08165511
504	1,42866667	1,58564599	1,32783333	3,63712075	1,32363333	9,24672609
528	1,42886667	1,59986703	1,3288	3,71256889	1,3255	9,40079234
552	1,42906667	1,61408807	1,3298	3,79061868	1,32773333	9,5851216
576	1,42923333	1,62593894	1,3307	3,8608635	1,32843333	9,64289645
600	1,42963333	1,65438103	1,3314	3,91549836	1,3293	9,7144272
624	1,43026667	1,69941433	1,33213333	3,97273488	1,33053333	9,81622098
648	1,43076667	1,73496693	1,3329	4,03257305	1,3317	9,91251238
672	1,43153333	1,78948093	1,33366667	4,09241123	1,33246667	9,97578959
696	1,43186667	1,81318266	1,33393333	4,11322451	1,33406667	10,1078464
720	1,43226667	1,84162475	1,33436667	4,14704609	1,33563333	10,237152
744	1,4325	1,85821597	1,33486667	4,18607098	1,3367	10,3251898
912	1,4328	1,87954753	1,33803333	4,43322867	1,3416	10,7296137
1032	1,43453333	2,00279656	1,34093333	4,65957308	1,34526667	11,0322439
1200	1,4359	2,09997369	1,34493333	4,97177226	1,3505	11,4641796
1368	1,43813333	2,25877533	1,3484	5,24234489	1,35453333	11,7970727
1536	1,4383	2,27062619	1,35066667	5,41925776	1,35663333	11,9703973

<i>Formulation F0 (PVC vierge)</i>			<i>Formulation F0 (PVC vierge)</i>		
<i>Temps (heure)</i>	<i>Masse moyenne (g)</i>	<i>Taux d'abs (%)</i>	<i>Temps (heure)</i>	<i>Masse moyenne (g)</i>	<i>Taux d'abs (%)</i>
0	1,41313333	0	456	1,41686667	0,26418857
24	1,414	0,06132967	480	1,4169	0,26654739
48	1,41416667	0,07312379	504	1,41693333	0,26890621
72	1,41473333	0,11322381	528	1,41696667	0,27126504
96	1,415	0,1320944	552	1,417	0,27362386
120	1,41543333	0,16275912	576	1,41703333	0,27598269
144	1,4159	0,19578266	600	1,41706667	0,27834151
168	1,41623333	0,2193709	624	1,4171	0,28070034
192	1,41646667	0,23588267	648	1,41713333	0,28305916
216	1,4165	0,2382415	672	1,41716667	0,28541798
240	1,41653333	0,24060032	696	1,4172	0,28777681
264	1,41656667	0,24295915	720	1,41723333	0,29013563
288	1,4166	0,24531797	744	1,41726667	0,29249446
312	1,41663333	0,24767679	912	1,4173	0,29485328
336	1,41666667	0,25003562	1032	1,41733333	0,29721211
360	1,4167	0,25239444	1200	1,41736667	0,29957093
384	1,41673333	0,25475327	1368	1,4174	0,30192975
408	1,41676667	0,25711209	1536	1,41743333	0,30428858
432	1,41683333	0,26182974			

❖ *Résultats de test de densité et de dureté Shore D*

<i>Formulations</i>	<i>Densité</i>	<i>Dureté Shore D</i>
F0	1,27	61 ± 0,21
F10/50	1,25	61,3 ± 0,09
F20/50	1,22	61,6 ± 0,14
F30/50	1,20	62 ± 0,21
F10/100	1,25	62,2 ± 0,14
F20/100	1,21	62,5 ± 0,13
F30/100	1,19	63 ± 0,17
F10/160	1,25	63,5 ± 0,21
F20/160	1,22	64 ± 0,13
F30/160	1,20	64,69 ± 0,15
F10/200	1,25	65 ± 0,15
F20/200	1,22	65,8 ± 0,17
F30/200	1,19	67 ± 0,13

❖ *Résultats de la caractérisation mécanique*

<i>Formulations</i>	<i>Contrainte à la rupture (MPa)</i>	<i>Allongement à la rupture (%)</i>	<i>Module d'Young (MPa)</i>
F0	27,11 ± 0,66	182,62 ± 5,24	268,49 ± 12,25
F10/50	21,38 ± 0,54	119,88 ± 18,94	499,01 ± 53,03
F20/50	17,16 ± 0,43	65,11 ± 3,67	615,8 ± 30,57
F30/50	15,4 ± 0,76	43,89 ± 5,53	735,38 ± 8,51
F10/100	20,64 ± 0,73	95,33 ± 1,13	515,72 ± 3,39
F20/100	15,5 ± 1,99	45,77 ± 2,66	631,11 ± 45,58
F30/100	14,87 ± 0,92	18,19 ± 2,7	779,8 ± 5,91
F10/160	19,69 ± 0,29	91,35 ± 5,13	588,53 ± 84,54
F20/160	15,45 ± 1,77	33,11 ± 5,03	695,77 ± 59,47
F30/160	14,67 ± 1,5	10,91 ± 1,03	781,46 ± 55,55
F10/200	18,4 ± 0,53	69,32 ± 9,6	667,44 ± 73,82
F20/200	13,18 ± 0,61	28,6 ± 7,7	728,74 ± 11,52
F30/200	11,65 ± 0,47	8,63 ± 0,97	944,02 ± 64,13

❖ *Résultats d'analyse thermique ATG-DTG du PVC Vierge et des composites PVC/FB*

<i>Formulation F0 (PVC Vierge)</i>			<i>Formulation F10/50</i>		
<i>T (°C)</i>	<i>ATG(%)</i>	<i>DTG (%/min)</i>	<i>T (°C)</i>	<i>ATG(%)</i>	<i>DTG (%/min)</i>
2,5	100,066		4,6	99,66	
2,5	100	-0,0203	4,8	99,629	-0,0308
2,5	100	-0,0068	4,8	99,629	-0,0211
2,7	100,066	0,0521	5	99,567	-0,0106
2,7	100,066	0,2373	5	99,598	-0,0025
3,5	100,462	0,4847	5,1	99,598	0,051
5,8	100,989	0,6161	5,1	99,629	0,2793
10,1	101,517	0,6413	6,4	100,062	0,5466
16,8	102,045	0,6094	10,6	100,587	0,6094
25,7	102,507	0,5127	18,4	101,082	0,4915
36,4	102,902	0,3959	29,3	101,453	0,3233
48	103,166	0,2924	42,7	101,607	0,1741

60	103,364	0,2052	56,1	101,7	0,0657
71,9	103,496	0,1542	69,4	101,731	-0,0007
83,3	103,694	0,1343	81,9	101,669	-0,0427
93,7	103,694	0,1261	92,9	101,638	-0,0509
103,8	103,826	0,1359	103	101,607	-0,0233
113,7	103,958	0,1359	112,6	101,607	-0,0025
123,1	104,024	0,129	121,5	101,607	0,0021
132,4	104,156	0,1304	130,3	101,607	-0,00920
141,9	104,288	0,1154	139,1	101,577	-0,0202
151,4	104,354	0,0841	148,4	101,577	-0,0113
160,6	104,42	0,0416	157,5	101,577	-0,0093
169,7	104,42	-0,0078	166,8	101,577	-0,0324
178,6	104,42	-0,0574	176,3	101,546	-0,0691
187,4	104,288	-0,0753	185,5	101,453	-0,1148
196,4	104,288	-0,1963	194,6	101,329	-0,1908
205,3	103,892	-0,5828	203,5	101,144	-0,3111
214,3	103,298	-0,8583	212,4	100,835	-0,5011
223	102,639	-1,038	221,2	100,34	-0,811
231,7	101,715	-2,2795	229,8	99,505	-1,4813
240,3	100,132	-7,7339	238,7	98,238	-3,41
248,2	88,654	-15,1686	247,2	93,632	-5,9269
256,4	73,879	-18,3508	255,5	88,192	-8,1064
264,7	57,124	-14,9594	263,8	80,556	-10,8445
273,2	48,087	-7,8155	272,2	70,015	-12,9286
281,6	44,855	-3,1305	280,8	58,393	-11,9245
290	43,338	-1,5029	289,7	49,645	-8,514
298,4	42,48	-0,836	298,4	44,266	-5,2025
306,7	42,018	-0,4639	307	41,175	-2,87
315,3	41,755	-0,2557	315,5	39,629	-1,4059
323,9	41,623	-0,1638	324,1	38,949	-0,6545
331,9	41,491	-0,1106	332,4	38,64	-0,3617
339,7	41,425	-0,0725	340,7	38,393	-0,2826
347,4	41,425	-0,0614	348,9	38,176	-0,2838
355,4	41,293	-0,071	357,1	37,929	-0,3137
363,4	41,293	-0,0938	365,2	37,311	-0,4588
371,7	41,161	-0,1484	381,4	36,909	-0,5951
379,9	41,029	-0,2368	389,4	36,321	-0,8207
388,2	40,765	-0,3982	397,6	35,549	-1,2974
396,3	40,369	-0,7427	405,6	34,374	-2,5355
404,5	39,644	-1,4971	413,7	31,932	-2,5355
412,6	37,929	-2,4012	421,8	29,768	-2,2739
420,6	35,554	-2,7279	430,1	28,223	-1,7236
428,3	33,245	-2,3553	438,2	27,017	-1,2969
436,4	31,596	-1,7552	446,3	26,059	-1,0089
444,4	30,343	-1,269	454,3	25,348	-0,7618

452,5	29,485	-0,9264	462,1	24,822	-0,5779
460,6	28,826	-0,6795	469,9	24,359	-0,4627
468,5	28,364	-0,5045	477,8	24,049	-0,4124
476,4	28,034	-0,3818	485,9	23,679	-0,3673
484,2	27,704	-0,3165	493,7	23,338	-0,3673
492,1	27,441	-0,2837	501,5	23,091	-0,322
500,1	27,243	-0,2634	509,3	22,844	-0,2795
507,9	27,045	-0,2377	517,2	22,597	-0,2301
515,8	26,847	-0,2097	524,9	22,442	-0,1789
523,5	26,649	-0,1769	532,8	22,318	-0,1481
531,2	26,583	-0,1658	540,8	22,195	-0,1282
538,9	26,385	-0,1633	548,7	22,102	-0,1144
546,6	26,319	-0,1363	556,3	22,009	-0,1042
554,2	26,187	-0,0966	564	21,917	-0,0818
562,1	26,121	-0,0657	571,7	21,917	-0,0969
570,1	26,055	-0,0478	579,4	21,731	-0,1239
578	26,055	-0,0164	587,1	21,669	-0,1101
585,7	25,989	-0,0039	594,8	21,607	-0,0981
593,4	26,055	-0,0126	602,4	21,515	-0,0965
601,1	26,055	-0,0101	610,2	21,422	-0,0978
609	26,055	-0,0043	618	21,36	-0,1006
616,8	26,055	-0,0019	625,9	21,267	-0,1037
624,7	25,989	-0,013	633,6	21,175	-0,1024
632,5	25,989	-0,0087	641,3	21,082	-0,1092
640,3	25,989	-0,0068	649	20,989	-0,1092
648,3	25,989	-0,0092	656,5	20,927	-0,1083
656,2	25,989	-0,0145	664,1	20,835	-0,1089
664	25,923	-0,0237	671,8	20,742	-0,1092
671,8	25,989	-0,0285	679,6	20,618	-0,1189
679,8	25,923	-0,0324	687,4	20,556	-0,1248
687,7	25,858	-0,0459	695,2	20,433	-0,1307
695,4	25,858	-0,058	703,1	20,309	-0,1422
703,1	25,792	-0,0624	711	20,185	-0,1538
710,8	25,792	-0,059	718,9	20,062	-0,1617
718,6	25,726	-0,0657	726,8	19,907	
726,5	25,66				

<i>Formulation F20/50</i>			<i>Formulation F30/50</i>		
<i>T (°C)</i>	<i>ATG(%)</i>	<i>DTG (%/min)</i>	<i>T (°C)</i>	<i>ATG(%)</i>	<i>DTG (%/min)</i>
9,2	99,872		14,8	99,784	
9	99,872	-0,1466	14,4	99,698	-0,1225
8,9	99,872	-0,1184	13,7	99,741	-0,051
8,9	99,872	0,0184	13,4	99,654	-0,0405
8,9	99,872	0,0034	12,9	99,654	-0,0322
8,7	99,829	0,1409	12,4	99,554	0,0142
8,9	99,957	0,4753	12,3	99,654	0,1731
10,1	100,555	0,6604	12,9	99,914	0,3396
14,2	101,365	0,8361	15,5	100,216	0,431
21,5	101,792	0,9279	20,8	100,648	0,4399
31,5	103,37	0,3504	28,9	101,08	0,2823
44	102,517	-0,021	39,6	101,123	0,1323
56,5	103,37	0,0815	51,3	101,21	0,0585
69,5	102,73	-0,001	63,7	101,253	-0,012
81,9	102,73	-0,0018	76,4	101,166	-0,0959
92,9	102,645	-0,0221	88,2	101,08	-0,1288
103,4	102,602	-0,0993	99,4	100,95	-0,1368
113,3	102,517	-0,0544	110,1	100,821	-0,1332
113,3	102,56	-0,0544	120,1	100,734	-0,0961
122,6	102,773	-0,0047	129,5	100,691	-0,0585
131,6	102,773	-0,172	138,6	100,691	-0,0199
140,7	102,218	-0,2334	147,9	100,648	0,0063
150,1	102,133	-0,0794	156,8	100,648	-0,0098
159,3	102,133	-0,0465	165,7	100,648	-0,0136
168,6	102,048	-0,1359	174,8	100,605	-0,031
178	102,005	-0,1923	183,9	100,605	-0,1067
187,2	101,749	-0,2647	192,8	100,475	-0,2111
196,3	101,493	-0,4204	201,6	100,216	-0,3604
205,3	101,109	-0,6416	210,6	99,914	-0,6041
214,3	100,127	-0,9517	219,2	99,222	-0,8861
222,9	99,531	-1,3527	227,8	98,402	-1,2098
231,7	98,251	-2,5154	236,4	97,322	-3,1722
240,6	96,118	-5,4089	245,1	94,125	-6,7956
249	88,823	-7,842	253,4	85,788	-8,0944
257,3	82,466	-9,1897	261,6	79,698	-8,3282
265,6	74,061	-10,9662	270	72,095	-9,1577
274,1	63,78	-11,2494	278,3	64,147	-8,6143

282,6	54,735	-9,0012	286,9	57,495	-6,7709
291,4	48,677	-6,004	295,4	52,829	-4,7174
300,1	44,923	-3,7458	303,9	49,762	-3,1064
308,6	42,577	-2,2716	312,2	47,775	-1,995
317,2	41,212	-1,3114	320,5	46,479	-1,2791
325,6	40,444	-0,7523	328,9	45,659	-0,857
333,8	40,017	-0,4932	337,3	45,097	-0,6462
342	39,676	-0,4029	345,6	44,622	-0,5579
350,2	39,334	-0,3919	353,9	44,147	-0,5329
358,1	39,036	-0,4169	362	43,758	-0,5484
366,3	38,652	-0,4701	370,1	43,283	-0,6032
374,6	38,268	-0,5623	378,4	42,721	-0,7383
382,9	37,756	-0,7223	386,5	42,073	-0,9883
391,1	37,073	-0,9908	394,5	41,123	-1,344
399,4	36,135	-1,5455	402,4	39,827	-1,7411
407,5	34,684	-2,3016	410,4	38,272	-2,145
415,6	32,125	-2,3591	418,3	36,156	-2,2665
423,5	30,503	-1,8734	426,3	34,384	-1,9788
431,4	29,096	-1,5265	434,3	32,873	-1,595
439,5	27,944	-1,2167	442,3	31,706	-1,2019
447,4	27,09	-0,9139	450,3	30,886	-0,8408
455,4	26,451	-0,6751	458,4	30,324	-0,5753
463,5	25,981	-0,5235	466,3	29,935	-0,3889
471,5	25,597	-0,4257	474,1	29,676	-0,2304
479,5	25,256	-0,3726	481,9	29,59	-0,1484
487,5	24,957	-0,3488	489,7	29,46	-0,2339
495,4	24,659	-0,3288	497,6	29,158	-0,2886
503,2	24,445	-0,3025	505,7	28,942	-0,2244
510,8	24,189	-0,2522	513,8	28,812	-0,182
518,5	23,976	-0,1785	521,6	28,639	-0,1747
526	23,891	-0,1213	529,5	28,51	-0,1617
533,9	23,805	-0,1025	537,5	28,38	-0,1503
514,8	23,677	-0,1028	545,3	28,294	-0,1373
549,7	23,635	-0,1038	553	28,164	-0,1294
557,5	23,549	-0,1013	560,8	28,078	-0,1193
565,3	23,464	-0,0941	568,6	27,948	-0,0971
573,23	23,379	-0,086	576,2	27,905	-0,1228
580,9	23,294	-0,0838	584	27,732	-0,1592
588,8	23,251	-0,0847	591,8	27,603	-0,1377
596,4	23,166	-0,0834	599,7	27,516	-0,1279
604,3	23,123	-0,0838	607,5	27,387	-0,1275
612	23,038	-0,0853	615,4	27,3	-0,1133
619,8	22,952	-0,0947	623,5	27,214	-0,1098
627,5	22,867	-0,1016	631,3	27,127	-0,1421
635,3	22,782	-0,0997	639,2	26,998	-0,1608

643,1	22,696	-0,0997	646,9	26,868	-0,1604
650,8	22,654	-0,0922	654,4	26,739	-0,1715
685,6	22,526	-0,1044	662,1	26,566	-0,1813
666,3	22,483	-0,1103	670,1	26,436	-0,1848
674,1	22,355	-0,1035	678,1	26,307	-0,188
681,9	22,312	-0,1328	686	26,134	-0,1905
689,7	22,142	-0,1838	693,9	25,918	-0,1949
697,6	22,014	-0,171	701,6	25,788	-0,1937
705,5	21,843	-0,1585	709,1	25,659	-0,1984
713,4	21,715	-0,1756	716,6	25,443	-0,2051
721	21,587	-0,205	724,3	25,27	

<i>Formulation F10/200</i>			<i>Formulation F20/200</i>			<i>Formulation F30/200</i>		
<i>T (°C)</i>	<i>ATG (%)</i>	<i>DTG (%/min)</i>	<i>T (°C)</i>	<i>ATG (%)</i>	<i>DTG (%/min)</i>	<i>T (°C)</i>	<i>ATG (%)</i>	<i>DTG (%/min)</i>
7,9000	100,0000		3,8	99,014		12,1	99,863	
7,9000	99,9510	-0,0994	3,8	99,261	-0,4195	11,8	100,046	-0,2228
7,9000	99,9510	-0,0184	3,8	98,571	-0,4648	11,3	99,636	-0,2291
7,9000	99,8520	-0,0134	3,8	98,423	-0,2119	10,8	99,59	-0,0711
7,9000	99,9010	-0,0098	4	98,275	-0,1194	10,5	99,545	-0,0254
7,9000	99,9010	0,1063	4	98,176	0,0689	10	99,545	-0,0097
8,0000	100,0000	0,3817	7,7	98,817	0,6127	9,7	99,545	0,1334
10,1000	100,4930	0,5956	14	99,409	0,8792	9,7	99,727	0,4472
15,5000	101,0850	0,5974	23,9	100,641	1,1038	12,1	100,273	0,6486
24,1000	101,5290	0,4666	36,4	100,789	0,5879	18,7	100,91	0,5669
35,6000	101,8250	0,3072	49,7	100,887	-0,1892	29,3	101,274	0,3429
48,3000	102,0230	0,1690	62,8	100,69	-0,4484	42,7	101,457	0,1207
61,2000	102,1210	0,0802	75,6	100,591	-0,242	56,2	101,457	-0,0347
74,0000	102,1210	0,0311	87,2	100,296	-0,1628	70	101,366	-0,1119
85,7000	102,1710	0,0116	97,7	100,394	-0,369	82,8	101,229	-0,1495
96,4000	102,1710	0,0076	107,7	99,704	-0,3384	94	101,092	-0,1466
106,5000	102,1210	0,0195	117,2	99,655	-0,043	104,4	101,001	-0,1309
116,1000	102,1710	0,0354	126,2	99,704	0,0329	114,1	100,865	-0,1061
125,1000	102,2200	0,0477	135,2	99,754	-0,0996	123,1	100,819	-0,0944
133,9000	102,2690	0,0557	144,2	99,458	-0,1603	131,7	100,728	-0,0797
142,8000	102,3680	0,0524	153,2	99,458	-0,0361	140,6	100,637	-0,0581
151,8000	102,4170	0,0347	162	99,507	-0,0176	149,7	100,683	-0,0437
160,6000	102,3680	0,0137	171,1	99,458	-0,057	158,5	100,592	-0,043
169,6000	102,4170	-0,0336	180,3	99,409	-0,1156	167,5	100,592	-0,054
178,8000	102,3190	-0,1107	189,1	99,261	-0,2196	176,4	100,592	-0,1002
187,7000	102,2200	-0,1795	197,9	99,064	-0,3651	185,3	100,41	-0,1733
196,5000	102,0230	-0,2804	206,6	98,669	-0,5626	193,9	100,273	-0,2702

205,4000	101,7270	-0,4381	215,3	98,127	-0,8301	202,6	100	-0,4245
214,3000	101,3320	-0,6419	223,7	97,289	-1,2345	211,5	99,545	-0,6709
222,8000	100,6410	-0,9549	232,3	96,106	-2,1769	220,2	98,908	-1,0054
231,3000	99,7530	-1,8093	241	94,283	-4,9834	228,9	97,906	-1,6763
240,0000	98,1750	-3,9767	249,2	87,235	-7,7495	237,7	96,404	-4,2989
248,2000	92,8470	-6,2609	257,6	80,927	-8,6565	246,3	90,988	-7,7225
256,5000	87,4690	-8,1558	265,9	73,534	-10,0672	254,7	82,977	-8,3514
264,8000	79,7730	-10,9276	274,3	63,972	-11,0356	263	76,969	-8,6165
273,2000	69,1170	-12,7856	282,6	54,559	-9,5913	271,3	68,958	-9,8082
281,6000	57,7700	-11,3555	291,2	47,708	-6,7664	279,7	60,173	-9,2444
290,3000	49,7290	-7,8157	299,7	43,42	-4,2602	288,4	53,209	-6,9002
298,9000	44,9430	-4,7147	307,9	40,759	-2,5614	297	48,703	-4,4463
307,2000	42,0820	-2,7132	316,2	39,231	-1,4659	305,6	45,926	-2,7057
315,7000	40,5030	-1,4504	324,5	38,443	-0,8095	314,1	44,288	-1,5946
324,1000	39,7630	-0,7004	332,7	37,95	-0,4748	322,6	43,332	-0,9203
332,3000	39,4180	-0,3607	341	37,654	-0,3452	330,7	42,831	-0,5665
340,7000	39,1710	-0,2393	349,3	37,408	-0,3228	338,9	42,467	-0,4162
348,9000	39,0230	-0,2136	357,6	37,112	-0,3538	347	42,103	-0,3658
356,9000	38,8750	-0,2487	365,6	36,816	-0,4167	355	41,83	-0,3708
365,0000	38,6290	-0,3311	373,6	36,422	-0,5167	363,2	41,557	-0,4208
373,1000	38,2830	-0,4644	381,6	35,978	-0,6835	371,3	41,147	-0,4962
381,3000	37,8890	-0,7138	389,5	35,338	-0,9593	379,4	40,692	-0,6316
389,1000	37,1480	-1,0947	397,6	34,401	-1,3706	387,5	40,1	-0,8533
397,1000	36,0140	-1,5516	405,7	33,07	-1,892	395,4	39,326	-1,1471
405,0000	34,5340	-2,0001	413,8	31,148	-2,3332	403,2	38,188	-1,6109
412,8000	32,7080	-2,4334	421,9	28,931	-2,2581	411,1	36,686	-1,9927
420,8000	30,3900	-2,6127	430	27,403	-1,6984	419,1	34,866	-1,8563
428,9000	28,3180	-2,3738	438	26,22	-1,2406	427,1	33,455	-1,5292
436,8000	26,4430	-1,8971	445,8	25,333	-0,9799	435,1	32,271	-1,2645
444,6000	25,1110	-1,3221	453,9	24,643	-0,7806	442,9	31,361	-0,9894
452,3000	24,2720	-0,8385	461,8	24,051	-0,6777	450,8	30,633	-0,7676
460,1000	23,7300	-0,5172	469,9	23,46	-0,5846	458,8	30,086	-0,6116
468,1000	23,4830	-0,3126	479	23,066	-0,442	466,7	29,631	-0,5159
475,9000	23,2360	-0,2071	487,7	22,77	-0,3073	474,4	29,267	-0,4678
483,9000	23,0880	-0,1449	495,4	22,573	-0,2054	482,2	28,812	-0,3891
491,8000	22,9900	-0,1120	502,6	22,425	-0,1509	489,8	28,584	-0,2624
499,7000	22,8910	-0,0951	509,7	22,326	-0,1372	497,4	28,448	-0,1777
507,6000	22,8420	-0,0766	517	22,228	-0,1405	505,2	28,311	-0,1467
515,5000	22,7920	-0,0607	524,3	22,08	-0,148	513,2	28,22	-0,1334
523,3000	22,6940	-0,0560	531,9	21,981	-0,1498	521,1	28,084	-0,1364
531,3000	22,6940	-0,0503	539,7	21,833	-0,1394	529,1	27,947	-0,1357
539,1000	22,6440	-0,0517	547,4	21,735	-0,1289	537,3	27,856	-0,126
547,0000	22,5950	-0,0564	555,1	21,636	-0,1166	545,2	27,765	-0,1174
554,8000	22,5460	-0,0662	563	21,538	-0,1087	553	27,674	-0,1161
562,6000	22,4960	-0,0813	571	21,439	-0,1043	560,8	27,538	-0,1027

570,3000	22,4470	-0,0842	579,1	21,341	-0,0971	568,5	27,447	-0,0984
578,1000	22,3480	-0,0835	587,1	21,291	-0,096	576,2	27,401	-0,0874
586,0000	22,2990	-0,0950	595,1	21,193	-0,0917	583,7	27,31	-0,0834
594,1000	22,2000	-0,0998	602,9	21,094	-0,0816	591,3	27,219	-0,0834
601,9000	22,1020	-0,1001	610,8	21,045	-0,0783	598,8	27,173	-0,0774
609,7000	22,0030	-0,1041	618,7	20,996	-0,0834	606,3	27,173	-0,072
617,4000	21,9540	-0,1146	626,4	20,897	-0,0798	613,8	27,037	-0,0704
625,1000	21,8550	-0,1225	634,2	20,848	-0,0755	621,3	27,037	-0,0757
633,0000	21,7070	-0,1207	641,8	20,798	-0,0834	628,7	26,946	-0,0717
641,2000	21,6580	-0,1272	649,6	20,7	-0,0877	636,2	26,855	-0,066
649,3000	21,5100	-0,1478	657,3	20,651	-0,0914	643,7	26,855	-0,061
657,1000	21,3620	-0,1641	665,1	20,601	-0,0953	651,3	26,809	-0,0617
664,9000	21,2630	-0,1793	673	20,503	-0,0978	659,1	26,718	-0,071
672,7000	21,0660	-0,1948	680,8	20,404	-0,1094	667	26,673	-0,0663
680,4000	20,9180	-0,2017	688,6	20,306	-0,1195	674,9	26,673	-0,0747
688,3000	20,7700	-0,2053	696,1	20,207	-0,1209	682,8	26,536	-0,0847
696,0000	20,6220	-0,1908	703,4	20,108	-0,1343	690,7	26,491	-0,0907
703,7000	20,4240	-0,1836	711	19,961	-0,1596	698,6	26,4	-0,097
711,2000	20,2760	-0,2035	718,8	19,862	-0,1751	706,4	26,4	-0,1084
718,9000	20,0790	-0,2111	726,8	19,669		714,3	26,218	-0,1327
726,7000	19,9800					722,1	26,081	

RESUME

La hausse des coûts et la disponibilité décroissante des produits de bois débités ont amené les manufacturiers de matériaux de construction à considérer des matériaux non traditionnels. Les composites bois-plastiques (CBP), nouveau matériau constitué d'une matrice de plastique chargée de particules de bois, ont attiré l'attention des scientifiques et industriels à cause des nombreux avantages qu'ils présentent. Ce matériau peut être fabriqué selon différents procédés déjà utilisés dans l'industrie du plastique, ce qui présente un avantage au niveau de la formabilité, de la production et des coûts de fabrication.

L'incorporation de matériaux cellulosiques dans la matrice thermoplastique affecte un grand nombre de propriétés, que beaucoup d'auteurs attribuent à l'adhésion interfaciale polymère/charge. D'autres facteurs tels que la nature et la taille de la charge incorporée peuvent également influencer sur les propriétés des composites.

Dans ce contexte, différentes formulations à base de polychlorure de vinyle/farine de bois ont été préparées avec différents taux de charge (10, 20 et 30%) et différentes tailles de particules de bois (50, 100, 160 et 200 μ m). Les mélanges PVC/FB sont initialement malaxés dans une calandre avant de préparer des plaques d'une épaisseur moyenne de 2mm par compression à 170°C. Ces derniers ont été caractérisés par diverses techniques : tests mécaniques, morphologiques et thermiques.

Mots clés : Polychlorure de vinyle, composites, charge cellulosique, farine de bois, morphologie.

ABSTRACT

The increase of cost and decreasing availability of sawn timber products has led manufacturers of building materials to consider non-traditional materials. The wood-plastic composite (WPC), is new material made of a plastic matrix containing small particles of wood. It drew the attention of scientists and industrialists because of the many benefits they offer. This material can be manufactured by different processes already used in the plastics industry, which has an advantage in terms of formability, production and manufacturing costs.

The incorporation of cellulosic materials in the thermoplastic matrix affects a large number of properties; many authors attribute that to the interfacial adhesion polymer / load. Other factors such as the nature and size of the filler incorporated may also influence the properties of composites.

In this context, different formulations based on polyvinyl chloride / wood flour were prepared with different loading rates (10, 20 and 30%) and different sizes of wood particles (50, 100, 160 and 200 μ m). PVC compounds / FB are initially mixed in a calendar before preparing plates with an average thickness of 2 mm by compression at 170 °C. They were characterized by various techniques: mechanical tests, morphological and thermal.

Keywords: Polyvinyl chloride, composite load cellulose, wood flour, morphology.