

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE ABDERRAHMANE MIRA BEJAIA



جامعة بجاية  
Tasdawit n'Bgayet  
Université de Béjaïa

FACULTE DE LA TECHNOLOGIE

**MEMOIRE**

Présenté par  
NEDJMA Samira

En vue de l'obtention du diplôme de  
**MAGISTER**  
**En Génie des Procédés**  
Option : **Génie des Polymères**  
Sur le thème

**EFFET DU DESENCRAGE ET DU TRAITEMENT DE  
SURFACE SUR LES PROPRIETES PHYSICO-  
MECANIQUES ET THERMIQUES DES COMPOSITES  
PVC/ FIBRE DE PAPIER JOURNAL**

**Soutenu le :** / / 2010 devant le jury composé de :

**Président :** Mr M. KACI, Professeur à l'Université A. Mira de Bejaia.

**Examineurs :** Mr A. BOUKERROU, Maitres de Conférences à l'Université A. Mira de Bejaia.

Mr F. REZGUI, Maitres de Conférences à l'Université A. Mira de Bejaia.

**Rapporteur:** Mr H. DJIDJELLI, Professeur à l'Université A. Mira de Bejaia.

**2009/2010**



## *Remerciements*

*Ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire des Matériaux Organiques (LMO) de l'Université A. MIRA de Bejaia.*

*Tout d'abord, mes sincères remerciements sont adressés à mon directeur de mémoire **Mr H. DJIDJELLI**. Je tiens à lui exprimer ma profonde gratitude pour avoir encadré ce mémoire, sa disponibilité et son soutien tout au long de ce travail.*

*Je remercie également **Mr A. BOUKERROU**, pour ses précieux conseils avisés sur la partie expérimentale et sa disponibilité. J'apprécie aussi tous leurs efforts pour m'aider à préparer ce mémoire. Cette année passée à travailler ensemble me laissera un formidable souvenir professionnel, mais aussi humain. Merci encore du fond du cœur **Mr H. DJIDJELLI** et **Mr A. BOUKERROU**.*

*Je remercie tous les membres du jury d'avoir accepté de juger ce travail avec bienveillance : **Monsieur M. KACI** pour m'avoir fait l'honneur de présider le jury. **Messieurs A. BOUKERROU** et **F. REZGUI** qui ont très aimablement accepté de faire partie du jury en qualité d'examineurs.*

*Je tiens également à remercier l'ensemble du personnel des entreprises **CABEL** et **CATEL** à Alger pour leur accueil et leur aide précieuse.*

*Je remercie **Nacera CHIBANI** pour son aide précieuse et sa qualité humaine.*

*Je tiens aussi à remercier tous les membres et techniciens du laboratoire de Génie des Procédés de l'université de Bejaia. Je pense en particulier à **Mme AKROUNE**, **Mr M. MAMASSE**, **Mme F. BRADAI**, **Mme BENAMOUR** et **Mr Hassen** pour leur disponibilité et leur aide précieuse. Je n'oublierai pas la sympathie et le soutien de toutes les personnes que j'ai pu côtoyer au cours de cette année en particulier les membres du labo5 **D. Hamiche**, **M. Beztoute**, **S. Krim**, **C. Ihamouchene**, **B. Dairi**, **N. Hamour** et **Mme Moussi**.*

## *Dédicaces*

*Je dédie ce mémoire*

*A mes très chers parents, tous les mots du monde ne sauraient exprimer l'immense amour que je vous porte, ni la profonde gratitude que je vous témoigne pour tous les efforts et les sacrifices que vous n'avez jamais cessé de consentir pour mon instruction et mon bien-être. C'est à travers vos encouragements que j'ai opté pour cette noble profession, et c'est à travers vos critiques que je me suis réalisée. J'espère avoir répondu aux espoirs que vous avez fondés en moi. Je vous rends hommage par ce modeste travail en guise de ma reconnaissance éternelle et de mon infini amour.*

*A mes chers frères Azzdine et Samir.*

*A mes sœurs Hassiba, Nassima, Sabiha, Sonia, Lydia et ma petite Kahina.*

*A ma sœur Karima et sa belle famille,*

*A Rayane et Rozaline.*

*A mes amis (es). Azem, Fatima, Dalila, Warda, Faiza, Thiziri, Nanouche, Fatiha, Salima,*

*Nadjia et ma chère Ounissa.*

*A Ange qui ma toujours donner force et courage pour continuer mes études.*

*A mes copines de chambre D06.*

# Sommaire

---

## Sommaire

Liste des abréviations	
Liste des tableaux	
Liste des schémas	
Liste des figures	
Introduction .....	1
<b>Chapitre I : Généralités sur les matériaux composites</b>	
I.1. Historique .....	3
I 1.2. Définition des composites .....	3
I.2.1. La matrice .....	4
I.2.1.1. Les thermoplastiques .....	4
I.2.1.. Les thermodurcissables .....	5
I.2.1.2. Les élastomères .....	5
I.2.1.3.1. Notions sur le PVC .....	6
a. Définition du polychlorure de vinyle (PVC) .....	6
b. Polymérisation .....	6
c. Propriétés de PVC .....	8
d. Additif du poly (chlorure de vinyle) .....	8
I.2.2. Le renfort .....	10
I.2.2.1. Les fibres naturelles .....	10
a. La cellulose .....	11
b. Hémicellulose .....	12
c. La lignine .....	13
I.2.2.2. Quelques exemples de fibres végétales et leurs compositions .....	14

I.2.2.3. Avantage et inconvénient de fibres naturelles .....	15
I.2.2.4. Papier journal .....	16
I.2.2.5. Le désencrage du papier journal .....	17
I.3. Adhésion interfaciale .....	19
I.3.1. Notion d'adhésion .....	19
I.3.2. Interface fibre/matrice .....	19
I.3.3. Modification d'interface .....	20
I.3.3.1. Méthodes physiques .....	20
I.3.3.2. Méthodes chimiques .....	20
I.3.3.2.1. L'imprégnation des fibres .....	21
I.3.3.2.2. Les couplages chimiques .....	21
a- Les agents de couplage organiques .....	21
b- Les agents de couplage inorganiques .....	26
c- Les agents de couplage organiques-inorganiques .....	27

## **Chapitre II : Rappels bibliographiques**

II. Rappels bibliographiques .....	29
------------------------------------	----

## **Chapitre III : Matériaux utilisés et techniques expérimentales**

III.1. Matériaux utilisés .....	41
III.1.1. Polychlorure de vinyle (PVC) et additifs .....	41
III.1.1.1. Polychlorure de vinyle (PVC) .....	41
III.1.1.2. Additifs .....	41
III.1.2. Agent de désencrage .....	43
III.1.3. Agent modifiant .....	44
III.1.4. Agent de dosage .....	45
III.1.5. Charge naturelle .....	46

---

III.2. Techniques expérimentales .....	46
III.2.1. Désencrage du papier journal .....	46
III. 2.2. Modification chimique du papier journal par l'anhydride acétique .....	47
III.2.3. Préparation des composites PVC/fibre cellulosique .....	48
III.2.3.1. Formulations .....	48
III.2.3.2. Mélangeur à cylindre (DRY BLEND) .....	48
III.2.3.3. Calandrage .....	49
III.2.3.4. Moulage par compression .....	50
III.3. Techniques de caractérisation .....	51
III.3.1. Analyse spectrale par IRTF .....	51
III.3.2. Test de mouillabilité .....	52
III.3.3. Titrage chimique .....	52
III.3.4. La diffraction des rayons X (DRX) .....	53
III.3.5. Propriétés physiques .....	54
III.3.5.1. Détermination de la densité .....	54
III.3.5.2. Test d'absorption d'eau .....	54
III.3.6. Propriétés mécaniques .....	55
III.3.6.1. Test de traction .....	55
III.3.6.2. Test de dureté shore D .....	57
III.3.7. Propriétés thermiques (ATG) .....	58
III.3.8. Propriétés diélectriques .....	59
III.3.8.1. Tension de claquage .....	59
III.3.8.2. Permittivité et pertes diélectriques .....	60
III.3.9. Microscopie électronique à balayage (MEB) .....	61

**Chapitre IV : Résultats et discussions**

IV.1. Caractérisation de la fibre .....	62
IV.1.1. Caractérisation du papier journal désancré .....	63
IV.1.1.1. L'analyse spectroscopique (IRTF) .....	63
IV.1.1.2. La diffraction des rayons X (DRX) .....	65
IV.1.1.2. L'analyse thermogravimétrique (ATG/DTG) .....	67
a- Les thermogrammes ATG .....	67
b- Les thermogrammes DTG .....	68
IV.1.1.3. L'analyse morphologique (MEB) .....	69
IV.1.2. Caractérisation du papier journal traité .....	70
IV.1.2.1. Titrage chimique .....	70
IV.1.2.2. Analyse spectrale (IRTF) .....	70
IV.1.2.3. La diffraction des rayons X (DRX) .....	73
IV.1.2.4. Le test de mouillabilité .....	74
IV.1.2.5. L'analyse thermogravimétrique (ATG/DTG) .....	75
a- Les thermogrammes ATG .....	75
b- Les thermogrammes DTG .....	76
IV.1.2.6. L'analyse morphologique .....	77
IV.1.3. La comparaison des fibres de papier journal avec la cellulose industrielle .....	78
IV.1.3.1. La diffraction des rayons X (DRX) .....	78
IV.1.3.2. L'analyse thermogravimétrique (ATG/DTG) .....	80
a- Les thermogrammes ATG .....	80
b- Les thermogrammes DTG .....	80
IV.1.3.3. L'analyse morphologique (MEB) .....	81
IV.2. Caractérisation des composites .....	83

IV.2.1. Caractérisation par la diffraction des rayons X (DRX) .....	83
IV.2.2. Caractérisation physique .....	84
IV.2.2.1. Test de densité .....	84
IV.2.2.2. Test d'absorption d'eau .....	85
IV.2.3. Caractérisation mécaniques .....	89
IV.2.3.1. Test de traction .....	89
IV.2.3.1.1. La résistance à la traction .....	89
IV.2.3.1.2. L'allongement à la rupture .....	91
IV.2.3.1.3. Module d'Young .....	92
IV.2.3.2. Test de Dureté Shore D .....	93
IV.2.4. Caractérisations thermiques .....	94
IV.2.4.1. Comportement thermique de la matrice PVC .....	94
IV.2.4.2. Comportement thermique des composites .....	95
IV.2.5. Caractérisation diélectriques .....	97
IV.2.5.1. Tension de claquage .....	97
IV.2.5.2. Permittivité .....	98
IV.2.5.3. pertes diélectriques .....	99
IV.2.6. Analyse morphologique (MEB) .....	100
Conclusion .....	102

Références bibliographies

Annexe

## Liste des Figures

<b>Figure 1 :</b>	Quelques fibres végétales : (a) Banane, (b) Bagasse de canne à sucre, (c) curauá, (d) flax, (e) hemp, (f) jute, (g) sisal et (h) kenaf .....	14
<b>Figure 2 :</b>	Production mondiale en 2003 de fibres végétales, (milliers de tonnes) ...	16
<b>Figure 3 :</b>	Utilisation des fibres recyclées par type de papier, en Europe .....	17
<b>Figure 4 :</b>	Articles et brevets publiés de 1995 à 2007 sur les matériaux composites..	29
<b>Figure 5 :</b>	Fibre de PJB (a) et PJD (b) .....	46
<b>Figure 6 :</b>	Photo du montage de désencrage du papier journal .....	47
<b>Figure 7 :</b>	Photo du montage de la modification chimique du papier journal .....	47
<b>Figure 8 :</b>	Photo du Turbo mélangeur .....	49
<b>Figure 9 :</b>	Photos de la calandre utilisée .....	50
<b>Figure 10 :</b>	Photo de la presse à table utilisée .....	50
<b>Figure 11:</b>	La plaque obtenue après la compression .....	51
<b>Figure 12 :</b>	Photos du densimètre utilisé .....	54
<b>Figure 13:</b>	Photo du test d'absorption d'eau .....	55
<b>Figure 14:</b>	Courbe théorique contrainte/déformation des matériaux polymères .....	56
<b>Figure 15 :</b>	Photo de la machine de traction .....	57
<b>Figure 16 :</b>	Photo du duromètre shore D .....	58
<b>Figure 17 :</b>	Photo de l'ATG .....	59
<b>Figure 18 :</b>	Photo de l'appareil de mesure de tension de claquage .....	59
<b>Figure 19 :</b>	Photo de l'appareil de mesure de résistance électrique et la perte diélectrique .....	60
<b>Figure 20 :</b>	Photo de l'appareil utilisé .....	61

<b>Figure 21</b> :	Spectres (IRTF) de la fibre du papier journal brute et désencrée ainsi que de l'encr.....	64
<b>Figure 22</b> :	Spectre DRX de la fibre du papier journal brute et désencrée .....	66
<b>Figure 23</b> :	Thermogrammes ATG de la fibre de papier journal brute et désencrée ...	68
<b>Figure 24</b> :	Thermogrammes DTG de la fibre de papier journal brute et désencrée ...	69
<b>Figure 25</b> :	Analyse morphologique de la FPJB (a) et FPJD (b) par le MEB .....	69
<b>Figure 26</b> :	Spectres (IRTF) de la fibre du papier journal traitée et non traitée .....	72
<b>Figure 27</b> :	Spectre DRX de la fibre du papier journal traitée et non traitée .....	74
<b>Figure 28</b> :	Photo illustrant le test de mouillabilité .....	75
<b>Figure 29</b> :	Thermogrammes ATG de la fibre du papier journal traitée et non traitée.	76
<b>Figure 30</b> :	Thermogrammes DTG de la fibre du papier journal traitée et non traitée.	77
<b>Figure 31</b> :	Analyse morphologique de la FPJD (a) et FPJDT (b) .....	77
<b>Figure 32</b> :	Spectre DRX de la fibre du papier journal désencrée et de la cellulose Industrielle .....	78
<b>Figure 33</b> :	Spectre DRX de la fibre du papier journal brute, désencrée, traitée et de la cellulose industrielles .....	79
<b>Figure 34</b> :	Thermogrammes ATG de la fibre du papier journal brute, désencrée, traitée et de la cellulose industrielle .....	80
<b>Figure 35</b> :	Thermogrammes DTG de la fibre du papier journal brute, désencrée, traitée et de la cellulose industrielle .....	81
<b>Figure 36</b> :	Analyse de la morphologie des fibres par le MEB × 800 (a. PJB, b. PJD, c. PJDT et d. CI) .....	82
<b>Figure 37</b> :	Spectres DRX des différents composites .....	83
<b>Figure 38</b> :	Variation de la densité des composites en fonction du type de charge .....	85
<b>Figure 39</b> :	Evolution du taux d'absorption d'eau des composites en fonction du temps (jours) .....	86

<b>Figure 40</b> :	Evolution du taux d'absorption d'eau des composites (PJB et PJD) en fonction du temps (jours) .....	87
<b>Figure 41</b> :	Evolution du taux d'absorption d'eau des composites (PJD et PJDT) en fonction du temps (jours) .....	88
<b>Figure 42</b> :	Evolution du taux d'absorption d'eau des composites (PJD et CI) en fonction du temps (jours) .....	89
<b>Figure 43</b> :	Evolution de la force de traction des composites en fonction du type de Charge .....	91
<b>Figure 44</b> :	Evolution de l'allongement à la rupture des composites en fonction du type de charge .....	92
<b>Figure 45</b> :	Evolution du module d'Young des composites en fonction du type de charge .....	93
<b>Figure 46</b> :	Variation de la dureté des composites en fonction du type de charge .....	94
<b>Figure 47</b> :	Thermogrammes TG et DTG de la matrice PVC .....	95
<b>Figure 48</b> :	Thermogrammes ATG des composites PVC-V, PVC-PJB, PVC-PJD, PVC-PJDT et PVC-CI .....	96
<b>Figure 49</b> :	Thermogrammes DTG des composites PVC-V, PVC-PJB, PVC-PJD, PVC-PJDT et PVC-CI .....	96
<b>Figure 50</b> :	Evolution de la tension de claquage des composites en fonction du type de charge .....	98
<b>Figure 51</b> :	Evolution de la permittivité des composites en fonction du type de charge .....	99
<b>Figure 52</b> :	Evolution de la perte diélectrique des composites en fonction du type de charge .....	100
<b>Figure 53</b> :	Images du microscope électronique à balayage des composites 1)*200, 2)*800. (a) PVC-PJB, (b) PVC-PJD, (c) PVC-PJDT, (d) PVC-CI .....	101

## Liste des Tableaux

<b>Tableau 1 :</b>	Propriétés de traction de quelque thermoplastique.....	5
<b>Tableau 2 :</b>	Caractéristiques moyennes des différents composants utilisés dans la résine thermodurcissables .....	5
<b>Tableau 3 :</b>	Quelques exemples de fibres végétales et leurs compositions .....	15
<b>Tableau 4 :</b>	Propriétés physico-chimiques de la résine polychlorure de vinyle (PVC).	41
<b>Tableau 5 :</b>	Propriétés physico-chimiques du plastifiant (DOP) .....	42
<b>Tableau 6 :</b>	Caractéristiques physiques du stabilisant thermique Ca/Zn .....	43
<b>Tableau 7 :</b>	Caractéristiques physiques de lubrifiant .....	43
<b>Tableau 8 :</b>	Caractéristiques de la soude .....	43
<b>Tableau 9 :</b>	Caractéristiques de l'eau oxygénée .....	44
<b>Tableau 10 :</b>	Caractéristiques de l'anhydride acétique .....	44
<b>Tableau 11 :</b>	Caractéristiques de l'acide acétique .....	45
<b>Tableau 12 :</b>	Caractéristiques de l'acide sulfurique .....	45
<b>Tableau 13 :</b>	Caractéristiques de l'acide chlorhydrique .....	45
<b>Tableau 14 :</b>	Caractéristiques de l'éthanol .....	46
<b>Tableau 15 :</b>	La composition du PVC et ses aditifs .....	48
<b>Tableau 16 :</b>	La composition des différentes formulations.....	48
<b>Tableau 17 :</b>	Composition chimique de la fibre du papier journal .....	62
<b>Tableau 18 :</b>	Les bandes d'absorption enregistrées pour la fibre cellulosique .....	65
<b>Tableau 19 :</b>	Résultats du taux d'acétyl groupe obtenu par titrage chimique .....	70
<b>Tableau 20 :</b>	Taux de cristallinité des fibres.....	79
<b>Tableau 21 :</b>	Comparaison du comportement thermique des différents fibres (PJB, PJD, PJDT et de la CI) .....	81
<b>Tableau 22 :</b>	Taux de cristallinité des composites .....	83
<b>Tableau 23 :</b>	Comparaison du comportement thermique des différents composites et la matrice PVC .....	97



## Liste des Schémas

<b>Schéma 1 :</b>	Matériau composite idéal .....	4
<b>Schéma 2:</b>	Molécule de la cellulose .....	11
<b>Schéma 3 :</b>	Représentation des liaisons hydrogènes inter et intramoléculaires .....	12
<b>Schéma 4 :</b>	Représentation schématique de la hiérarchie de structure dans une fibre Cellulosique .....	12
<b>Schéma 5 :</b>	Structure chimique de l'hémicellulose .....	13
<b>Schéma 6 :</b>	Structure moléculaire de la lignine .....	14
<b>Schéma 7 :</b>	Réaction d'estérification entre l'anhydride maléique et les fibres cellulosiques .....	21
<b>Schéma 8 :</b>	Modification chimique des fibres cellulosiques par l'acide acrylique .....	22
<b>Schéma 9 :</b>	Modification chimique des fibres cellulosiques par une triazine .....	23
<b>Schéma 10 :</b>	Mode d'action d'un isocyanate sur la cellulose .....	24
<b>Schéma 11:</b>	Différent agents de couplage utilisés .....	24
<b>Schéma 12:</b>	Mode d'action d'un agent compatibilisant PE-g-MA sur les fibres cellulosiques.....	25
<b>Schéma 13 :</b>	Traitement alcalin des fibres cellulosiques .....	26
<b>Schéma 14 :</b>	Structure de polyéthylènimine.....	35
<b>Schéma 15 :</b>	Réaction entre l'agent de couplage, jute et le PP .....	37
<b>Schéma 16 :</b>	Structure chimique du plastifiant DOP .....	42
<b>Schéma 17 :</b>	Structure chimique de l'anhydride acétique.....	44
<b>Schéma 18 :</b>	Acétylation de la cellulose .....	72

## Liste des Abréviations

PE : Polyéthylène

PEHD : Polyéthylène haute densité

PEBD : Polyéthylène basse densité

PP : Polypropylène

PVC : Polychlorure de vinyle

FPJD : Fibre de papier journal désencrée

FPJB : Fibre de papier journal brute

PJB : Papier journal brut

PJD : Papier journal désencré

PJDT : Papier journal désencré traité

CI : Cellulose industrielle

F0 : PVC vierge

F1 : PVC-PJB

F2 : PVC-PJD

F3 : PVC-PJDT

F4 : PVC-CI

AM: L'anhydride maléique.

PP-g-MA : Polypropylène greffé sur l'AM.

PE-g-MA : Polyéthylène greffé sur l'AM

ATG : Analyse thermogravimétrique.

DTG : Dérivée de la thermogravimétrie

IRTF : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.

DRX : Diffraction des rayons X.

MEB : Microscope électronique à balayage.

Mi : Masse initiale.

Mf : Masse finale.

Tg : Température de transition vitreuse.

Td : Température de début de décomposition.

Tmax : Température maximale de décomposition.

FL : Fibre de luffa.

WPC : Wood Plastic Composite.

# Introduction

## **Introduction**

Ces dernières années, un effort significatif a été apporté pour étudier l'utilisation des fibres naturelles (sisal, jute, bagasse de canne à sucre et papier journal) comme renfort dans les composites thermoplastiques comme polyéthylène (PE) [1], polypropylène (PP) [2], poly (chlorure de vinyle) (PVC) [3] et poly (acide lactique) (PLA) [4]. La transformation des composites à des températures entre (150-220 °C) empêchent la dégradation des matériaux celluloses [5]. Ces composites ont beaucoup d'avantages tels que la légèreté, la rigidité, le caractère renouvelable, et la biodégradabilité. Ils fournissent donc les propriétés économiques et écologiques intéressantes [6].

Actuellement, plus de 1.5 millions de tonnes de WPC sont produits par an dans le monde. Avec une production estimée à 1 millions de tonnes pour les Etats-Unis qui représente le plus grand marché, suivi de la Chine (200 000 tonnes), de l'Europe (170 000 tonnes), et du Japon (100 000 tonnes). En Europe, l'Allemagne est le principal producteur des WPC et, en outre, du constructeur le plus significatif des machines [7]. Les composites à fibres naturelles ont trouvé un nombre croissant d'applications [8], dans Les domaines de l'industrie d'automobile et du bâtiment.

Le PVC est un polymère thermoplastique largement utilisé dans divers secteurs, il est classé à la troisième position en termes de tonnage après le PE et PP. Il ne se distingue pas uniquement par sa polyvalence, mais aussi dans la majorité des cas par le caractère économique des produits en PVC à l'achat et à l'entretien. Cependant il est rarement étudié dans les WPC. C'est là que se situe notre choix pour l'utilisation de cette matrice. On se propose de renforcer le polychlorure de vinyle par la fibre de papier journal qui est principalement constituée de cellulose [9].

Cependant, malgré tous leurs avantages, les fibres naturelles soulèvent un désagrément majeur lorsqu'on les associe avec les matières thermoplastiques. En effet, la cellulose est un polysaccharide semi-cristallin avec un grand nombre de groupe d'hydroxyle en cellulose, donnant la nature hydrophile à la fibre naturelle une fois utilisée pour renforcer les matrices

hydrophobes [10]. En raison de leur absorption d'eau accrue et ainsi, la mauvaise adhésion entre la fibre et la matrice, ces composites ne sont pas appropriés à tous les domaines d'application (par exemple secteurs humides). Pour pallier à ce problème deux modes de traitement ont été entrepris : Le premier, est le désencrage de la FPJ par un traitement alcalin et le deuxième traitement consiste à l'acétylation de la FPJD. Les échantillons obtenus par ces modes de traitement seront examinés par l'analyse infrarouge à transformée de fourrier (IRTF) et la diffraction aux rayons X (DRX). Les matériaux composites ainsi élaborés seront caractérisés par diverses méthodes d'analyse à savoir : les tests physiques, mécaniques, thermiques et morphologiques.

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

Le premier chapitre sera consacré aux généralités sur les matériaux composites. Le deuxième chapitre consiste à présenter quelques rappels bibliographiques sur des travaux relatifs aux composites polymères /charges naturelles. Dans le troisième chapitre nous présenterons les matériaux utilisés, les différents traitements chimiques de la FPJ, la préparation des composites PVC /FPJ et les différentes techniques d'analyse. Le quatrième chapitre sera consacré à la discussion de l'ensemble des résultats obtenus.

# Chapitre I

## Généralité sur les Matériaux Composites

## Chapitre I : Généralités sur les matériaux composites

### I.1. Historique

Les premiers matériaux composites sont apparus au cours de la seconde guerre mondiale. Ils sont hétérogènes et constitués d'une matrice plastique organique (polymère) associée à un renfort fibreux [11].

Les composites bois/plastiques (WPC : Wood Plastic Composite) sont composés de polymères thermoplastiques, et de fibres de bois dans des proportions plus ou moins grandes. Ce type de matériau tire profit de la densité relativement faible du bois, de son faible coût, de ses propriétés mécaniques ainsi que de sa capacité à être recyclé [12].

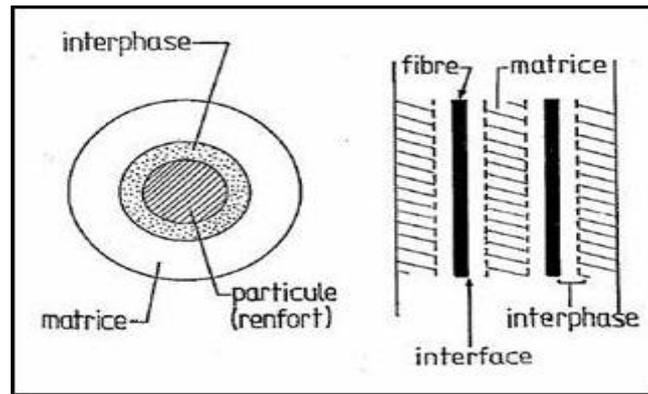
Les matériaux composites modernes ont fait leur première apparition dans les années 60, et ont maintenant envahi notre quotidien. En effet, les composites bois-plastique (WPC) ont apparu en Italie en 1970, puis popularisé en Amérique du Nord au début des années 1990. Au début du 21<sup>ème</sup> siècle, les WPC s'étendent à l'Inde, Singapour, Malaisie et le Japon. Le taux de croissance annuel de production des matériaux composites était d'environ 18 % en Amérique du Nord et 14 % en Europe [12].

### I.2. Définition des composites

Les matériaux composites sont des matériaux solides hétérogènes et anisotropes, constitués par l'association d'au moins deux matériaux non miscibles aux caractéristiques complémentaires. Dans un matériau composite (Schéma 1) on distingue généralement :

- ❖ Le renfort qui joue le rôle de squelette ou d'armature ; il assure la tenue mécanique (résistance à la traction et rigidité). Souvent il est de nature filamentaire (fibre organique).
  
- ❖ La matrice qui lie les fibres (renfort), repartit les efforts (résistance à la compression ou à la flexion), assure aussi la protection chimique. Les matrices sont souvent des résines organiques thermoplastiques ou thermodurcissables.

Une interphase se crée entre les deux constituants et aura pour rôle de transmettre les contraintes de l'un à l'autre sans déplacement d'où l'établissement d'une bonne adhérence [13].



**Schéma 1** : Matériau composite idéal [13].

### I.2.1. La matrice

La matrice a pour principale but de transmettre les efforts mécaniques au renfort, de répartir les contraintes, de lier les fibres de renforts et donner la forme désirée au produit final, comme elle sert de protection en protégeant la fibre contre des chocs, des produits chimiques, d'humidité, de la corrosion, des rayons solaires et des températures excessives....) [14].

Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites que l'on classe généralement en trois familles en fonction de la nature de la matrice :

- ❖ les composites à matrices organiques (CMO) qui constituent, de loin, les volumes les plus importants aujourd'hui à l'échelle industrielle ;
- ❖ les composites à matrices céramiques (CMC) réservés aux applications de très haute technicité et travaillant à haute température comme dans les domaines spatial, nucléaire et militaire, ainsi que le freinage (freins carbone) ;
- ❖ les composites à matrices métalliques (CMM) [11].

Les matrices polymères sont divisées en trois classes : les thermodurcissables, les élastomères et les thermoplastiques.

#### I.2.1.1. Les thermoplastiques

Ils sont caractérisés par une structure linéaire ou ramifiée, amorphe ou semi cristalline. Ils sont des matériaux généralement ductiles, recyclables, fusibles à haute température. Les principales résines thermoplastiques utilisées dans les composites sont : les polyéthylènes téréphtalates (PET), les polybutylènes téréphtalate (PBT), les polycarbonates (PC), le polyéthylène (PE), le polypropylène (PP) et le polychlorure de vinyle (PVC) [15].

**Tableau 1** : Propriétés mécaniques de quelque thermoplastique [16].

Polymère	Résistance à la traction (MPa)	Module d'Young (MPa)	Allongement à la rupture (%)
PP	77-100	6,3-8,9	200-700
PEHD	55-100	2,4-7,1	20-1000
PEBD	11-63	0,55-2,2	50-800
PVC	27-63	13,8-23,7	200-450

### I.2.1.2. Les thermodurcissables

Les résines thermodurcissables sont composées de longues macromolécules possédant des liaisons disponibles pour créer un réseau moléculaire tridimensionnel, cette réaction est déclenchée par des durcisseurs ou par la température. Il en résulte une transformation de la résine, initialement sous forme de liquide visqueux composé de molécules non liées, en un solide ayant une structure réticulée. Cette réaction est irréversible.

Les différents composants chimiques (les adjuvants) rajoutés à cette résine permettent de contrôler la viscosité, la réaction chimique de réticulation de la pâte ainsi que son retrait lors de la cuisson [17]. Les caractéristiques moyennes des différents composants sont présentées dans le tableau 2.

**Tableau 2** : Caractéristiques moyennes des différents composants utilisés dans la résine thermodurcissables [17].

Polymère	Masse spécifique (Kg/dm <sup>3</sup> )	Résistance à la traction (MPa)	Module de Flexion (GPa)	Tenue à la Chaleur (°C)
Polyester	1.2	50-65	3	120
Phénolique	1.2	40-50	3	120-150
Epoxyde	1.1-1.4	50-90	3	120-200
Polyuréthane	1.1-1.5	20-50	1	100-120
Poly-imide	1.3-1.4	30-40	4	250-300

### I.2.1.3. Les élastomères

Les élastomères sont composés de macromolécules linéaires de grande souplesse, avec des liaisons sporadiques entre elles. Ces liaisons chimiques forcent les molécules à revenir immédiatement à leur configuration originale après une déformation et on dit qu'ils ont un comportement caoutchouteux [18].

Exemple : Polybutadiène, caoutchouc naturelle...etc.

### I.2.1.3.1. Notions sur le PVC

#### a. Définition du polychlorure de vinyle (PVC)

Le PVC est un polymère synthétisé pour la première fois par le chimiste Français REGNAULT en 1835. Il appartient aux résines thermoplastiques amorphes et généralement on le retrouve sous forme d'une poudre blanche appelée résine. Le PVC est constitué par l'addition répétitive d'un même monomère qui est le chlorure de vinyle. Une molécule de PVC contient de 750 à 1500 monomères. Le chlore représente 57% du poids de la résine pure du PVC ce qui lui confère la propriété d'être un bon ignifugeant [19, 20].

#### b. Polymérisation

C'est la réaction par laquelle les molécules s'additionnent successivement les unes aux autres pour former une chaîne macromoléculaire de grande longueur.

Quand les macromolécules sont constituées à partir d'un seul type de monomère, elles sont appelées *homopolymères*.

Lorsque la polymérisation s'effectue en présence de mélanges de monomères différents, on réalise une copolymérisation qui conduit à des *copolymères*.

#### Principe

La réaction de polymérisation du chlorure de vinyle monomère par voie radicalaire donne naissance à des macromolécules linéaires de masses moléculaires moyennes déterminées dont la répartition présente une allure gaussienne asymétrique. C'est une réaction fortement exothermique.

Il existe plusieurs procédés industriels de polymérisation du chlorure de vinyle monomère :

#### ➤ Polymérisation en suspension

Le système réactionnel (monomère + initiateur organo-soluble) est dispersé sous forme de gouttelettes dans un milieu dispersant (eau + colloïde protecteur). En fin de polymérisation, on obtient des grains de PVC (de diamètre moyen d'environ 120 à 150 nm) en suspension dans l'eau.

Après récupération du monomère non transformé, le PVC est séparé de l'eau par essorage ou décantation puis séché et tamisé [21].

### ➤ Polymérisation en masse

Ce procédé consiste à polymériser le monomère en l'absence totale d'eau et d'agent dispersant.

Un initiateur organo-soluble est ajouté au chlorure de vinyle monomère. Le PVC, insoluble dans son monomère, précipite dans le milieu réactionnel au fur et à mesure de sa formation.

Le procédé comporte 2 étapes :

- ❖ une étape de prépolymérisation dans laquelle environ 10 % du monomère est polymérisé dans des conditions spécifiques pour former des grains de caractéristiques morphologiques définies ;
- ❖ une étape de polymérisation au cours de laquelle les grains de « semence » sont transférés dans le réacteur principal où sont ajoutés du monomère et des initiateurs ; la polymérisation se poursuit par croissance de grains initiaux.

Après l'élimination du monomère n'ayant pas réagi, le PVC est tamisé. Il se présente sous forme de grains de 120 à 150 µm de diamètre moyen.

Les performances des résines obtenues par le procédé en masse sont en général voisines de celles des résines fabriquées par le procédé en suspension [21].

### ➤ Polymérisation en émulsion

La réaction a lieu en milieu aqueux où le monomère est maintenu en émulsion à l'aide d'agents tensioactifs du type savon. La polymérisation est réalisée au moyen d'un initiateur hydrosoluble et se poursuit à l'intérieur des micelles (agrégats de molécules de tensioactif en milieu alcalin).

Par ce procédé, on forme une émulsion stable constituée de particules de dimensions comprises entre 0,1 et 1 µm appelée latex.

Après séchage dans des sècheurs atomiseurs, on obtient des grains de PVC ayant la forme de sphères creuses (céosphères) de faible diamètre (10 à 100 µm) qui peuvent être classifiées et broyées.

### ➤ Polymérisation en microsuspension

Une dispersion de monomère, d'eau, d'agent de surface et de catalyseur organosoluble préparée à froid par un moyen mécanique puissant est polymérisée à chaud sous agitation lente.

On obtient des particules de taille comprise entre 0,2 et 4 µm qui subissent ensuite un traitement et un séchage semblables à ceux du procédé de polymérisation en émulsion [21].

### c. Propriétés de PVC

- **Propriétés physiques**

Le PVC est une matière thermoplastique. Il se présente sous forme d'une poudre blanche. C'est un polymère tactique, donc essentiellement amorphe, mais il arrive qu'il soit syndiotactique sur de courts segments de chaînes et puisse s'organiser en phase cristalline qui varie de 10 à 15%. Il est inodore et inflammable [22].

- **Propriétés chimiques**

Le PVC non plastifié possède une bonne résistance aux produits chimiques : acides, bases, huiles, alcools, hydrocarbures aliphatiques, par contre, il est sensible aux hydrocarbures aromatiques et chlorés.

Le PVC souple (plastifié) est beaucoup plus sensible aux agents atmosphériques et à la lumière solaire, il peut poser des problèmes de migration de plastifiant [23, 24].

- **Propriétés mécaniques**

Le PVC présente une bonne rigidité à température ambiante ainsi qu'une excellente résistance à l'abrasion. Il présente, par contre, une certaine fragilité au froid, notamment une fragilité au choc à température inférieure à (-10 °C).

Dans le cas de PVC plastifié, le seuil de température où apparaît cette fragilité peut être abaissé [23, 24].

- **Propriétés thermiques**

Le PVC présente sa température de transition vitreuse entre 75 et 80°C. A température ambiante, il est donc rigide mais devient caoutchouteux au delà de 90°C. L'addition de plastifiants diminue la température de transition vitreuse et permet de proposer un PVC souple à température ambiante. Le PVC plastifié brûle plus facilement [23, 24].

### d. Additif du poly (chlorure de vinyle)

- **Plastifiant**

Les matières thermoplastiques ne sont que très rarement utilisées sans adjuvant. De fait, l'ensemble des propriétés recherchées pour l'objet fini requiert un meilleur dosage de produits d'addition à action spécifique. L'adjuvant qui augmente la souplesse du polymère est un

plastifiant dont la définition donnée dans la norme ISO 472 (1988) Plastiques. Vocabulaire est la suivante.

Plastifiant : substance de volatilité faible ou négligeable, incorporée à un polymère, destinée à abaisser son intervalle de ramollissement, faciliter sa mise en œuvre et augmenter sa flexibilité ou son extensibilité.

Son action peut aussi se traduire par une réduction de la viscosité à l'état fondu, un abaissement de la température de transition vitreuse ou une diminution du module d'élasticité de l'objet plastifié [25].

- **Lubrifiant**

La mise en forme des thermoplastiques n'est possible qu'à l'état fondu ou aux températures supérieures à leur température de transition vitreuse. Dans ces conditions, l'augmentation de la température ne suffit pas à faire baisser suffisamment la viscosité ; c'est pourquoi on doit faire appel à des adjuvants de transformation parmi lesquels les lubrifiants.

Les effets attendus des lubrifiants sont de deux sortes.

- Éviter ou atténuer les conséquences du contact des polymères avec les outils métalliques chauds. Pour éviter le contact direct conduisant au collage superficiel, à la stagnation, à la décomposition, on emploie des lubrifiants externes.
- L'écoulement des polymères en abaissant leur viscosité ou aider le PVC à gélifier, par addition de lubrifiants internes [26].

- **Stabilisant**

Ces additifs sont généralement utilisés en petite quantité pour faire face individuellement à des agressions particulières, mais il existe une classe de stabilisants contenant de nombreux additifs, qui concerne le polychlorure de vinyle et les polymères chlorés [27].

On distingue des stabilisants thermiques qui sont des sels de plomb, zinc, étain... Etc. [28].

- **Pigment**

Ce sont des poudres colorantes, solubles ou insolubles dans des solvants ou des liants, qui confèrent au film la couleur et le pouvoir couvrant recherchés. Les pigments peuvent être : Organiques : ce sont les plus chers. Ils ont un meilleur pouvoir colorant et une structure chimique particulièrement complexe (sels complexes de cuivre, chrome, bismuth, cadmium).

Minéraux : ce sont les plus courants et adaptés pour la fabrication des laques ; étant insolubles, ils sont broyés (oxyde de titane, oxyde de zinc, oxyde de fer, lithopone. . .) [29].

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 [24].

- **Ignifugeant**

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 d'avoir plus de temps pour s'échapper [24].

## **I.2.2. Le renfort**

Le renfort représente la phase discontinue d'un matériau composite il contribue à améliorer la résistance mécanique de ce dernier et peut se présenter sous forme de particules ou de fibres. Comme les fibres de verre, de carbone, ainsi que les fibres végétales (lin, coton, farine de bois, jute, chanvre, grignon d'olive... etc.)

### **I.2.2.1. Les fibres naturelles**

Les fibres naturelles sont des structures biologiques principalement composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine. Dans une proportion beaucoup plus faible elles contiennent aussi des extractibles, des protéines et certains composés inorganiques. Il existe différentes classifications de ces fibres. Les fibres dures forment un groupe à part entière qui représente 90% de la production mondiale. Ce sont ces fibres dures ou rigides qui sont utilisées lors de la fabrication des WPC.

Chaque fibre se présente sous la forme d'un composite où les microfibrilles de la cellulose sont réunies entre elles par une matrice « lignine » constituée d'hémicellulose comme étant un agent de couplage et de pectines. La proportion d'holocellulose (cellulose,

hémicellulose) et de lignine varie beaucoup selon les fibres naturelles (jute, bois, sisal, kénaf, etc.) [30].

#### a. La cellulose :

La cellulose est un polymère qui existe à l'état naturel et qui est particulièrement important puis qu'il est le constituant principal de la masse végétale [31].

C'est un homopolymère, dont l'unité de base est le glucose, ou plus exactement un dimère de glucose, le cellobiose. Les unités sont liées entre elles par des liaisons  $\beta$  (1-4)- glycosidiques (Schéma 2). Le degré de polymérisation (en glucose) peut atteindre 15000.

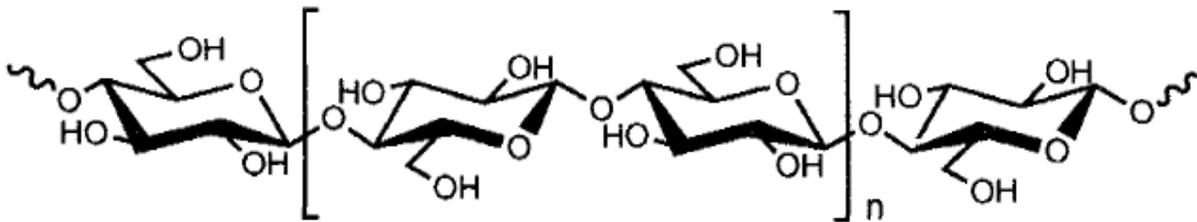
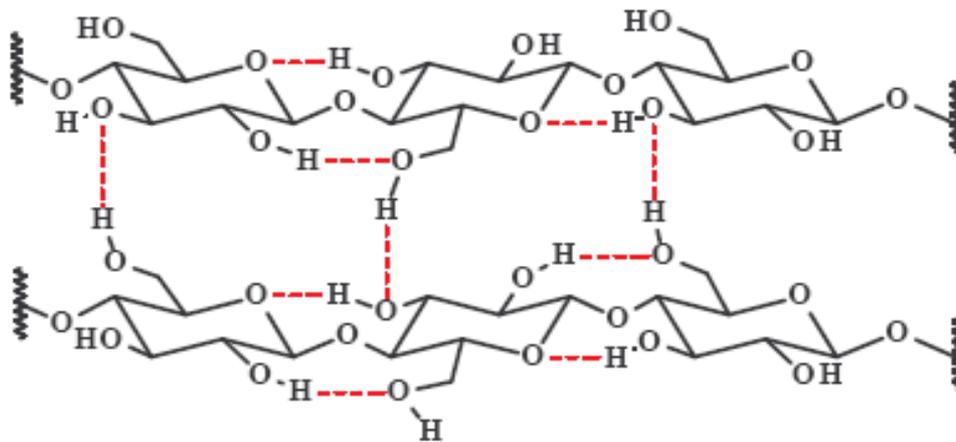


Schéma 2: Molécule de la cellulose.

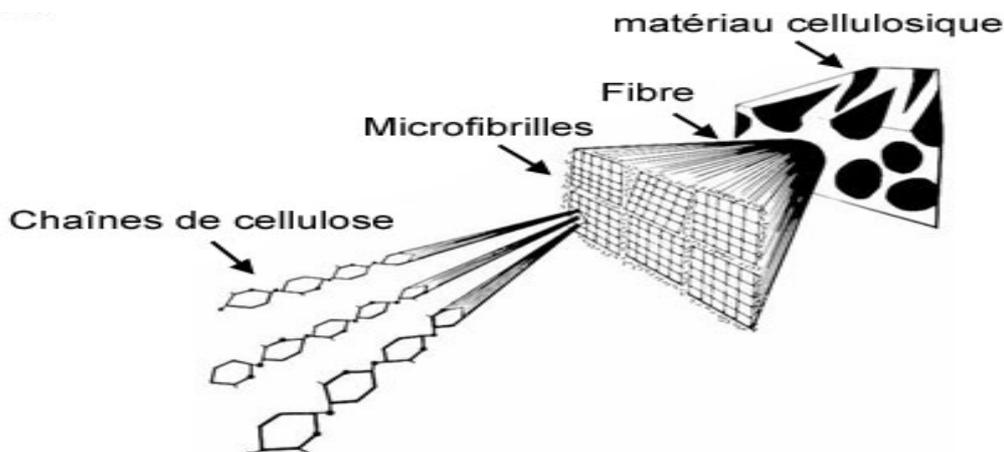
#### ▪ Structure des microfibrilles de cellulose

Comme nous l'avons vu précédemment, la présence de nombreux groupes hydroxyles le long de la chaîne est à l'origine d'un réseau de liaisons hydrogène intra et intermoléculaires. De plus, un réseau de liaisons van der Waals est établi entre les feuillets de chaînes. Ces deux réseaux de liaisons permettent l'établissement d'édifices cristallins ordonnés. Les liaisons hydrogène intramoléculaires se font principalement entre l'hydrogène porté par le groupement OH du carbone C3 d'un cycle et l'oxygène du cycle adjacent (O-5) (voir Schéma 3). Il peut également y avoir une interaction entre l'hydrogène porté par le groupement OH primaire du carbone C6 et l'oxygène de l'hydroxyle du carbone C2 du cycle adjacent. Les liaisons intermoléculaires se font entre l'hydrogène de l'hydroxyle primaire HO-6 et l'oxygène en position O-3 d'un cycle d'une unité voisine [32].



**Schéma 3 :** Représentation des liaisons hydrogènes inter et intramoléculaires.

Cet arrangement moléculaire ordonné des chaînes cellulosiques parallèles entre elles, est la base d'un édifice cristallin que l'on appelle microfibrilles. La hiérarchie de structure et l'organisation supramoléculaire de la cellulose sont schématisées sur la figure suivante.



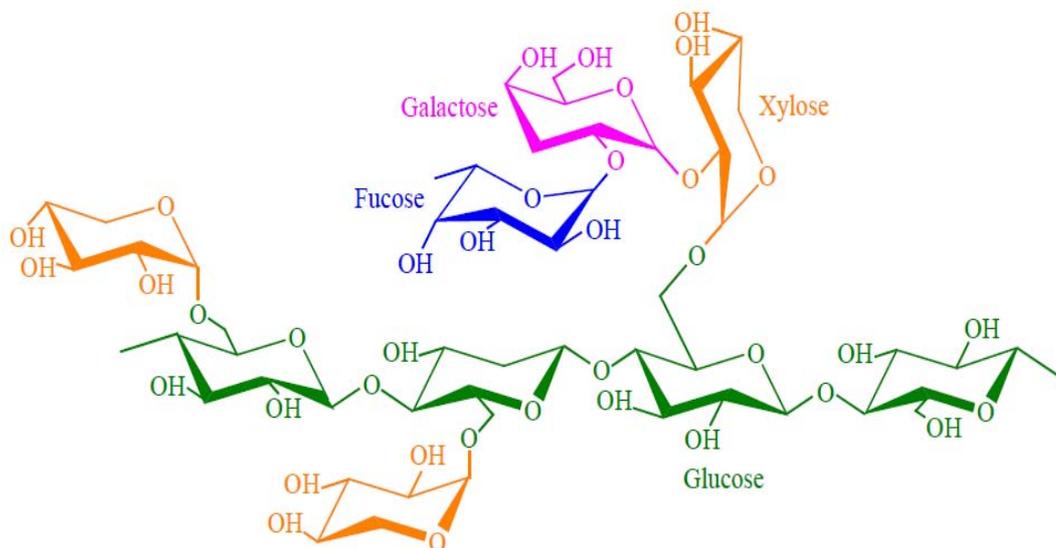
**Schéma 4 :** Représentation schématique de la hiérarchie de structure dans une fibre cellulosique.

### b. Hémicellulose

Polysaccharides plus courts que la cellulose, ramifiés, amorphes, et présentant également un caractère hydrophile. Ces molécules représentent environ 30% du bois, et sont constitués de différents sucres (xylose, galactose, mannose,...). Leur composition, donnant différentes familles de molécules (xylanes, galactanes ou encore mannanes, selon la nature des sucres qui les constituent majoritairement), varie entre les essences : les feuillus sont

majoritairement composés de xylose alors que chez les résineux, les hémicelluloses ont une proportion de galactoglucomannanes plus importante [33].

Les hémicelluloses sont des polysaccharides non cellulosiques. Les chaînes présentent un degré de polymérisation moyen de 200, elles sont plus courtes que celles de la cellulose et sont souvent ramifiées (amorphes), par conséquent facile à fonctionnaliser. Elles sont présentes dans les parois primaires et secondaires des cellules, intimement associées à la cellulose par des liaisons hydrogène, alors qu'elles peuvent l'être à la lignine par des liaisons covalentes. Elles correspondent à un polymère dont l'unité est un sucre et leur température de décomposition est située entre 270 - 330°C. La structure chimique de l'hémicellulose est donnée par le schéma 5 [31].

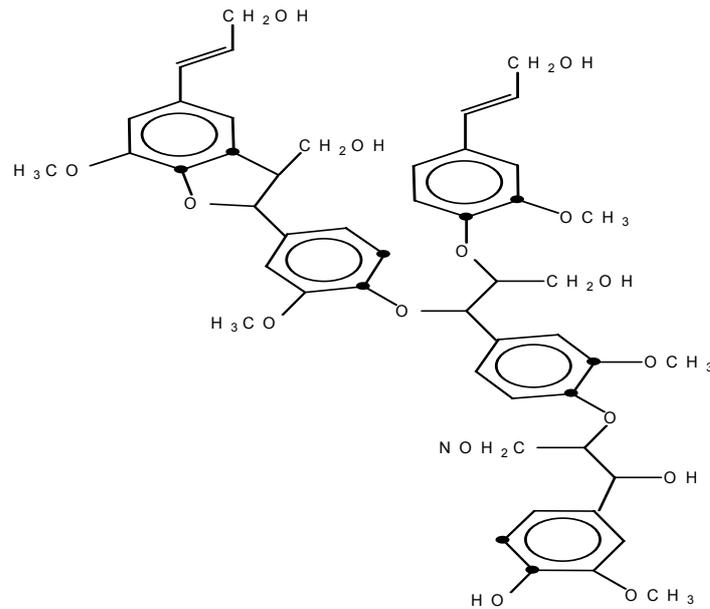


**Schéma 5 :** Structure chimique de l'hémicellulose.

### c. La lignine

La lignine est après la cellulose, la matière organique renouvelable la plus abondante à la surface de la terre. Elle est la plus importante fraction non saccharidique des fibres végétales. C'est la matière "incrustante" de la cellulose.

Rappelons que la lignine est constituée de polymères phénoliques tridimensionnels, amorphes possédant trois unités différentes de type phénylpropane : les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique [34]. La structure chimique de la lignine est donnée par le schéma 6.



**Schéma 6** : Structure moléculaire de la lignine.

### I.2.2.2. Quelques exemples de fibres végétales et leurs compositions

La proportion d'holocellulose (cellulose, hémicellulose) et de lignine varie beaucoup selon les fibres naturelles (banane, jute, bois, sisal, kenaf, etc. (figure 1)). A titre d'exemples, le tableau (3) résume quelques exemples de fibres végétales et leurs compositions.



**Figure 1** : Quelques fibres végétales : (a) Banane, (b) Bagasse de cane à sucre, (c) curauá, (d) flax, (e) hemp, (f) jute, (g) sisal et (h) kenaf [35].

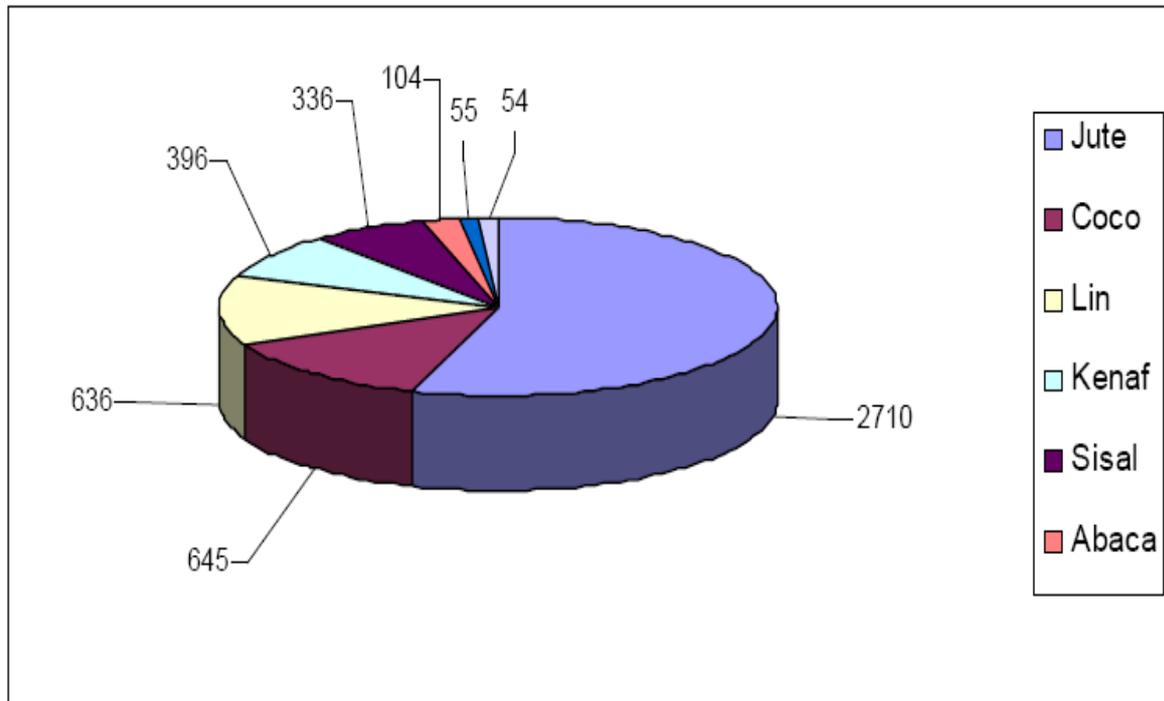
**Tableau 3** : Quelques exemples de fibres végétales et leurs compositions.

Type de fibre	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Référence
<b>Pin</b>	43	23	27	[36]
<b>Jute</b>	64.5	12.0	11.8	[37]
<b>Ramie</b>	68.6	13.1	0.6	[37]
<b>Coton</b>	82.5	5.7	0	[37]
<b>Papier</b>	79.5	8.3	3.5	[38]
<b>Bois d'eucalyptus</b>	37.6-49.3	32.9-12.0	19.1-27	[39]
<b>Sisal</b>	65-78	10-14	9.9	[40]
<b>Kéna</b>	31-57	21.5	8-19	[41]
<b>Grignon d'olive</b>	37.5	26.0	21.5	[38]

### I.2.2.3. Avantage et inconvénient de fibres naturelles

Les fibres naturelles présentent des atouts importants par rapport aux charges minérales telles que le mica, le talc ou le  $\text{CaCO}_3$  ou par rapport aux agents de renforts comme les fibres de verre, les fibres de carbone, qui font que leur utilisation est largement critiquée, voir même limitée, pour des considérations environnementales. La production des fibres naturelles s'est fortement développée ces dernières années comme le montre la figure 2, en raison de leur rigidité élevée, leur faible coût, leur faible densité, leur caractère écologique du fait qu'elles sont issues de ressource renouvelable et biodégradable, demande peu d'énergie pour être produite, et offrent une bonne isolation thermique et phonique [42].

En revanche, Les fibres naturelles présentent certains inconvénients à savoir: leur caractère hydrophile responsable de l'absorption d'humidité par le biais des liaisons hydrogènes, ce qui engendre un gonflement au sein du matériau et une certaine incompatibilité avec la plus part des polymères et causant ainsi une détérioration de l'ensemble des propriétés mécaniques des composites élaborés avec ces fibres [42].



**Figure 2:** Production mondiale en 2003 de fibres végétales, (milliers de tonnes) [43].

#### I.2.2.4. Papier journal

Les papiers récupérés peuvent être divisés en deux grandes catégories :

- ❖ les sortes brunes : cartons et emballages ;
- ❖ les sortes blanches : collectes de bureau, magazines et journaux.

Les papiers récupérés constituent une matière première très hétérogène car ils peuvent contenir de la pâte mécanique et de la pâte chimique (écru ou blanchie). Il est donc difficile de connaître la composition fibreuse exacte. Les fibres recyclées peuvent être utilisées seules ou mélangées avec des fibres vierges. La proportion de fibres recyclées dans la pâte peut varier de 5 à 100 % selon le type de papier. Le carton gris contient 100 % de fibres recyclées, le papier impression-écriture peut en contenir plus de 10%. La pâte de fibres recyclées peut être désencrée puis blanchie pour une utilisation dans la production de sorte blanche. Elle peut également être utilisée sans désencrage pour la production de papiers de sorte brune.

La figure 3, représentant les différentes sortes de papiers produits à partir de fibres recyclées, montre clairement que ces dernières sont utilisées majoritairement pour la production de matériaux pour caisses, boîtes et de papier journal [44].

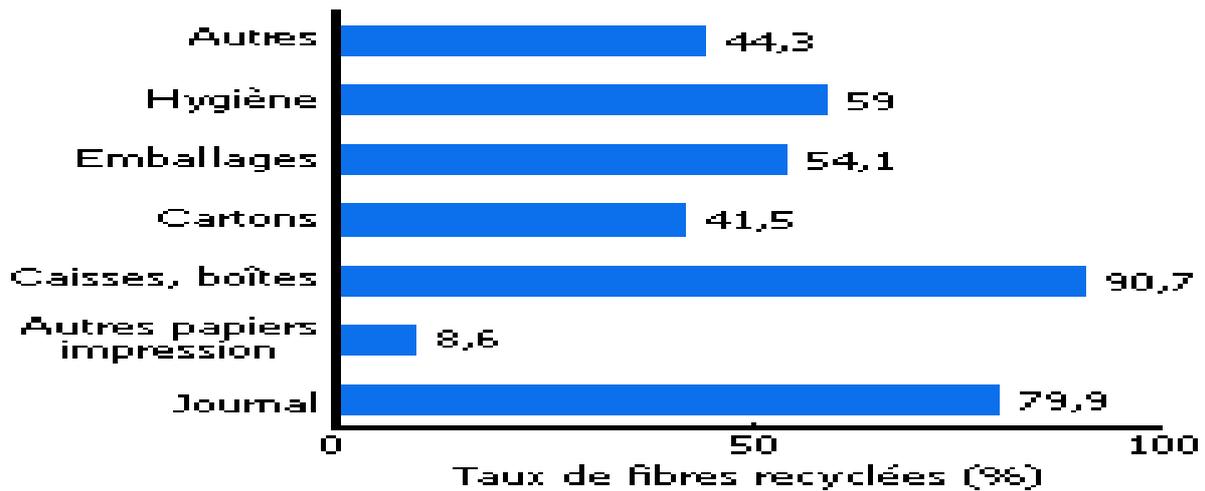


Figure 3 : Utilisation des fibres recyclées par type de papier, en Europe.

#### I.2.2.5. Le désencrage du papier journal

Pour désencrer un papier il est nécessaire dans un premier temps de décrocher les particules d'encre. Ce décrochage est facilité lors de l'étape de défibrage. On agit pour cela sur différents paramètres :

- ❖ la quantité et la nature des produits chimiques ajoutés;
- ❖ le pH ;
- ❖ la température ;
- ❖ le temps de contact ;

Les produits chimiques intervenant dans le désencrage de la pâte à papier sont les suivants :

- **la soude caustique** est employée pour améliorer le détachement de l'encre en élevant le pH et en faisant gonfler les fibres ;
- **un surfactant** permet de stabiliser les particules d'encre décrochées en solution et empêche qu'elles soient redéposées sur les fibres ;
- **le silicate de sodium** séquestre certains ions métalliques présents dans l'eau (essentiellement les ions calcium et magnésium). En l'absence de ce produit, les ions métalliques formeraient des dépôts insolubles en réagissant avec le surfactant ;
- **le peroxyde d'hydrogène et un agent séquestrant** sont utilisés pour maintenir un niveau de blancheur de la pâte. Celle-ci a tendance à jaunir du fait de l'action de la soude caustique sur la lignine. Le peroxyde d'hydrogène est un agent de blanchiment qui peut se décomposer sous l'action de métaux lourds en composés inutilisables pour le blanchiment. Un agent séquestrant est alors utilisé afin de capter les métaux lourds présents dans l'eau.

La principale technique utilisée pour la phase d'élimination de l'encre est le procédé par flottation. Le procédé repose sur les différences physiques et physico-chimiques superficielles des fibres et des particules d'encre.

**Baroulaki et al (2005) [45]** ont étudié le désencrage du papier journal et son utilisation comme charge dans des composites thermoplastiques tels que le PP, PEBD et PEHD. Le papier journal a été coupé en petit morceaux et ajouté à une solution aqueuse avec 1.2% NaOH, 1% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 2.5 verre soluble ( 33-37% de silicate de sodium), 0.6% agent de dispersion pendant 15 minutes à une température de 45°C le mélange est dilué puis placé dans un pulpeur de laboratoire Maelstrom et réduit en poudre pendant 30 minutes. L'opération se termine par un lavage avec l'eau distillée puis un séchage.

La densité, la dureté et les propriétés de traction des composites de 10, 20, 30 et 40% en fibre ont été étudiés. La force de traction des composites PEHD et PP enregistre une légère diminution pour 10 et 20% de fibre, et une baisse plus significative pour les échantillons à 30 et 40% de fibre. La densité et la dureté de ces composites augmente avec l'augmentation du taux de charge. L'élaboration des composites à matrice PEBD est plus facile grâce aux basses température de transformation utilisées.

**M. A. Nassar et al (2009) [46]** ont étudié le désencrage du papier journal et les propriétés mécaniques des composites à matrice polystyrène et fibre (50% papier journal + 50% pâte de bois). Le taux de polystyrène est de 20 et 30%.

Le papier journal a été coupé et introduit dans une solution à 2% NaOH pendant 3 heures, agité mécaniquement jusqu'à avoir une pulpe, ils ont effectué un lavage avec l'eau distillée et un séchage. Le polystyrène a été greffé avec l'acrylonitrile, l'éthylmétacrylate et le butylmétacrylate. Les propriétés de traction des composites n'ont pas montré d'essentiel amélioration à l'exception du module d'élasticité.

Pour l'analyse de la morphologie des échantillons par le MEB, ils ont constaté que les composites avec le polystyrène greffé a montré plus d'homogénéité de surface et que le PS greffé avec l'éthylmetacrilate présente une meilleure adhérence interfaciale.

### **I.3. Adhésion interfaciale**

#### **I.3.1. Notion d'adhésion**

L'adhésion peut être définie comme étant un ensemble de phénomènes physiques et/ou chimiques qui prennent naissance lorsque deux surfaces sont mises en contact. L'adhésion est liée à l'adhésivité, aptitude à créer des forces d'interactions entre deux surfaces, à l'état de surface des deux constituants (surface spécifique, porosité, sites actifs), à la mouillabilité, et à l'aptitude à créer un contact entre deux surfaces [47].

Sachant que les fibres naturelles comme le bois est un bon exemple de surface irrégulière, rugueuse, poreuse et autres caractéristiques non souhaitables. Cette surface conditionne donc fortement les possibilités de liens chimiques ou mécaniques entre deux matériaux, d'où la nécessité d'une troisième entité qui assure une liaison intime entre les deux éléments principaux et que l'on nomme interface. Cette interface conduit au concept d'interphase, qui fait référence à une troisième dimension de l'espace, dans laquelle il existe un gradient de concentration des deux composants.

L'interphase est une zone des adhérences, c'est donc à l'interface ou dans l'interphase qu'agissent les forces qui sont à l'origine de l'adhésion. La théorie de l'adhésion fait aussi appel à la notion d'énergie de surface et au phénomène de mouillage [30].

#### **I.3.2. Interface fibre/matrice**

L'interface fibre-matrice joue un rôle important dans le comportement global des matériaux composites. Elle doit transférer la charge de la matrice aux fibres afin de permettre un comportement global régulier du composite. Plusieurs phénomènes importants peuvent avoir lieu à l'interface fibre-matrice. Ces phénomènes favorisent la déformation plastique de la matrice et influencent l'initiation et le mode de la rupture. La rupture mécanique de l'interface fibre-matrice affecte fortement le comportement du composite, elle peut générer des dommages sévères dans la structure composite. D'une façon générale, pour réaliser un composite possédant des caractéristiques mécaniques élevées, il est nécessaire de procéder à une bonne adhérence entre la fibre et la matrice [48].

Il a été démontré par beaucoup de chercheurs [49- 54], que le traitement de surface des fibres qui a pour but d'assurer une bonne adhésion entre la fibre et la matrice, peut influencer sur le mode de rupture et les propriétés résiduelles des composites.

### **I.3.3. Modification d'interface**

Les fibres naturelles bien qu'elles possèdent de nombreuses qualités présentent certains défauts majeurs lorsqu'il s'agit de les associer aux polymères thermoplastiques. Elles possèdent une forte affinité avec l'eau (caractère hydrophile fort) ce qui crée une incompatibilité d'interfaces entre les fibres et les thermoplastiques à caractère fortement hydrophobe. Compte tenu de cette incompatibilité et des problèmes qui en découlent, il est apparu nécessaire de mettre au point des solutions, via l'usage de traitements ou d'additifs.

Ces diverses techniques de traitement peuvent être divisées en deux catégories : les méthodes de modification 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 et abaisser le caractère hydrophile des charges naturelles. La surface est donc le cœur de l'action et subit les modifications.

#### **I.3.3.1. Méthodes physiques**

Les méthodes physiques induisent un changement des propriétés structurales et surfaciques de la fibre cellulosique ou de la matrice thermoplastique. On peut citer entre autres :

- a. L'irradiation par Ultra-violet
- b. Les traitements par décharges électriques (corona, plasma froid)
- c. Le traitement par irradiation  $\gamma$ .

#### **I.3.3.2. Méthodes chimiques**

Ces méthodes ont pour but de rendre compatible la fibre et la matrice, par introduction d'un agent modifiant ou un agent compatibilisant qui permet l'association des fibres cellulosiques qui sont fortement hydrophiles avec des polymères hydrophobes [30].

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

### I.3.3.2.1. L'imprégnation des fibres

L'imprégnation offre une meilleure combinaison de la fibre et du polymère. Les fibres sont imprégnées dans des solutions polymères ou par dispersion d'un polymère de faible viscosité. La difficulté provient pour bon nombre de polymères du manque de solvants appropriés ou adéquats. Cependant l'imprégnation s'est avérée une solution intéressante dans le cas des composites bois/polymère à matrice PS ou PVC [55].

### I.3.3.2.2. Les couplages chimiques

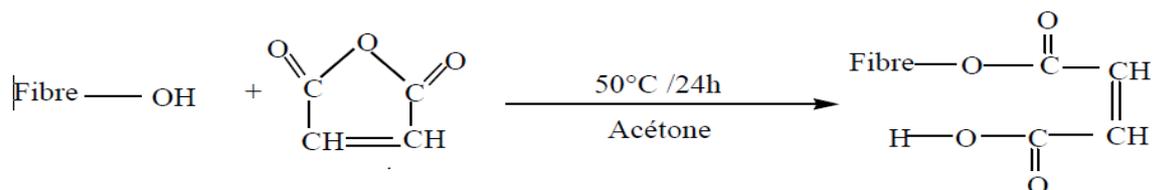
Les agents de couplage datent du début des années soixante et ce n'est qu'à la fin de cette décennie que l'on suggère leur utilisation pour améliorer les propriétés mécaniques des composites bois/polymères. On distingue trois grandes catégories: les agents organiques, inorganiques et hybrides organiques-inorganiques.

#### a- Les agents de couplage organiques

Sont les plus utilisés pour les produits à base de bois. Ils disposent dans leurs structures moléculaires des groupes bis- ou multifonctionnels. Ces groupes fonctionnels tel que les isocyanate ( $-N=C=O$ ), l'anhydride maléique ( $-(CO)_2O-$ ), interagissent avec les groupes polaires ( $-OH$ ) de la cellulose et de la lignine pour former des liaisons covalentes ou hydrogènes [30].

- **Traitement aux anhydrides**

Les traitements aux anhydrides comme l'anhydride maléique et l'anhydride succinique sont largement utilisés dans les composites à base des fibres cellulosiques. Les anhydrides possèdent deux groupements fonctionnels. Les deux groupements carboxyles ( $-COO-$ ) peuvent se lier à la surface de la fibre cellulosique par estérification ou par liaison hydrogène, comme le montre le schéma 7. La structure conjuguée ( $C=C$ ) augmente la réactivité de greffage sur la matrice polymérique par l'ajout d'un initiateur [56].



**Schéma 7:** Réaction d'estérification entre l'anhydride maléique et les fibres cellulosiques.

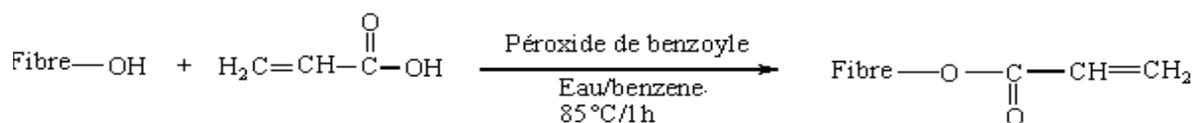
L'étude menée par **M.M. Ibrahim et al (2010) [57]** sur les propriétés mécaniques et thermiques des composites à matrice PEHD chargée avec les fibres lignocellulosiques (banane), modifiée chimiquement par l'anhydride maléique a montré une augmentation de la résistance à la traction. La modification chimique avec de l'anhydride maléique des fibres a été vérifiée par l'IRTF et le MEB. Ils ont constaté une bonne adhésion interfaciale entre la fibre traitée et la matrice ce qui explique l'efficacité de la modification chimique.

**V. Tserki et al (2005) [42]** ont réalisé une étude de modification chimique en utilisant l'anhydride acétique et l'anhydride propionique sur différentes charges végétales à savoir la farine de bois, le chanvre, le lin. L'effet de la réaction d'estérification entre les groupements acétyl, propionyle et les groupements hydroxyles des fibres a été examiné par l'analyse infrarouge à transformée de fourrier (IRTF) pour confirmer l'existence des groupements ester sur la structure moléculaire des fibres. La diffraction aux rayons X et la microscopie électronique à balayage (MEB) ont été employées pour caractériser la cristallinité et la morphologie des fibres traitées et non traitées.

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

- **Traitement avec les acides acryliques et méthacrylates**

Les acides acryliques et méthacrylates présentent une structure similaire avec celle de l'anhydride maléique, ce qui laisse supposer une forte adhésion interfaciale. Le schéma 8 montre la modification chimique des fibres cellulosiques par l'acide acrylique.

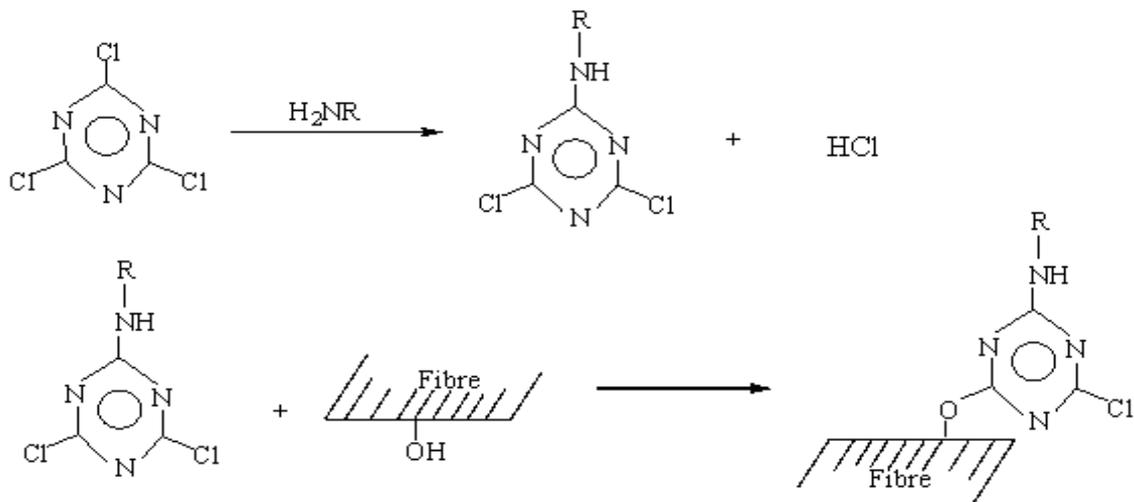


**Schéma 8 :** Modification chimique des fibres cellulosiques par l'acide acrylique [56].

**S. Kalia et al (2007) [58]** se sont intéressés à l'étude de la réaction de greffage de méthylmétaacrylate (MMA) sur les fibres de lin textile sous des conditions différentes à savoir l'air, la pression et sous l'influence des rayonnements de micro-onde. Le taux de greffage a été estimé à 41.7%, en présence d'air à 55°C, à 36.4% sous une pression de 0.8 MPa et à 24.6% sous l'influence de micro-onde à 210 W. La stabilité thermique du lin textile diminue après greffage dans les différentes conditions de réaction. Le greffage par la technique de rayonnement micro-onde est une méthode efficace en termes de consommation de temps, de rentabilité et il présente une meilleure structure cristalline comparée aux deux autres techniques.

- **traitement aux triazines et ses dérivés**

Les triazines 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 [30].

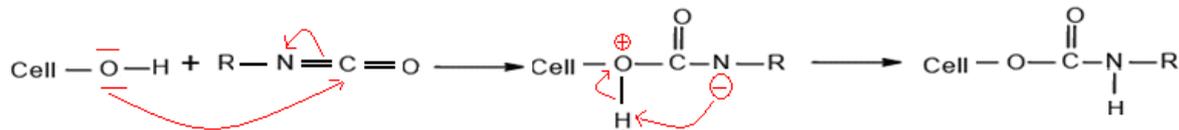


**Schéma 9:** Modification chimique des fibres cellulosiques par une triazine

- **Traitement aux isocyanates**

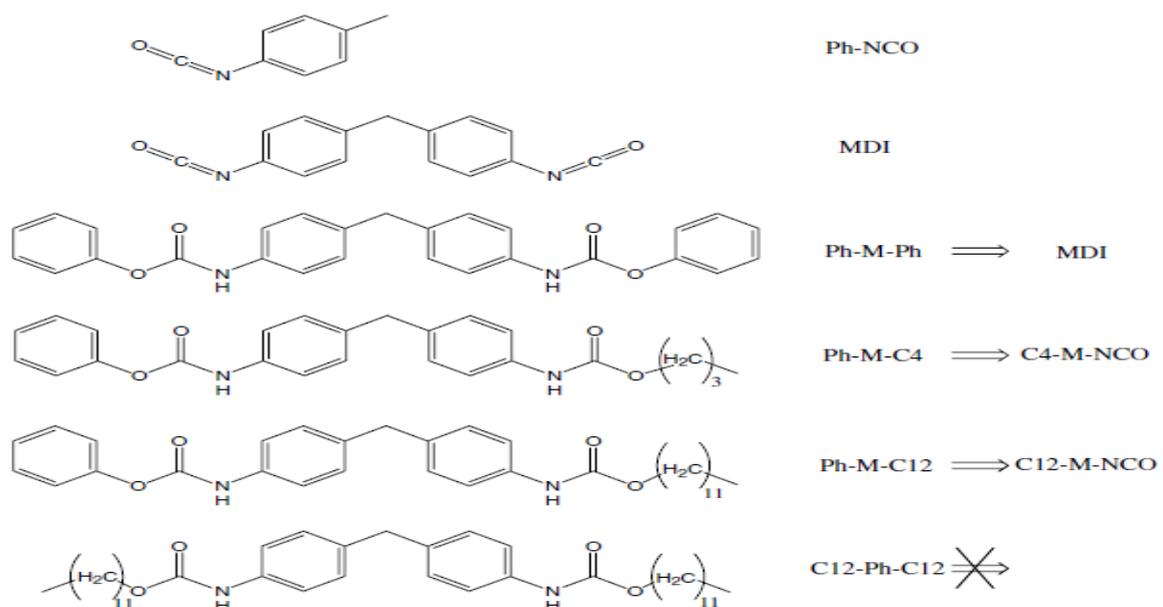
Il permet une amélioration plus au moins importante des propriétés physico-chimiques par modification des fibres cellulosiques ou de la matrice polymère. Le groupe isocyanate est chimiquement actif avec les composés contenant de l'hydrogène réactif tels que les groupes fonctionnels hydroxydes du bois et en particulier les groupes hydroxyles de la cellulose. Par

réaction entre ces derniers et les isocyanates, il peut y avoir formation d'un uréthane (schéma 10). Par la suite, une seconde réaction entre l'isocyanate et l'eau entraîne la formation d'une amine. Il est intéressant de noter que la lignine réagira beaucoup plus rapidement que l'holocellulose (meilleure accessibilité des sites) [59].



**Schéma 10 :** Mode d'action d'un isocyanate sur la cellulose.

**J. Gironès et al. (2008) [60]** se sont intéressés à l'étude des propriétés mécaniques des composites fibres de pin (30%) /matrice PP en utilisant différents agents de couplage des dérivés d'isocyanate (schéma 11). Les résultats ont prouvé que l'addition de tels agents a aisément amélioré les résistances à la flexion. Cependant, ils ont observé aucune variation significative des propriétés mécaniques pour les composites comportant différents composés d'isocyanate. Ces résultats étaient semblables à ceux obtenus en études précédentes concernant l'efficacité des agents d'accouplement d'organosilane. Par rapport aux isocyanates mono réactive, l'addition de MDI a augmenté considérablement les propriétés mécaniques des composites.

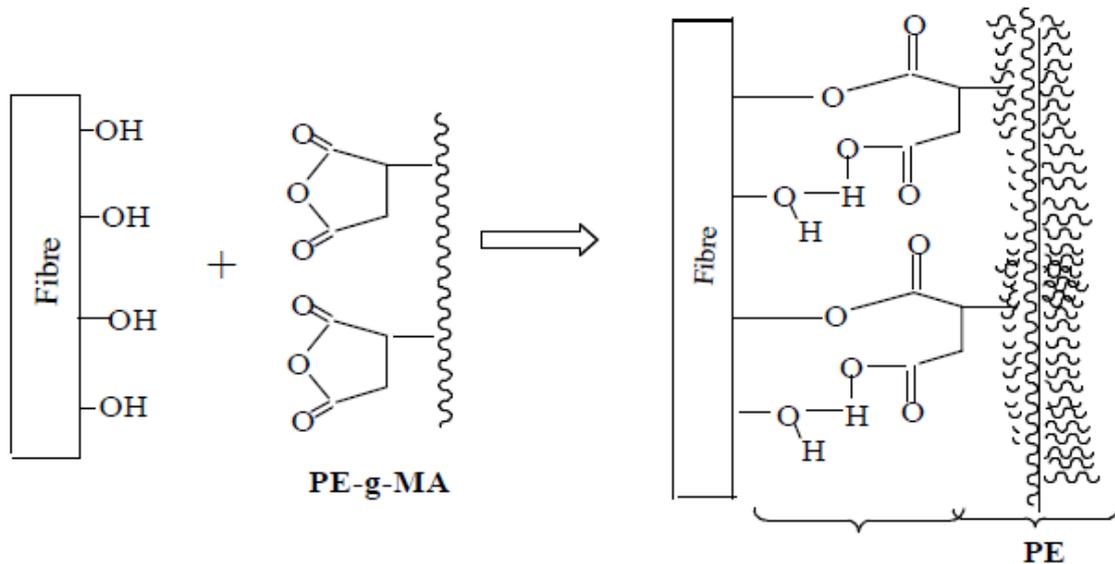


**Schéma 11:** Différents agents de couplage utilisés.

- **Traitement avec des polyoléfines maléates (Agent compatibilisant) :**

La méthode de maléation modifie une matrice polymère avec de l'anhydride maléique en présence d'un initiateur. Les applications du greffage de l'AM se font sur plusieurs polymères (PS, PE, et PP). Le polypropylène et le polyéthylène modifiés à l'anhydride maléique (PP-g-MA, PE-g-MA) sont certainement les copolymères greffés les plus largement utilisés dans les WPC. Un nombre important de travaux a été consacré à ce type de matériaux.

Il est à noter que les polymères maléatés sont habituellement enrobés sur les fibres cellulosiques avant leur mélange avec la matrice polymère ou tout simplement incorporés au mélange sous forme de poudre [30].



**Schéma 12 :** Mode d'action d'un agent compatibilisant PE-g-MA sur les fibres cellulosiques

**Sonia M.B. Nachtigall et al (2007)** [61] leur étude consiste à évaluer la possibilité d'utiliser le polypropylène fonctionnalisé par le vinyltriéthoxysilane comme agent de couplage en vue de préparer des composites PP/FB, et faire par la suite une étude comparative avec ceux obtenus par un agent de couplage usuel qui est le PP-g-MA. Les deux agents de couplage ont été élaborés en utilisant la même concentration de silane et l'anhydride maléique, en présence de peroxyde d'hydrogène (DCP). La détermination du degré de fonctionnalisation a indiqué que le silane montre une plus forte réactivité avec le polymère. Ils ont aussi observé que les deux agents de couplage améliorent les propriétés des composites. Cependant, les composites issus du PP modifié avec le silane donne de meilleures résistances à la traction, de faibles absorptions d'eau et une morphologie beaucoup plus homogène que les

composites préparés avec PP modifié par l'anhydride maléique. Les profils de dégradation thermique des deux composites étaient similaires, suivi d'une augmentation de la stabilité thermique de 50°C comparée aux composites non traités.

### b- Les agents de couplage inorganiques

Sont nettement moins importants que les agents de couplage organiques dans les composites bois/ polymère. On peut citer entre autre les silicates, ils permettent de créer une certaine compatibilité entre la fibre de bois et le polymère. Ils agissent plutôt comme agent dispersif qui contrebalancerait la polarité de la surface des fibres [30].

**Daniella R. Mulinari et al (2009) [62]** ont étudié les propriétés mécaniques et morphologiques des composite PEHD/ cellulose de bagasse de canne à sucre non traitée et traitée avec l'oxychlorure de zirconium et le taux de charge utilisée est de 10 %. La modification de la cellulose de bagasse de canne à sucre avec de l'oxychlorure de zirconium a été vérifiée par IRTF. Ils ont trouvés qu'elle améliore effectivement la résistance à la traction par rapport à la cellulose non-modifiée. La modification de la cellulose de bagasse de canne à sucre a réduit l'élongation des composites de 15% par rapport aux composites avec cellulose de bagasse de canne à sucre non modifiée. Pour le module de Young, une augmentation de 38% est enregistrée. Leurs résultats sont confirmés par une analyse morphologique où les composites modifiés chimiquement présentent une surface homogène ce qui explique une bonne adhésion interracial entre la fibre et la matrice.

- **Traitements par NaOH**

Le traitement alcalin conduit à l'augmentation du taux de la cellulose amorphe au détriment de la cellulose cristalline. Les modifications importantes qui se produisent ici est l'élimination de la liaison hydrogène dans la structure du réseau.



**Schéma 13 :** Traitement alcalin des fibres cellulosiques.

**J. T. Kim et al (2010) [63]** se sont intéressé à l'étude du traitement alcalin des fibres de sisal. La modification chimique a conduit à une amélioration de 19.5% et de 16.8% de la contrainte à la rupture et du module d'Young respectivement. Ce résultat est dû à l'augmentation de la teneur en cellulose de la fibre après traitement.

**A. I. S. Brígida et al (2010) [64]** ont étudié trois différents traitements chimiques NaOCl, NaOCl/NaOH et H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sur la fibre de noix de coco. Les fibres ont été caractérisées par des analyses morphologiques et chimiques. L'analyse morphologique des fibres montre que le traitement avec H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> est indiqué pour des applications où les fibres décolorées sont exigées et dans le cas où la présence des cires et des acides gras sur la surface de fibre sont indésirable. Le traitement avec NaOCl/NaOH était le plus efficace dans l'enlèvement d'hémicellulose.

### **c- Les agents de couplage organiques-inorganiques**

Sont des composés à structure hybride dont la fonctionnalité organique régit l'efficacité de couplage. Exemple les silanes et les titanates, ils agissent comme des agents dispersifs mais leurs couplages permet aussi d'améliorer la stabilité thermique ou dimensionnelle de certains composites [30].

- **Traitements par les silanes**

L'utilisation de silane dépend d'un certain nombre de facteurs, dont le temps l'hydrolyse, l'organofonctionnalité du silane, la température et le pH. Les silanes sont d'abord hydrolysés en silanols dans une solution aqueuse, puis les silanols formés réagissent par une réaction de condensation directe avec les groupements hydroxyles des fibres naturelles, par le biais d'une liaison covalente. Les autres groupements de silanols sont capables de former des ponts hydrogène ou de condensation avec un autre silanol voisin (Si-O-Si). Enfin, la partie hydrophobe du silane sur la surface de fibre pourrait chimiquement interagir par le biais de liaison de type van der Waals avec la matrice.

**M. Abdelmouleh et al (2004) [65]** ont travaillé sur la modification chimique de la surface des fibres cellulosiques avec les silanes organofonctionnels dans un milieu liquide (éthanol/eau), suivi par le traitement à chaud. Les fibres modifiées ont été caractérisées par la spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier (IRTF) et par la mesure de l'angle de contact. La présence des liaisons Si-O-Si sur la surface des fibres lignocellulosiques confirme que le silane adhère efficacement à la surface des fibres cellulosiques par la réaction de condensation entre les groupes hydroxyles de la cellulose et ceux des silanol. Les résultats de mesure de l'angle de contact ont montré que le caractère hydrophile des fibres cellulosiques a diminué après le traitement par le silane, car l'énergie de surface a diminué.

Trois ans plus tard les même auteurs **M. Abdelmouleh et al (2007) [66]** ont fait une étude comparative entre des différents types des silanes (c-méthacryloxypropyltriméthoxy (MP), c-mercaptopropyltriméthoxy (MRPS) et hexadécyltriméthoxy-silanes (HDS)) sur le traitement de surface de quatre fibres cellulosiques et deux matrices PP et caoutchouc naturel.

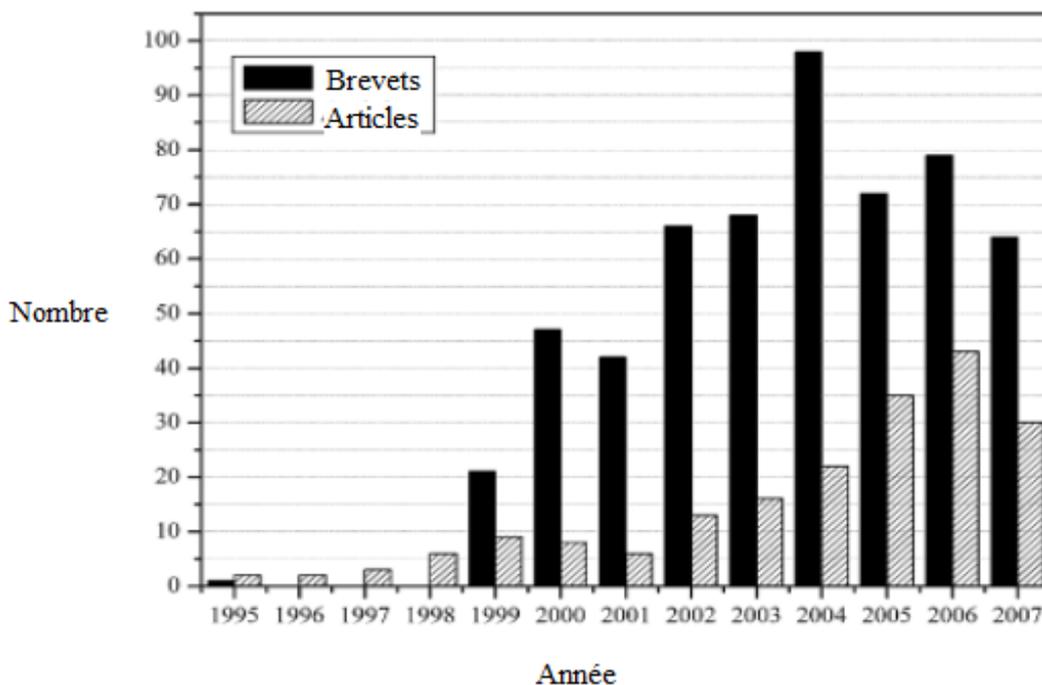
Les propriétés mécaniques des composites ont augmenté pour les deux matrices et fibres de cellulose traitées avec des MP et MRPS.

# Chapitre II

## Rappels Bibliographiques

## Chapitre II : Rappels bibliographiques

Les matériaux composites bois/polymères, ont acquis une large popularité au sein de la communauté scientifique durant ces dernières années. Les objectifs de recherche en matière de nouveaux matériaux sont : gain de performances, faible coût, et amélioration de la fiabilité. Toutefois, en raison de l'incompatibilité entre la matrice et le renfort, l'utilisation d'agents comptabilisant est devenue une nécessité impérative. C'est dans ce contexte que beaucoup de travaux de recherche ont été mené pour tenter de diminuer le caractère hydrophile des charges naturelles, par conséquent une diminution d'affinité vis-à-vis de l'eau et l'augmentation de la compatibilité avec les polymères hydrophobes. La figure 4 représente l'évolution du nombre d'articles et brevets publiés de 1995 à 2007 sur les matériaux composites lignocellulosiques.



**Figure 4 :** Articles et brevets publiés de 1995 à 2007 sur les matériaux composites lignocellulosiques [35].

**A. Ashori et al (2010) [67]** ont étudié l'effet de l'absorption d'eau des composites à fibres de papier journal, farine de bois et l'hybride papier journal- farine de bois à matrice PP recyclé. La modification chimique a été faite avec le PP-g-MA à 2 et 4%.

Les composites hybrides avec les quantités les plus élevées de farine de bois ont montré le plus bas pourcentage dans l'absorption d'eau et de gonflement par rapport aux autres types de composites. L'addition de PP-g-MA a montré un effet positif sur l'absorption d'eau et le gonflement et conduit à l'amélioration de l'adhérence entre le polymère et la fibre.

**A. R. Bertoti et al (2009) [68]** la modification chimique de la fibre de bagasse de canne à sucre a été réalisée par la réaction d'estérification en phase vapeur, un nouveau procédé d'acétylation et le traitement alcalin. Les résultats prouvent que la longueur et le diamètre de fibre sont réduits après les réactions. La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) a mis en évidence la réaction d'acétylation.

L'acétylation dans la phase vapeur diminue les propriétés hydrophiles des fibres et augmente la stabilité thermique. Ainsi, des fibres acétylées peuvent être employées comme renfort en polymères et jusqu'à 370 °C.

**Hyun-Joong Kim et al (2006) [69]** ont étudié l'effet de l'ajout des agents compatibilisants à savoir le PP-g-MA et le PE-g-MA sur les propriétés thermiques des composites à matrice PP et PEBD. L'étude a révélé que la stabilité thermique, la température de dégradation et le taux de cristallinité des composés traités ont légèrement augmenté avec l'augmentation du PP-g-MA et du PE-g-MA, comparé aux non traités. Par contre la rigidité des composites n'est pas affectée par la modification.

Les travaux de **A. K. Bledzki et al (2010) [70]** consistent à étudier le potentiel des sous-produits de grain tels que l'enveloppe de blé et de seigle comme renforts dans les thermoplastiques et les comparer à la fibre de bois tendre. La modification chimique de ces fibres a été réalisée avec l'anhydride maléique. Des composites à base de polypropylène, à 40 % de charge de fibre ont été préparés en utilisant un mélangeur à grande vitesse suivi de l'injection. Les caractéristiques thermiques, morphologiques, la densité et les propriétés mécaniques ont été étudiées. Les composites à base de l'enveloppe de blé ont montré une meilleure résistance aux chocs de Charpy que les composites en bois tendre. Alors que ceux à base d'enveloppe de seigle ont montré une meilleure élongation à la rupture que les composites en bois tendre.

La modification chimique de la fibre n'a pas d'influence sur la résistance au choc et l'allongement à la rupture par contre en ce qui concerne la résistance à la traction, on constate une grande amélioration pour les trois types de fibres.

**H. Wang et al (2008) [71]** ont étudié l'influence de la teneur en humidité et la taille des particules de bambou sur la stabilité dimensionnelle et les propriétés mécaniques (module d'Young, résistance à la traction) du composite PVC/bambou. Les résultats montrent que la densité du composite avec 50 % massique est de 943 Kg/m<sup>3</sup>, valeur supérieure à celle du

composite à 70 % dont la densité est de  $714 \text{ Kg/m}^3$ , due à la forte porosité des fibres lignocellulosiques. L'absorption d'eau augmente en fonction de la teneur en fibre du fait de la présence de porosité et des liaisons hydrogènes liés aux groupes hydroxyles présents dans les régions amorphes de la cellulose et hémicellulose de la fibre accessibles à l'eau, ainsi que les défauts à l'interface fibre/matrice.

L'absorption d'eau est l'un des paramètres principaux dans l'évaluation de qualité des composites de bois-plastique. **H. Wang et al (2010) [72]** ont étudié l'influence du traitement chimique des fibres lignocellulosiques sur l'absorption d'eau des composites préparés avec les particules de bambou et de polychlorure de vinyle. L'effet de la modification avec trois types d'agent de traitement chimique tels que : l'hydroxyde de sodium (agent d'alcalin), silicate de sodium (agent de silicate) et bisulfite de sodium (agent d'oxydant) sur la surface de particules a été examinée. L'effet de la concentration et pH des solutés a été étudié ainsi que leur influence sur l'absorption d'eau, la porosité et les propriétés thermiques. Les résultats ont prouvé que les valeurs du pH des solutés ont eu peu d'impact sur l'absorption d'eau des composites tandis que les types d'agents de traitement ont un grand effet. L'alcalisation a abaissé le taux des hémicelluloses dans les particules en bambou, réduisant ainsi l'absorption d'eau.

**S.L. Fávaro et al (2010) [73]** ont étudié les propriétés mécaniques des composites à base de deux matrices PE et PEox chargées avec les fibres lignocellulosiques (enveloppe de riz) traitées chimiquement avec l'anhydride acétique et l'hydroxyde de sodium.

Les aspects mécaniques, chimiques, et morphologiques des différentes composites (polymère/fibre) ont été étudiés. L'incorporation des fibres d'enveloppe de riz dans la matrice de PE a augmenté le module d'Young et de flexion du composite préparé avec 10% de la fibre acétylée et de la matrice non modifiée de polyéthylène. Ce composite a présenté une augmentation de 35% de résistance aux chocs d'Izod comparé à celle de la matrice pure. La modification du PE n'a pas amélioré les interactions avec les fibres modifiées et non modifiées.

**P. A. Sreekumar et al (2009) [74]** se sont intéressés à l'étude de la morphologie et aux propriétés mécaniques des composites à matrice polyester / fibre de sisal. La fibre de sisal a été traitée avec différents produits chimiques ; comme le silane, le permanganate, le benzoylchloride, l'hydroxyde de sodium et le traitement physique (le chauffage à  $100 \text{ }^\circ\text{C}$ ) pour améliorer l'adhésion interfaciale entre la fibre et la résine de polyester.

Les propriétés mécaniques telles que la résistance aux chocs, la résistance à la traction et à la flexion ont été examinées. Les composites traités avec NaOH ont montré une augmentation de 36% de la résistance à la traction et 53% dans le module d'Young tandis que les composites traités par permanganate ont montré une augmentation de 25% de la résistance à la flexion. Le taux d'absorption d'eau de ces composites à différentes températures sont faibles pour les composites traités comparés aux composites non traités.

**T. Yu et al. (2010) [75]** se sont intéressés à l'étude des propriétés mécaniques, thermiques et morphologiques des composites polyacide lactique /ramie. La fibre de ramie a été traitée par NaOH et deux types de silane (silane 3-aminopropyltriéthoxy et silane de  $\gamma$ -glycidoxypropyltriméthoxy).

La résistance aux chocs et à la flexion des composites ont enregistré une amélioration significative. La température de ramollissement de Vicat des composites avec la fibre traitée est considérablement plus haute que celle des composites avec la fibre non traitée.

Les résultats de l'analyse thermogravimétrique (ATG) prouvent que le traitement de fibre peut améliorer la température de dégradation des composites. D'ailleurs, la morphologie de la surface de rupture évaluée en utilisant la microscopie électronique à balayage (MEB) indique que le traitement a permis d'obtenir une meilleure adhésion interfaciale entre la fibre et la matrice. Le traitement alcalin offre de meilleurs résultats pour les propriétés mécaniques et thermiques par rapport au traitement avec les silanes.

**X. Y. Liu et al (2007) [76]** ont étudié l'effet de la modification chimique sur les propriétés des composites PP/fibre de jute. Le traitement chimique a été effectué par le traitement par la soude suivi d'un traitement en émulsion de l'AM et un autre traitement par les silanes ( $\text{NH}_2(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ ). L'analyse microscopie électronique à balayage a montré que la structure extérieure des fibres non traitées présente une surface lisse tandis que les fibres de jute traitées étaient rugueuses. Après le traitement alcalin, la cristallinité des fibres de jute a augmenté, ceci pourrait être attribué à l'élimination de l'hémicellulose, menant à un meilleur empilement des chaînes de cellulose. En plus, le traitement des fibres avec de la soude pourrait mener à une diminution de l'angle de spirale et à l'augmentation de l'orientation de molécule. L'analyse IRTF des fibres traitées par l'AM en émulsion confirme la réaction d'estérification entre l'AM et les fibres par l'apparition des bandes caractéristiques des esters. L'adhésion interfaciale a un effet considérable sur les propriétés mécaniques des différents composites élaborés. De ce fait, les traitements par les silanes, la soude et l'AM en

émulsion augmentent les résistances à la traction et à la flexion, signature de l'amélioration de l'adhésion interfaciale fibre-matrice. Cependant, la résistance aux chocs a légèrement diminué après chaque traitement. En d'autres termes, la résilience des fibres après les traitements chimiquement accrus mais leur dureté est réduite. La raison pour laquelle des propriétés mécaniques du PP-jute sont améliorées pour les différents types de traitement.

**G. Grubbström et al (2010) [77]** ont étudié les composites à matrice de polyéthylène basse densité (PEBD) recyclé et la fibre de bois. Les composites ont été produits dans un processus en une étape d'extrusion à double vis et la solution de silane-peroxyde a été pompée dans l'extrudeuse. Le degré de réticulation, les propriétés mécaniques, les surfaces rompues et la nature de la réticulation ont été étudiés pour comprendre le rapport entre la structure et les propriétés des composites. Les résultats ont prouvé que la force, et la dureté des composites réticulés ont été améliorées par rapport aux composites non réticulés. La résistance à la flexion a été doublée. La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) a indiqué la formation des ponts-silane entre le bois et le polyéthylène, ce qui explique l'amélioration de l'adhésion interfaciale entre le bois et le PEBD.

**S.M. Luz et al (2008) [78]** se sont intéressés à l'étude de la modification chimique de la cellulose et de la cellulose-lignine de la bagasse de canne à sucre, et l'étude de ces propriétés mécaniques et thermiques. La modification chimique de la cellulose et de la cellulose-lignine par l'acétylation a été confirmée par l'analyse IRTF, ils ont constaté l'apparition des groupements de l'acétyle et la diminution des bandes d'absorption des OH. Il est apparu clairement que la modification chimique a permis d'améliorer l'adhésion interfaciale et d'obtenir une bonne dispersion de la fibre dans la matrice. L'addition des fibres non traitées et traitées à la matrice a eu comme conséquence une diminution de la résistance à la traction.

Cependant, les propriétés de flexion (la force et le module de flexion) des composites étaient plus hautes que celles de PP. L'analyse thermogravimétrique a montré que les composites à base de la cellulose et la cellulose-lignine non traitée et traitée ont enregistré des stabilités thermiques intermédiaires entre celles de la matrice et de la fibre. Les résultats de DSC ont indiqué que les composites à fibres non traitées sont plus cristallins.

Afin d'améliorer l'adhésion entre une matrice de polyester (résine insaturée de polyester) et fibres de lin **S. Alix et al (2009) [79]** ont utilisé différents traitements tels que l'anhydride maléique, l'anhydride acétique, le silane (silicium) et le styrène. Ils ont étudié les

propriétés mécaniques et le test d'absorption d'eau. Le traitement chimique des fibres est confirmé par l'IRTF.

En termes de résistance à l'humidité, le traitement avec le styrène est le plus efficace. Le traitement d'acétylation a également permis une réduction de l'absorption d'eau. Pour les propriétés mécaniques des fibres de lin, le module et la résistance à la rupture sont réduits après des traitements chimiques avec l'anhydride maléique et l'anhydride acétique. Cependant, le traitement avec le silane n'a pas amélioré le caractère hydrophile de la fibre, Donc selon leurs résultats expérimentaux, deux traitements pourraient être accordés: le traitement avec le styrène et le silane pour améliorer les propriétés de traction.

**W. Zhang et al (2008) [80]** ont étudié la réaction d'acétylation de la surface des fibres cellulosiques. Des composites à matrice caoutchouc naturel ont été élaborés à différents taux de fibre (30 et 60). La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) et la mesure d'angle de contact ont confirmé la réalisation de la modification chimique sur la surface cellulosique. Les propriétés mécaniques des composites, à savoir résistance à la traction et module ont été augmentées avec la modification, mais l'élongation à la rupture et la dureté ont subi une diminution par rapport aux composites chargés avec les fibres cellulosiques non traitées. La modification chimique présente une surface homogène ce qui explique une bonne adhésion interfaciale entre la fibre et la matrice.

L'étude menée par **Zita Dominkovics et al (2007) [81]** a été basée sur la modification de surface de la farine de bois et l'effet qu'elle peut y avoir sur le comportement des composites PP/FB. A cet effet, la farine de bois a été modifiée par benzylation. Cette modification a été mise en évidence par la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) et la diffraction des rayons X (DRX). Par le biais de ces différentes analyses, ils ont constaté qu'après modification toutes les propriétés mécaniques mesurées des composites ont légèrement diminué avec l'augmentation du degré de modification. Ils ont rapporté également que cette modification chimique améliore l'aspect extérieur des composites et diminue considérablement l'absorption d'eau de ces derniers.

**M.U. de la Orden et al (2007) [82]** se sont intéressés à l'étude des composites de polypropylène renforcés par les fibres de cellulose en utilisant le polyéthylèneimine (PEI) comme agent de couplage (schéma 14). Les propriétés de traction des composites montrent que l'utilisation de PEI comme agent de couplage conduit à des augmentations significatives

de la résistance à la traction et de l'élongation à la rupture. Le MEB montre l'amélioration de la surface de rupture des composites avec l'agent PEI.

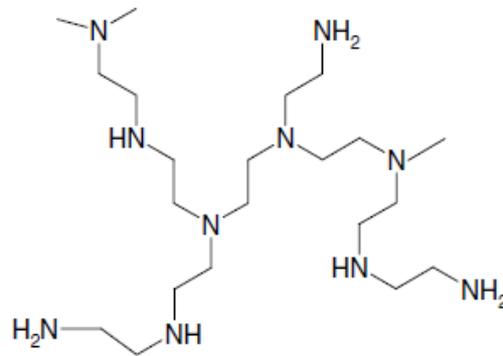


Schéma 14 : Structure de polyéthylènimine

**Herrera-Franco et al (2004) [83]** ont étudié des composites à base de polyéthylène haute densité (PEHD) renforcés par des fibres de chanvre. Pour ce faire, la modification de surface des fibres a été étudiée en utilisant le traitement alcalin et une préimpregnation de matrice en utilisant un silane organofonctionnel comme agent de couplage. L'interaction interfacial PEHD-chanvre a été améliorée en employant des concentrations en silane les plus élevées. Par contre, les propriétés mécaniques des composites et spécifiquement la résistance à la traction et au fluage ne se sont pas améliorées de manière significative pour les concentrations élevées en silane. Cependant, des augmentations de 3%, 43%, et 339 % sont enregistrées pour la résistance à la traction, au fluage longitudinal et du module de Young respectivement par rapport à la matrice de PEHD.

**A. Karmarkar et al (2007) [84]** ont démontré que l'ajout d'un agent compatibilisant avec un groupement fonctionnel d'isocyanate, dans les composites PP/farine de bois a eu comme conséquence l'amélioration des propriétés mécaniques, avec une augmentation de 45% de la résistance à la traction, de 85% de la résistance à la flexion et de 200% du module de Young. Cependant l'effet du taux de fibre a induit une diminution de l'allongement à la rupture et de la résistance aux chocs. L'analyse IRTF a mis en évidence les groupements NCO de l'agent liant en covalence avec des groupes hydroxyles de la fibre.

**J. Gironès et al (2007) [59]** se sont intéressés à l'étude des propriétés mécaniques des composites à matrice polystyrène (PS) chargée avec la fibre de pin. La modification chimique a été faite par un agent de couplage qui est le 4,4'-Méthylènebis (phenyl isocyanate) (MDI). La réaction de la cellulose microcristalline avec de tels dérivés a été évaluée par FTIR et

analyse élémentaire. L'addition de MDI aux composites a donné des améliorations des propriétés mécaniques.

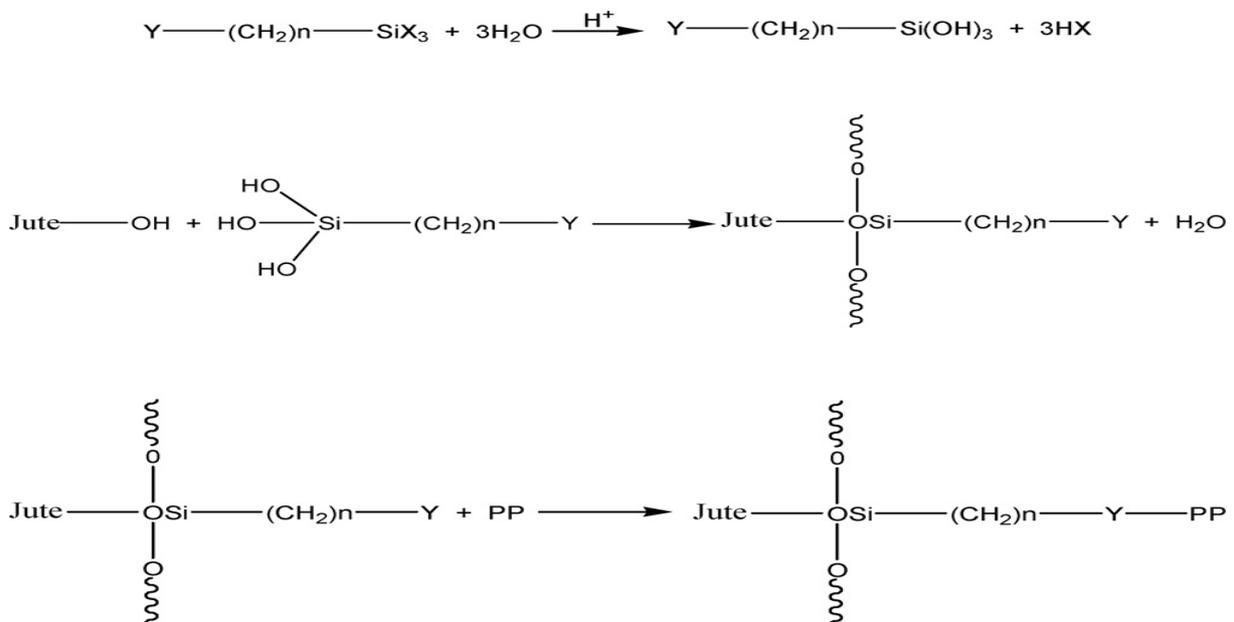
**B. Ly et al (2008) [85]** ont étudié la modification chimique des fibres de cellulose des pulpes de bois tendre et de papier d'emballage avec différents agents de couplage, à savoir : le dianhydride pyromellitique (PMDA), le dianhydride de benzophenone-tetracarboxylic (BPDA), le diisocyanate du phénylène 1.4 (PPDI), diisocyanate méthylène-BRI-diphénylique (MDI), et c-mercaptopropyltriéthoxysilane (MRPS), et c methacrylopropyltriéthoxysilane (MP).

Le greffage a été confirmé par les analyses suivantes : IRTF, DRX, MEB et la mesure de l'angle de contact. Les fibres modifiées ont été alors incorporées à la matrice de caoutchouc naturel. Les agents de couplage PMDA et BPDA ont donnés de meilleures propriétés mécaniques.

**N. Sgricci a et al (2008) [86]** se sont intéressés à l'étude des propriétés mécaniques et l'absorption d'eau des composites à matrice polymère/ fibres telles que le kénaf, chanvre et fibre de verre. Les modifications de surface avec la soude, les silanes et les deux traitements en même temps des fibres ont été réalisées. Les résultats obtenus indiquent que l'alcalinisation élimine l'hémicellulose et la lignine des surfaces des fibres naturelles. Des expériences d'absorption d'eau ont été également entreprises pour déterminer l'absorption maximale (saturation). Les composites à fibres traitées par l'alcalinisation montre un taux d'absorption plus élevé que les composites traités avec le silane. Cependant les fibres naturelles par leur caractère hydrophile ont induit une forte absorption d'eau par rapport aux composites à fibres de verre. Pour les propriétés mécaniques le kénaf donne les meilleurs résultats que le chanvre.

Le manque de bonne adhérence entre la fibre cellulosique et la matrice thermoplastique a poussé les chercheurs à résoudre ce problème. **L. Ghali et al (2009) [87]** se sont intéressés au traitement chimique des fibres de luffa par alcalinisation et par un mélange d'hydroxyde de sodium et peroxyde d'hydrogène. L'effet de ces traitements sur la structure des fibres a été montré en utilisant l'analyse par le MEB et de DRX. Les résultats de MEB ont indiqué que les deux traitements ont eu comme conséquence un déplacement des substances de lignine, de pectine et d'hémicellulose, et changent les caractéristiques de la topographie extérieure. L'analyse par la DRX montre l'augmentation du taux de cristallinité des fibres traitées par les deux procédés et ils ont constaté que l'alcalinisation avec NaOH à 4% à 120°C pendant 3 h donne un meilleur taux de cristallinité des fibres.

**C. K. Hong et al (2008) [88]** ont travaillé sur l'effet du traitement chimique des fibres de jute sur les propriétés des composites PP/fibre de jute. Dans cette étude, la surface de la fibre de jute a été modifiée au moyen d'un organosilane afin d'accroître l'adhésion interfaciale entre les fibres de jute et la matrice de polypropylène. La performance de ce traitement a été confirmée par l'analyse infrarouge à transformée de fourrier. Les spectres IRTF présentent des bandes d'absorption caractéristiques aux bandes de liaison Si-O, Si-O-Si et Si-O-C ceci pourrait être expliqué par le fait que les groupements méthoxyles dans le silane sont hydrolysés en groupements silanols qui réagissent avec les hydroxyles de la fibre de jute. L'analyse microscopie électronique à balayage (MEB) a également confirmé l'amélioration de l'adhésion interfaciale PP/fibres traitées qui se traduit par une légère augmentation du module d'Young.



**Schéma 15:** Réaction entre l'agent de couplage, jute et le PP.

L'objectif de l'étude de **V. Tserki et al (2005) [38]** était d'évaluer l'effet du traitement chimique de trois matériaux lignocellulosiques (farine de bois, farine de grignon d'olive, farine de déchet de papier) en vue de préparer des composites biodégradables. Le traitement chimique a été effectué au moyen de deux agents de couplage : l'anhydride acétique et l'anhydride propionique, en se basant sur une réaction d'estérification. La composition des farines a été déterminée. Selon leurs résultats, la farine de bois et la farine de grignon d'olive sont des fibres lignocellulosiques, alors que la farine de déchet de papier est

fondamentalement composée de cellulose. La modification chimique des farines par l'acétylation et la propionylation a été effectuée. La réaction d'estérification a été confirmée par l'analyse IRTF. Le taux de la réaction d'estérification a été évalué par dosage chimique. Ce dernier a confirmé que le taux des groupements esters augmente avec l'augmentation du temps de réaction et que ce taux est plus important dans le cas d'acétylation que dans la propionylation en raison de la plus grande réactivité des groupes d'acétyle par rapport aux propioniques. L'estérification a comme conséquence la diminution du caractère hydrophile des matériaux qui donne lieu à la réduction du taux d'humidité.

Concernant la stabilité thermique a légèrement diminué, ceci est dû à la dégradation thermique des groupes d'acétyle et de propionyl. L'effet du traitement chimique sur la cristallinité a été analysé par la DRX et les deux traitements ont conduit à la réduction du taux de cristallinité.

Après une année les mêmes chercheurs **V. Tserki et al (2006) [89]** ont étudié l'effet de ces fibres traitées sur les propriétés mécaniques, morphologique et l'absorbions d'eau des composites à matrice polyester. L'adhérence de farine/matrice a été favorisée au moyen de traitement de la farine par acétylation, propionylation et l'addition d'un agent de couplage (anhydride maléique). L'agent de couplage a été synthétisé dans un mélangeur intensif par un anhydride maléique en présence du peroxyde de dicumyl comme initiateur. La présence de l'agent de couplage a amélioré les propriétés mécaniques particulièrement leur résistance à la traction, alors que le traitement de farine avec de l'anhydride acétique et propionique a réduit de manière significative l'absorption d'eau.

**H. Demir et al (2006) [90]** ont réalisé une étude sur l'effet de la modification chimique des fibres de luffa sur les propriétés des composites PP/FL. En vue d'améliorer les interactions interfaciales entre les FL et le PP. Trois différents types d'agents de couplages ont été utilisés ((3-aminopropyl)-triéthoxysilane, 3-(triméthoxysilyl)-1-propanéthiol et le PP-g-MA. Les propriétés de traction des composites ont été déterminées en fonction du taux de charge de la fibre. Le traitement chimique influe d'une manière significative sur les propriétés des composites en augmentant la résistance à la traction et le module d'Young. Le traitement chimique a été accompagné d'une diminution de l'absorption d'eau, ce qui confirme l'amélioration des interfaces FL-PP.

**F. Vilaseca et al (2010) [91]** se sont intéressés à l'étude des propriétés mécaniques des composites PP / fibres de bananier (20, 30 et 40 %) en utilisant un agent de couplage PP-g-MA (2, 4 et 8%). Ils ont constaté que les propriétés mécaniques des composites à fibres traitées sont meilleures que celles des composites à fibres non traitées.

**H. S. Kim et al (2007) [92]** ont réalisé une étude de modification chimique de la farine de bois en utilisant cinq types d'agent de couplage PP-g-MA tel que G-3003, E-43, Polybond 3150, Polybond 3200 et Bondyram 1004. Ces fibres traitées serviront à la préparation des composites à matrice polypropylène. La résistance à la flexion des composites traités a sensiblement augmenté comparée à celle des composites non traités et la meilleure résistance à la flexion a été obtenue pour les composites traités par G-3003.

**Alireza Shakri et al (2009) [93]** ont étudié l'effet de l'absorption d'eau des composites à fibre papier journal, verre et l'hybride verre- papier journal à matrice PP. La modification chimique a été faite avec le PP-g-MA à 4%. Les résultats obtenus montrent que le PP-g-MA diminue l'absorption d'eau.

**M.S. Islam et al (2010) [94]** ont étudié l'effet du traitement alcalin sur les fibres courtes et longues de chanvre à matrice PLA. Ils ont trouvé que le traitement améliore les propriétés mécaniques des composites. Les meilleures propriétés globales ont été réalisées avec 30 % de fibres longues, la résistance à la traction est de 82.9 MPa, le module de Young de 10.9 GPa, la résistance à la flexion de 142.5 MPa, le module de flexion de 6.5 GPa et la résistance aux chocs de 9 kJ/m<sup>2</sup>. Les caractéristiques thermiques et le degré de cristallinité ont prouvé que les composites avec la fibre traitée sont meilleurs que les composites à fibre non traitée.

**H. Djidjelli et al (2007) [95]** ont étudié les propriétés thermiques, diélectriques et mécaniques des composites PVC/FGO. Après avoir effectué la caractérisation des différentes formulations ils ont tiré les conclusions suivantes :

- l'incorporation de la FGONT conduit à une diminution dans l'allongement et la résistance à la traction, ce qui est due à la mauvaise dispersion des fibres dans la matrice PVC et aux faibles interactions entre PVC-FGO, à l'inverse de la FGOT par benzoylation, les résultats ont montré l'amélioration des propriétés mécaniques.

- la caractérisation thermique des différents échantillons effectués par analyse thermogravimétrique a indiqué une augmentation des températures de début de décomposition pour les composites traitées.
- Les composites traités enregistrent moins de pertes diélectriques et peuvent être utilisés dans l'isolation électrique.

**Chapitre III**

**Matériaux Utilisés et**

**Techniques Expérimentales**

## Chapitre III : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

Dans ce chapitre nous présentons les caractéristiques de la matrice utilisée (PVC) ainsi que celles des additifs ajoutés pour l'élaboration des différentes formulations. L'étape de désencrage et de la modification chimique de la fibre, la description de la mise en œuvre des différentes formulations et les conditions opératoires seront également présentés.

### III.1. Matériaux utilisés

#### III.1.1. Polychlorure de vinyle (PVC) et additifs

##### III.1.1.1. Polychlorure de vinyle (PVC)

La matrice utilisée est le PVC SE-1200, dont les caractéristiques sont résumées dans le tableau suivant :

**Tableau 4 :** Propriétés physico-chimiques de la résine polychlorure de vinyle (PVC).

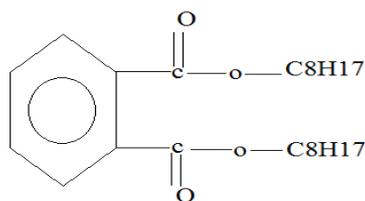
Caractéristiques	Méthodes de mesure	Spécification	Unité
Aspect	-	Poudre blanche	-
Viscosité	ASTM D 1243	0,99-1,03	
Tailles des particules <42µm.	ASTM D 1921	2,0 Max	EPA 107
K- wert	DIN 53726	70,2-72,0	-
Densité	ASTM D1895	0,482-0,561	-
volatilité	CIRES 03,05	0,3 Max	%

##### III.1.1.2. Additifs

Les additifs ajoutés lors de la préparation des formulations sont :

###### ➤ Plastifiant

Le plastifiant ajouté au PVC est le dioctyl phtalate ou le di-2-ethylhexylphtalate (DOP) dont la structure chimique est la suivante :



**Schéma 16:** Structure chimique du plastifiant DOP.

Les spécifications physico-chimiques du (DOP) sont illustrées dans le tableau suivant :

**Tableau 5 :** Propriétés physico-chimiques du plastifiant (DOP).

Caractéristiques	Unités	valeurs	Norme-méthodes
Aspect	-	Huileux limpide	-
Densité	-	0,982-0,986	ASTM D 1298-90
Acidité	mgKOH/g	<0,1	ASTM D 1045-86
Couleur	APHA	Max 40	ASTM D 1045-86
Viscosité à 20°C	Cst	75-85	ASTM 445-88
Viscosité à 25°C	Cst	57-61	ASTM D 445-88
Teneur en ester	%	99-99,8	Chromatographie
Point d'éclair	°C	>190	ASTM D 93-90
Teneur en eau	ppm	≤1000	ASTM D-1045
Indice de réfraction	-	1,485-1,487	ASTM D-1045

➤ **Le stabilisant thermique à base de Ca/Zn**

Les principales caractéristiques physiques de ce stabilisant sont représentées dans le tableau suivant

**Tableau 6** : Caractéristiques physiques du stabilisant thermique Ca/Zn.

Caractéristiques physiques	Valeur
Densité	0,37
Apparence	Poudre blanche
Teneur en Zn	2,25%

➤ **Lubrifiant**

Le lubrifiant utilisé est l'acide stéarique (lubrifiant interne  $C_{17}H_{35}COOH$ ) dont les caractéristiques sont représentées dans le tableau suivant :

**Tableau 7** : Caractéristiques physiques de lubrifiant.

Caractéristiques	Spécifications	Unités
Nom commercial	EDENOR STB	-
Indice de saponification	54,00-55,00	mg KOH/g
Point d'inflammabilité	>100,00	$^{\circ}C$
Indice d'acide	207,00-201,00	-
Indice d'iode	< 01,00	-

### III.1.2. Agent de désencrage

Les produits chimiques utilisés pour le désencrage du papier journal sont les suivant :

➤ **La soude caustique (NaOH)**

La soude utilisée a été produite par la société « **BIOCHEM CHEMOPHARMA**», ses principales caractéristiques sont représentées dans le tableau 8 :

**Tableau 8** : Caractéristiques de la soude

Formule chimique	NaOH
Masse moléculaire	40 g/mol
Taux de pureté	98%

➤ **L'eau oxygénée  $H_2O_2$**

L'eau oxygénée utilisée a été produite par la société « **BIOCHEM CHEMOPHARMA** », ses principales caractéristiques sont représentées dans le tableau 9 :

**Tableau 9** : Caractéristiques de l'eau oxygénée

<b>Formule chimique</b>	$H_2O_2$
<b>Masse moléculaire</b>	34.02 g/mol
<b>Taux de pureté</b>	30%

➤ **Détergent**

**III.1.3. Agent modifiant**

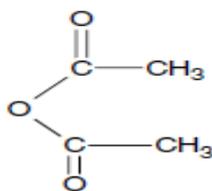
Les produits chimiques utilisés pour la modification chimique de la fibre sont les suivants :

➤ **Anhydride acétique**

L'anhydride acétique utilisé a été produite par la société «**PROLABO**», ses principales caractéristiques sont représentées dans le tableau 10 :

**Tableau 10** : Caractéristiques de l'anhydride acétique.

<b>Formule chimique</b>	$C_4H_6O_3$
<b>Masse moléculaire</b>	102.09 g/mol
<b>Taux de pureté</b>	98 %
<b>Densité</b>	1.08



**Schéma 17** : Structure chimique de l'anhydride acétique.

➤ **Acide acétique**

L'acide acétique utilisé a été produite par la société «**BIOCHEM CHEMOPHARMA** », ses principales caractéristiques sont représentées dans le tableau 11:

**Tableau 11** : Caractéristiques de l'acide acétique

<b>Formule chimique</b>	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub>
<b>Masse moléculaire</b>	60.04 g/mol
<b>Taux de pureté</b>	99-100 %

➤ **Acide sulfurique**

L'acide sulfurique utilisé a été produit par la société «**BIOCHEM CHEMOPHARMA** », ses principales caractéristiques sont représentées dans le tableau 12:

**Tableau 12** : Caractéristiques de l'acide sulfurique.

<b>Formule chimique</b>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
<b>Masse moléculaire</b>	98.07 g/mol
<b>Taux de pureté</b>	96-98 %

### III.1.4. Agent de dosage

➤ **Acide chlore hydrique**

L'acide chlorhydrique utilisé a été produit par la société «**CHEMINOVA** », ses principales caractéristiques sont représentées dans le tableau 13:

**Tableau 13**: Caractéristiques de l'acide chlorhydrique.

<b>Formule chimique</b>	HCl
<b>Masse moléculaire</b>	36.47 g/mol
<b>Taux de pureté</b>	37.5 %
<b>Densité</b>	1.19

➤ **Ethanol**

L'éthanol utilisé a été produit par la société «**BIOCHEM CHEMOPHARMA** », ses principales caractéristiques sont représentées dans le tableau 14:

**Tableau 14** : Caractéristiques de l'éthanol.

<b>Formule chimique</b>	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> O
<b>Masse moléculaire</b>	46.07 g/mol
<b>Taux de pureté</b>	99.5 %

### III.1.5. Charge naturelle

Dans notre étude, les charges utilisées sont le papier journal brute, le papier journal désancré, le papier journal traité et la cellulose industrielle.

**Figure 5** : Fibre de PJB (a) et PJD (b).

## III.2. Techniques expérimentales

### III.2.1. Désencrage du papier journal

On coupe 10 grammes de papier journal en petit morceau environ 5 mm<sup>2</sup> puis on le trompe dans l'eau distillée pendant 24 heures, après on le filtre et on le met dans une solution aqueuse (cette solution se compose de 2% NaOH et 1% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) à une température de 45 °C, pendant 3 heures avec agitation magnétique. En fin on lave la pulpe avec l'eau distillée jusqu'à avoir un pH de l'eau de lavage égale à 7, on le filtre et on laisse séché à température ambiante. Le montage de désencrage du papier journal est illustré sur la figure 6:



**Figure 6 :** Photo du montage de désencrage du papier journal.

### III. 2.2. Modification chimique du papier journal par l'anhydride acétique

On introduit 10 g de la fibre de papier journal désancré dans un ballon, puis on lui ajoute 250 ml d'acide acétique, on met le ballon dans un bain d'eau à 35°C avec agitation magnétique, après 45 min on ajoute 24 ml d'acide acétique et 0.1 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, après 1 heure on le laisse refroidir à température ambiante.

Après refroidissement on ajoute 27.33 ml d'anhydride acétique et 0.3 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pendant 15 min, puis à 50 °C pendant 3 heures. En fin on le laisse refroidir puis on effectue un lavage avec l'eau distillée et on laisse sécher à température ambiante.

Le montage de l'acétylation du papier journal est illustré sur la figure 7:



**Figure 7:** Photo du montage de la modification chimique du papier journal .

### III.2.3. Préparation des composites PVC/fibre cellulosique

#### III.2.3.1. Formulations

Des formulations à base de PVC/ PJB, PJD, PJDT, et CI **80/20 %** ont été élaborées par deux types de procédés de transformation à savoir le calandrage et le moulage par compression. Les procédés de préparation des plaques ont été effectués au sein de l'entreprise privée des câbles électriques « CABEL » à Alger. Les proportions de la résine PVC, ses additifs et la composition des différentes formulations sont rapportées dans les tableaux suivants

**Tableau 15:** La composition du PVC et ses aditifs.

Produit	Résine de PVC	DOP	CaZn	Acide stéarique
Quantité (g)	100	30	4	0,5

**Tableau 16 :** La composition des différentes formulations.

Formulations Produits	F <sub>0</sub>	F <sub>1</sub>	F <sub>2</sub>	F <sub>3</sub>	F <sub>4</sub>
PVC (%)	100	80	80	80	80
PJB (%)	0	20	0	0	0
PJD (%)	0	0	20	0	0
PJDT (%)	0	0	0	20	0
CI (%)	0	0	0	0	20

#### III.2.3.2. Mélangeur à cylindre (DRY BLEND)

La résine du PVC, le lubrifiant et le stabilisant Ca/Zn sont bien mélangés à l'aide d'une spatule. On introduit le mélange dans la chambre d'un turbo mélangeur de type T6HK8. Avec une vitesse de 20 tr/mn et la température de mélangeage augmente par friction et lorsqu'elle atteint 70°C, on verse le plastifiant. On continue de mélanger jusqu'à ce qu'on atteigne la température de 100°C. Pour éviter le pré gélification, on refroidit le mélange

jusqu'à 40°C, puis on effectue la décharge. Le mélange à sec est appelé aussi le compound (Prémix), cette opération dure 15 mn.



**Figure 8 :** Photo du Turbo mélangeur.

### **III.2.3.3. Calandrage**

Le calandrage est une méthode de mise en œuvre des plastiques. Il permet le passage de la matière thermoplastique entre deux ou plusieurs cylindres en fonte chauds parallèles. La calandre est de marque LE SCUYER de type A80. La température le long du mélange à deux cylindres est maintenue à 140°C. En premier lieu, on a incorporé le compound qu'on a laissé se mélanger jusqu'à ramollissement, par la suite, on a ajouté la charge à des fractions de 20 % pour chaque types de fibre en prélevant sur la matière en rotation des morceaux et en les réintroduisant dans le vide entre les deux cylindres.



**Figure 9 :** Photos de la calandre utilisée.

#### III.2.3.4. Moulage par compression

Le mélange obtenu par calandrage est introduit dans les plateaux de la presse de table de model TONTIJNE de type TP400 de marque FONTUME HOLLAND à une température de  $170^{\circ}\text{C}$ , sous une pression de 300 KN et pendant un temps de séjour de 5mn. Un préchauffage est réalisé jusqu'à une fusion préliminaire du mélange, afin d'éviter la présence des bulles d'aire, un dégazage est effectué avant l'application de la pression finale. Des plaques de dimensions de  $250 \times 250 \times 2 \text{ mm}^3$  sont obtenues et refroidies à température ambiante, qui serviront pour le découpage d'échantillons sous forme d'haltères et de carrés pour servir dans les différents tests de caractérisation.



**Figure 10 :** Photo de la presse à table utilisée.



**Figure 11** : La plaque obtenue après la compression.

### III.3. Techniques de caractérisation

Dans cette partie on s'intéressera à la description des différentes méthodes d'analyse et de caractérisation des échantillons à savoir:

- ❖ L'analyse spectrale par Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF).
- ❖ Test de mouillabilité.
- ❖ Dosage chimique.
- ❖ Diffraction des rayons X.
- ❖ Propriétés physiques: densité et absorption d'eau.
- ❖ Propriétés mécaniques : Test de traction et dureté shore D.
- ❖ Propriétés thermiques : Analyse thermogravimétrique (ATG et DTG).
- ❖ Propriétés diélectriques :
- ❖ Propriétés morphologiques: Microscopie électronique à balayage (MEB).

#### III.3.1. Analyse spectrale par IRTF

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) est l'une des techniques la plus utilisée dans l'analyse qualitative et quantitative des matières organiques. Elle consiste à soumettre la molécule au rayonnement IR. Celle-ci absorbe ces radiations en modifiant leur énergie de vibration et suivant le type de fonction chimique que possède la molécule à étudier. Les différents spectres ont été enregistrés à l'aide d'un spectrophotomètre infra rouge à transformée de Fourier de modèle SHIMADZU FTIR-8400 piloté par un ordinateur muni d'un logiciel de traitement avec une résolution de  $4 \text{ cm}^{-1}$ . Des pastilles de mélange KBr-Fibre de PJD, PJB, PJDT et la poudre de l'encre de proportions de 38 et 1,3 mg respectivement, ont

été analysées dans le but de vérifier le déroulement des réactions de désencrage et de la modification chimique du papier journal désencré.

### III.3.2. Test de mouillabilité

Ce test visuel basé sur l'observation, a pour but de mettre en évidence le caractère hydrophile ou hydrophobe de la fibre du papier journal après le traitement. Le principe consiste à introduire un échantillon de la fibre traitée et non traitée dans deux béchers remplis de l'eau distillée. Si la fibre précipite dans l'eau distillée cela signifie que son caractère est hydrophile, mais si la fibre flotte sur l'eau alors son caractère hydrophile a diminué ce qui signifie qu'elle est hydrophobe

### III.3.3. Titrage chimique

Le dosage chimique consiste à faire réagir la substance à doser, préalablement dissoute avec un réactif convenablement choisi de concentration connue.

La détermination qualitative du taux d'acétylation du papier journal est décrite par **G. Rodrigues Filho et al 2008 [96]**.

Le mode opératoire consiste à peser 0,1g de l'acétate de cellulose, le mettre dans un bicher puis on lui ajout 5 ml de NaOH 0,25 mol L<sup>-1</sup> et 5 ml d'éthanol, puis on le laisse pendant 24 heures. Après on ajoute au système 10 ml de HCl 0,25 mol L<sup>-1</sup> et on le laisse 30 minutes.

La solution est titrée par une solution d'hydroxyde de sodium 0,25 mol L<sup>-1</sup>, en utilisant la phénolphthaléine comme indicateur, la procédure est répétée trois fois.

Le taux du groupe acétyle, AG (%) est évaluée selon la formule suivante :

$$AG(\%) = \frac{[(V_{bi} + V_{bt})\mu_b - V_a \cdot \mu_a]43}{mca} \times 100$$

Avec

AG : pourcentage du groupement d'acétyle.

V<sub>bi</sub> : volume de NaOH ajouté au système.

V<sub>bt</sub> : volume de NaOH ajouté en titrage.

μ<sub>b</sub> : concentration de NaOH.

V<sub>a</sub> : volume de HCl ajouté au système.

$\mu_a$  : concentration de HCl.

43 : la masse molaire du groupe acétyle.

mca : masse de l'acétates de cellulose utilisée.

### III.3.4. La diffraction des rayons X (DRX)

Les mesures de diffraction des rayons X ont été effectuées à l'Université de Bejaia, en utilisant la raie Cu-K de longueur d'onde  $\lambda = 1,54059 \text{ \AA}$ . La source de rayon X est un tube céramique muni d'une anode de cuivre et alimentée par un courant de 45 kV et une intensité de 30 mA. Chaque balayage a été effectué avec un temps de mesure de 6.05 secondes/pas. La plage d'angle balayée est comprise entre  $1^\circ$  et  $70^\circ$ . La distance entre les feuillet est calculée à partir de la loi de Bragg :

$$n \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta$$

Avec : d représente la distance interréticulaire des plans {h k l}.

$\theta$ : est l'angle d'incidence du faisceau sur ces plans.

$\lambda$  : est la longueur d'onde des rayons X utilisés.

n : est un nombre entier positif, appelé ordre de la diffraction

- **Taux de cristallinité**

Le taux de cristallinité a été calculé selon la méthode empirique de Segal comme suit [38] :

$$T_c (\%) = (I_{002} - I_{am}) / I_{002} * 100$$

Où :

$I_{002}$  est l'intensité maximum de la réflexion du plan 002 de la forme cristallographique de cellulose (I) à  $2\theta = 22^\circ$  et  $I_{am}$  est l'intensité de la diffraction du matériel amorphe à  $2\theta = 18^\circ$ .

### III.3.5. Propriétés physiques

#### III.3.5.1. Détermination de la densité

La densité est déterminée en utilisant un densimètre modèle **DSM**.



**Figure 12:** Photos du densimètre.

#### III.3.5.2. Test d'absorption d'eau

Le test d'absorption d'eau consiste à évaluer la quantité d'eau que l'échantillon peut absorber selon la norme NF 51-022, pour cela on a procédé comme suit:

- Sécher des éprouvettes carrées de 20 mm de coté, dans une étuve pendant 24h à 50°C.
- Laisser refroidir dans un dessiccateur puis faire la pesée ( $m_0$ ) sur une balance analytique de précision de 0,0001g.
- Immerger les carrés dans un bécher d'eau distillée à une température de 23°C avec une agitation.
- Faire un prélèvement toutes les 24h, en enlevant toute l'eau superficielle avec du papier absorbant.
- Peser à nouveau les carrés ( $m$ ), l'opération continue jusqu'à l'obtention d'une masse constante.

La variation de masse est donnée par la formule suivante :

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



**Figure 13** : Photo du test d'absorption d'eau.

### III.3.6. Propriétés mécaniques

Pour caractériser les propriétés mécaniques des composites, les tests de traction et de dureté shore D ont été effectués.

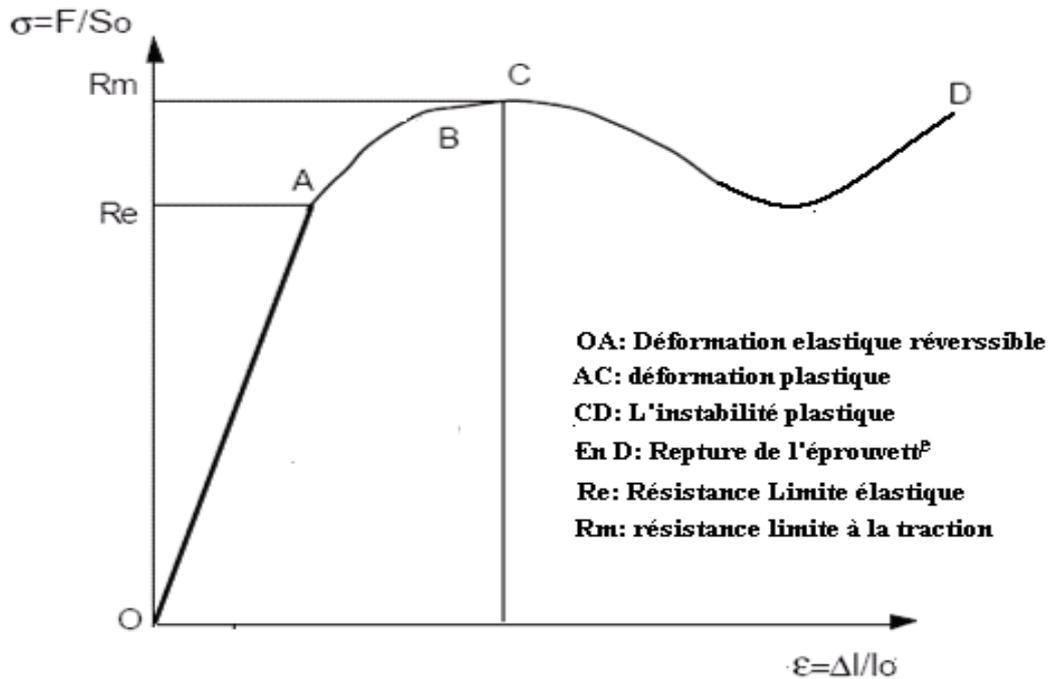
#### III.3.6.1. Test de traction

C'est l'essai mécanique le mieux connu et le plus pratiqué pour déterminer le comportement plastique d'un matériau, qui consiste à soumettre une éprouvette en forme d'altère de type « H2 », dans les deux mores d'un dynamomètre. La mesure des propriétés mécaniques à la rupture des éprouvettes est effectuée au niveau de laboratoire de l'entreprise privée des câbles téléphoniques « CATEL » à Alger, à l'aide d'une machine de traction de marque ZWICK/Roell de type BTC-FR 2,5 TN.D09, selon la norme NFC 32-200. La vitesse de déformation est maintenue constante à 50 mm/min.

La machine est reliée à un ordinateur qui effectue tous les calculs nécessaires et trace les courbes contrainte/déformation à l'aide d'un logiciel de type TestXpertV10.11.

Le pourcentage de la déformation à la rupture  $\varepsilon$  (%) est calculé à l'aide de la relation suivante et une moyenne de cinq essais a été réalisée pour chaque échantillon.

La figure 14, représente la courbe théorique contrainte /déformation des matériaux polymères en général.



**Figure 14 :** Courbe théorique contrainte/déformation des matériaux polymères.

La pente de la partie linéaire OA (figure 14) représente le module d'Young (E) exprimé en MPa ou en GPa, appelé aussi ou module d'élasticité. On appelle loi de Hooke la relation

$$\sigma_{\text{élastique}} = E * \varepsilon_{\text{élastique}}$$

La contrainte à laquelle la rupture a eu lieu, exprimé en Pascal est donnée par la formule suivante :

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

Avec :  $\delta$  : Contrainte à la rupture.

S : Section de l'éprouvette.

F : La force d'étirement.

L'allongement à la rupture correspondant est exprimé en %, selon la formule suivante :

$$\varepsilon \% = \frac{L - L_0}{L_0} \times 100$$

Avec :  $\varepsilon$  : Allongement à la rupture.

L : Longueur finale de l'éprouvette.

$L_0$  : Longueur initiale de l'éprouvette

La photo de la machine de traction utilisée est illustrée sur la figure



**Figure 15** : Photo de la machine de traction.

### III.3.6.2. Test de dureté shore D

La mesure de la dureté shore D selon la norme NF T51-109 a été réalisée au niveau du laboratoire de l'entreprise privée des câbles électriques « CABEL », à Alger. L'essai consiste à soumettre un effort tendant à enfoncer l'aiguille pointue en acier (poinçon) d'un duromètre shore D, sur des plaques de  $5 \times 5 \text{ cm}^2$ . Plus le pénétrateur s'enfonce dans le matériau, plus ce dernier est mou, et plus la limite d'élasticité est basse. La pénétration se traduit par la lecture directe sur le duromètre après 15 secondes. Les essais de dureté sont très utilisés en raison de leur simplicité et de leur caractère peu destructif. Leur résultat donne un aperçu sur les propriétés de surface d'un matériau.



**Figure 16 :** Photo du duromètre shore D.

### III.3.7. Propriétés thermiques (ATG)

L'analyse thermogravimétrique est l'une des méthodes les plus utilisées pour la caractérisation de la stabilité thermique des polymères. Elle consiste à évaluer la perte de masse que subit un échantillon en fonction de la température ou en fonction du temps jusqu'à sa dégradation, sous une atmosphère appropriée. Le graphe de la masse absolue ou relative en fonction du temps est appelé thermogramme ou courbe de décomposition thermique. Cette méthode permet de déterminer graphiquement la température de décomposition de chaque constituant dans l'échantillon et à prévoir leur stabilité thermique. Cette technique caractérise les matériaux qui présentent des pertes de poids par décomposition, oxydation ou déshydratation.

L'appareillage utilisé est de type SETAREM TG/DTA92, constitué d'un ATG/DTG/ATD couplé et piloté par un micro-ordinateur (université de Béjaia). Il est composé d'une nacelle à échantillon de 10 à 20 mg, mené d'une microbalance de grande précision. La nacelle est introduite dans un four dans un milieu inerte d'azote avec une vitesse de chauffe de l'ordre de  $10^{\circ}\text{C}/\text{mn}$  et dans un intervalle de températures allant de  $20^{\circ}\text{C}$  à  $900^{\circ}\text{C}$ .



Figure 17 : Photo de l'ATG.

### III.3.8. Propriétés diélectriques

#### III.3.8.1. Tension de claquage

La mesure de la tension de claquage a été réalisée au niveau du laboratoire de « *CABEL* », à Alger. L'appareillage utilisé est de type BAUR Ölprüfgerät PGO, le principe consiste à introduire la plaque dans un bain d'huile auquel on applique un champ électrique jusqu'à perforation de la plaque. Le montage est représenté sur la figure 18.



Figure 18: Photo de l'appareil de mesure de tension de claquage.

### III.3.8.2. Permittivité et pertes diélectriques

La mesure des propriétés diélectriques du matériau (la permittivité  $\epsilon$  et le facteur de perte  $\tan \delta$ ) en fonction de type de charge (à température ambiante et une fréquence de 50 Hz) a été effectué au laboratoire de « **CABEL** », à Alger. L'appareillage utilisé est un condensateur à anneaux de type 2904 fourni par TETTEX AG INSTRUMENT « Precision Dissipation-factor and capacitance bridge », selon les normes VDE 0311 et 0345, à anneaux de garde, ayant une cellule de mesure pour essai de matières isolantes solide. Le facteur de perte  $\tan \delta$  est donné directement par l'appareil et la permittivité  $\epsilon$  est calculée selon la formule suivante

$$\epsilon_r = \frac{(c. d. 4\pi. 0,8988)}{F}$$

Avec :

$\epsilon_r$  : Permittivité relatif

c : Capacité

d : Epaisseur

F : Surface



**Figure 19:** Photo de l'appareil de mesure de capacité et les pertes diélectriques.

### III.3.9. Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique qui permet de visualiser des structures par bombardement d'électrons. Les électrons incidents excitent la couche superficielle de l'échantillon et donneront naissance à des zones lumineuses alors que les creux apparaîtront plus sombres.

Les mesures ont été réalisées sur des faciès de rupture par un microscope électronique à balayage de marque FEI CONTA 200 à l'université de Béjaia. Les échantillons sont plongés dans l'azote liquide puis on procède à leur fracturation.



**Figure 20** : Photo de l'appareil (MEB).

# Chapitre IV

## Résultats et Discussions

## Chapitre IV : Résultats et discussions

Ce chapitre se compose de deux parties, dans la première, sont interprétés les différents résultats de la caractérisation des fibres du papier journal brutes, désencrées et traitées :

### a. Le désencrage

- Caractérisation spectroscopique IRTF pour mettre en évidence la réaction de désencrage.
- Caractérisation par diffraction des rayons X (DRX).
- Caractérisation thermique (ATG et DTG).
- Analyse morphologique (MEB).

### b. Le traitement chimique

- Dosage chimique pour vérifier et confirmer la réaction d'acétylation.
- Caractérisation IRTF.
- Caractérisation DRX.
- Caractérisation thermique (ATG et DTG).

### c. La comparaison entre les fibres du papier journal avec la cellulose industrielle.

- Caractérisation par diffraction des rayons X (DRX).
- Caractérisation thermique (ATG et DTG).
- Analyse morphologique (MEB).

La deuxième partie est consacrée à la discussion des résultats de caractérisation des composites élaborés, en utilisant les même technique que pour la fibre.

### IV.1. Caractérisation de la fibre

La composition chimique des fibres de papier journal a été déterminée par plusieurs chercheurs, à titre d'exemple, Les différents résultats obtenus par **Ramesh Chander Kuhad et al (2010) [97]** sont représentés sur le tableau 17.

**Tableau 17 :** Composition chimique de la fibre du papier journal.

Composition (%)	Cellulose	Hémicellulose	Lignine	Humidité
Papier journal	51	19	16	08

L'objectif de cette étude consiste à désencrer le papier journal puis à réduire son caractère hydrophile par la réduction des groupements hydroxyles, par une réaction d'estérification en utilisant l'anhydride acétique. L'identification des groupements fonctionnels issus des réactions de désencrage et d'acétylation ont été mis en évidence par l'analyse spectroscopique IRTF, la DRX, et l'effet de la modification sur les propriétés thermiques, physiques et morphologiques a été également examiné par la thermogravimétrie ATG/DTG, le test de mouillabilité et le microscope électronique à balayage (MEB).

#### IV.1.1.Caractérisation du papier journal désencré

##### IV.1.1.1. L'analyse spectroscopique (IRTF)

La figure 21 montre les spectres IRTF du papier journal avant, après le désencrage et celui de l'encre. D'après cette figure, on constate la bande caractéristique des groupements hydroxyles de la FPJ située entre  $3600-3200\text{ cm}^{-1}$ , et l'aire de ce pic est plus intense pour la FPJB. Ceci est assigné à la diminution de la concentration des groupements hydroxyles après le désencrage car l'encre présente une bande d'absorption à  $3373\text{ cm}^{-1}$ . Ce résultat est semblable a celui trouvé par **N. Ferrer et al (2006) [98]**.

La diminution de l'intensité de plusieurs bandes a montré que le désencrage élimine une quantité de la lignine.

A  $1740\text{ cm}^{-1}$ , qui peut être assigné au groupement C=O de la lignine.

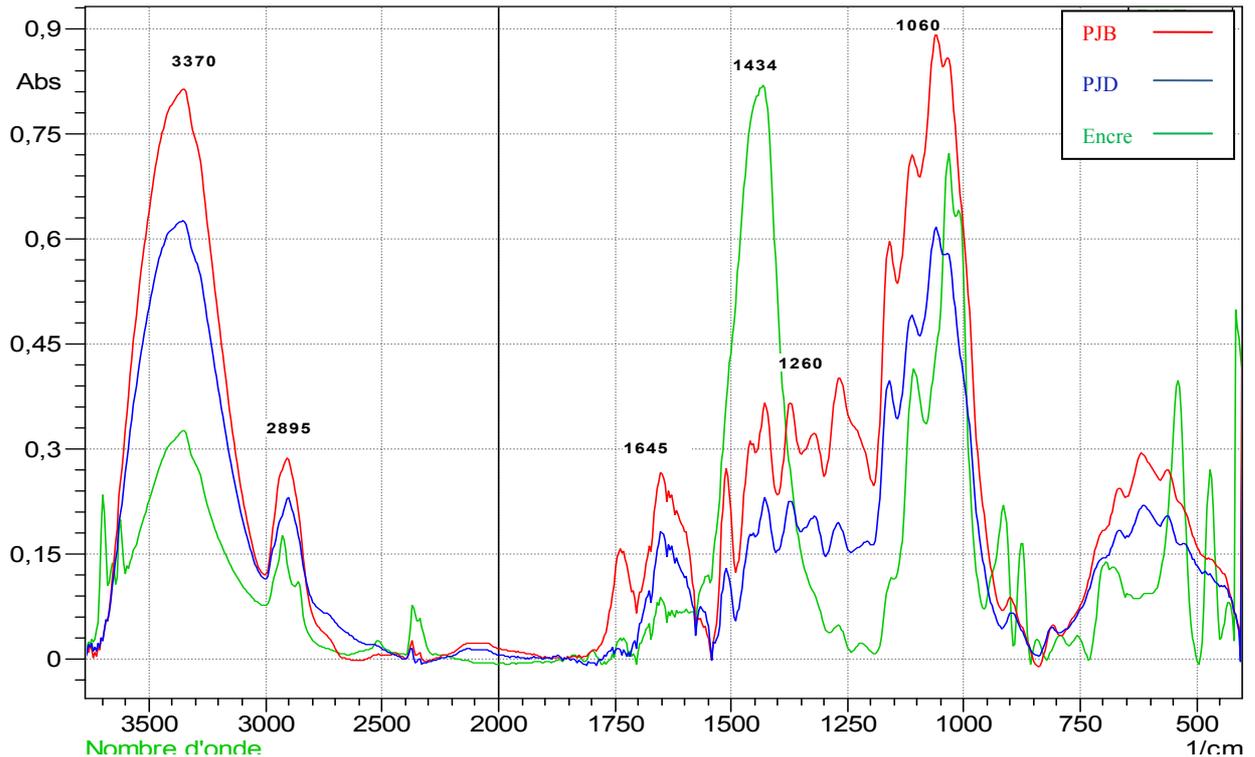
A  $1520\text{ cm}^{-1}$  qui peut être attribué au C-C des anneaux aromatiques.

A  $1260\text{ cm}^{-1}$  des groupements aryl alkyl de la lignine.

Ce résultat est en accord avec les travaux de **Carla da Silva Meireles et al (2010) [99]** et **A. Tejado et al (2007) [100]** qui ont trouvé que les mêmes bandes ( $1728$ ,  $1515$  et  $1278\text{ cm}^{-1}$ ) subissent une diminution de l'intensité après traitement avec NaOH. Par ailleurs une diminution des intensités des bandes à  $1033$  et  $1060\text{ cm}^{-1}$  qui correspondent a la vibration de déformation des liaisons C-O-C de la cellulose et de l'hémicellulose. **S. L. Fávaro et al (2010) [1]** ont constaté la disparition des bandes à  $1730$  et  $1245\text{ cm}^{-1}$ , attribués aux vibrations des groupes de C=O et de C-O, respectivement, après le procédé de mercerisage des fibres de sisal, Ces groupes sont présents dans les structures de lignine et d'hémicelluloses.

Nous observons également, la diminution de la bande à  $1434\text{ cm}^{-1}$  qui peut être assigné au groupement  $\text{CH}_2\text{OH}$  de l'encre. **Senvaitiene et al (2004) [101]** ont remarqué la présence

d'une bande entre 3000 et 3700  $\text{cm}^{-1}$  et une autre entre 1380 et 1450  $\text{cm}^{-1}$  dans le spectre IRTF de l'encre. Elles correspondent respectivement à la présence d'eau absorbée par l'encre et les groupements  $\text{CH}_2\text{-OH}$  respectivement. **N. Ferrer et al (2006) [98]** se sont intéressés à la caractérisation de l'encre contenue dans un timbre, ils ont trouvé deux bandes principales, une à 3346  $\text{cm}^{-1}$  qui peut être attribué à la présence de la cellulose dans l'encre et une autre bande à 1428  $\text{cm}^{-1}$  qui est due au carbonate de calcium.



**Figure 21** : Spectres (IRTF) de la fibre du papier journal brute et désencrée ainsi que de l'encre.

Les mêmes bandes d'absorption enregistrées par IRTF pour les fibres du papier journal sont confirmées par les travaux de **V. Tserki et al (2005) [38]** qui ont travaillé sur l'effet du traitement chimique (acétylation et propionylation) sur les propriétés des composites.

Les différentes bandes d'absorption qui peuvent apparaître dans le spectre IRTF pour les matériaux lignocellulosiques sont résumées sur le tableau 18.

**Tableau 18** : Les bandes d'absorption enregistrées pour la fibre cellulosique

Nombre d'onde $\text{cm}^{-1}$	Types de vibration
3200-3600	Vibration d'élongation des hydroxyles O-H
2920	Vibration d'élongation asymétrique des liaisons C-H du groupe $\text{CH}_2$
2852	Vibration d'élongation symétrique des liaisons C-H du groupe CH
1739	Vibration des groupements carbonyles C=O
1600-1650	Vibration d'élongation des hydroxyles O-H de l'eau
1510	Vibration du cycle aromatique
1440-1460	Vibration de déformation asymétrique des liaisons C-H du cycle aromatique
1379	Vibration de déformation symétrique des liaisons C-H dans le plan des polysaccharides
1235-1270	Vibration d'élongation des groupements C-O
1168	Vibration d'élongation antisymétrique des liaisons C-O-C de la cellulose et de l'hémicellulose.
1039	Vibration de déformation des liaisons C-O-C de la cellulose et de l'hémicellulose
600	Vibration d'élongation des hydroxyles O-H hors plan des polysaccharides.

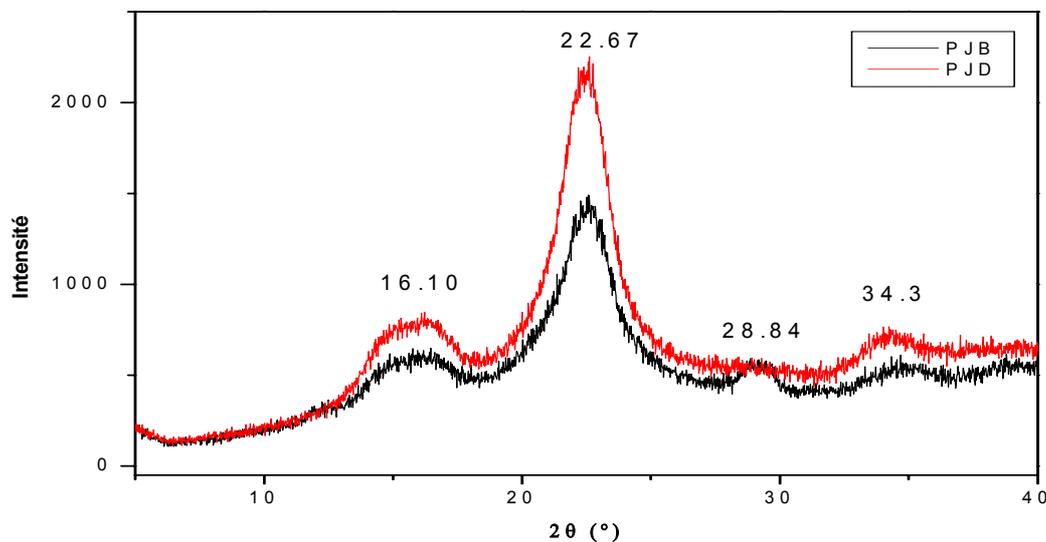
#### IV.1.1.2. La diffraction des rayons X (DRX)

Afin d'étudier l'effet du désencrage du papier journal, sur la structure chimique des différents composants de la fibre, nous avons caractérisé les différents échantillons (FPJB et FPJD) par la diffraction des rayons X (DRX). L'examen des diffractogrammes présentés sur la figure 22, indique que la structure cristalline de la FPJ est identique à celle de la cellulose à l'état native. V. Tserki et al [38], ont associé chaque pic à un plan atomique imaginaire, ces plans sont désignés par des indices de miler (h, k et l). A titre d'exemple la réflexion à 15.1,

16.8° est relative au plan (110), la réflexion à 22° correspond au plan (200) et la réflexion à 34.4° est relative au plan (023) ou (004).

En comparant les deux diffractogrammes de la FPJB et FPJD on remarque que l'intensité des pics (16.10, 22.67 et 34.3°) augmente après le désencrage et la disparition du pic à 28.84°. De plus, en calculant les taux de cristallinité, il se trouve que le désencrage conduit à une augmentation du taux de cristallinité, qui passe de 65 % pour la FPJB à 73 % pour la FPJD. Ce résultat peut être expliqué par l'élimination de l'encre, de l'hémicellulose et d'une certaine quantité de la lignine après désencrage. Ce résultat est en accord avec les travaux de **L. Ghali et al (2009) [87]** qui ont trouvé que le traitement de la fibre de luffa avec le NaOH et H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, conduit à l'augmentation de la cristallinité des fibres passant de 50 à 66.32 %. **M.S. Islam et al (2010) [94]** ont étudié l'effet du traitement alcalin sur les fibres courtes et longues de chanvre à matrice PLA. Ils ont trouvé que le traitement chimique augmente le taux de cristallinité des fibres. **X. Y. Liu et al (2007) [76]** ont trouvé qu'après le traitement alcalin, la cristallinité des fibres de jute a augmenté, ceci pourrait être attribué à l'élimination de l'hémicellulose à caractère amorphe, menant à un meilleur empilement des chaînes de cellulose.

Par contre **Beatriz A.P. Ass et al (2006) [102]** ont trouvé que le traitement de la fibre de sisal par NaOH a mené à la réduction du taux de cristallinité de 79% à 69%.



**Figure 22:** Spectre DRX de la fibre du papier journal brute et désencrée.

#### IV.1.1.2. L'analyse thermogravimétrique (ATG/DTG)

Lors de la transformation des composites lignocellulosiques avec les matrices polymères, l'étude de la stabilité thermique de chacun des composants s'impose. Cette étude de la stabilité servira dans le choix des conditions de transformation.

##### a- Les thermogrammes ATG

Les thermogrammes ATG du papier journal brut et désancré enregistrés sont représentés sur la figure 23, on observe clairement que le profil de dégradation thermique de la fibre du papier journal désancrée est similaire à celui de la fibre du papier journal brut. Des différents thermogrammes on peut tirer les conclusions suivantes :

Au voisinage de 100°C, une faible perte de masse (1.2 %) quasi instantanée est enregistrée, elle peut être attribuée à l'évaporation de l'eau absorbée à la surface des particules de la fibre du papier journal brut, ce résultat est confirmé par **S. M. Luz et al (2008) [78]**.

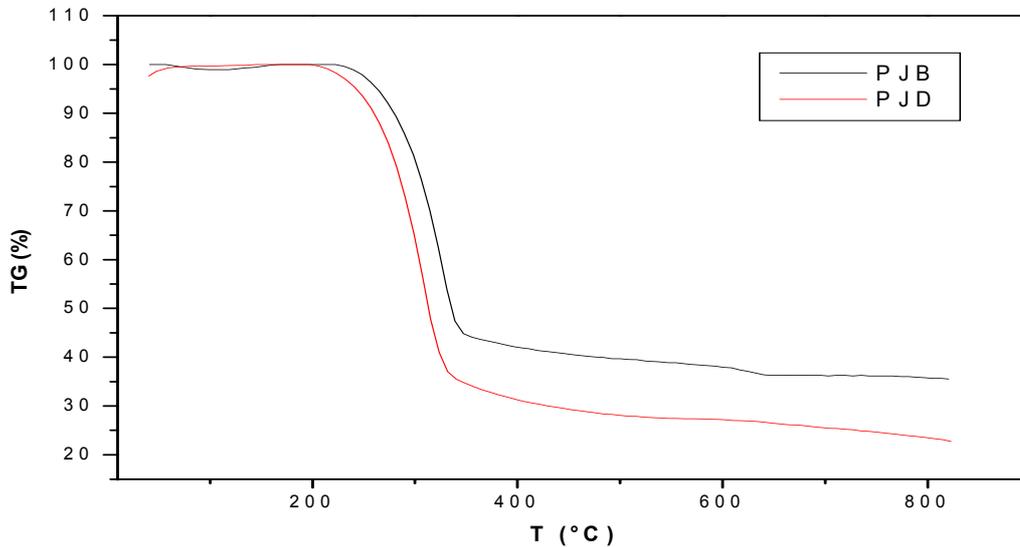
Une perte de masse très importante est enregistrée entre 200 °C et 350°C, elle correspond à la décomposition de l'hémicellulose, de la lignine et de la cellulose. Plus précisément la dégradation thermique de la cellulose se produit essentiellement dans une zone de température comprise entre 310 et 350 °C. Les hémicelluloses sont moins stables thermiquement que la cellulose, généralement elles se dégradent à des températures comprises entre 200 et 260 °C.

Une deuxième perte de masse est enregistrée aux environ de 350°C, qui correspond à la décomposition de la lignine. Au delà de 500°C le résidu composé essentiellement des cendres est pratiquement stable. Ces résultats sont en accord avec les résultats de **M. S. Huda et al (2006) [4]** qui ont trouvé les mêmes plages de températures (294, 305 et 330) à 20, 25 et 50 % de perte de masse respectivement.

La température de début de décomposition pour la fibre du papier journal brut, est enregistrée aux environs de 230,8°C, par contre pour la fibre de papier journal désencré elle est de 223,3 °C.

Le taux de cendre est plus important pour la fibre du papier journal brut (35,55%) et cela est dû probablement à la présence de l'encre et de lignine, alors que pour le papier journal désencré présente 22,70%. Ces résultats sont en parfait accord avec ceux obtenus par **V.Tserki et al (2005) [38]** qui ont trouvé que les matériaux qui contiennent plus de lignine enregistrent un résidu plus important. Cependant, à 350 °C, l'ordre de stabilité thermique des

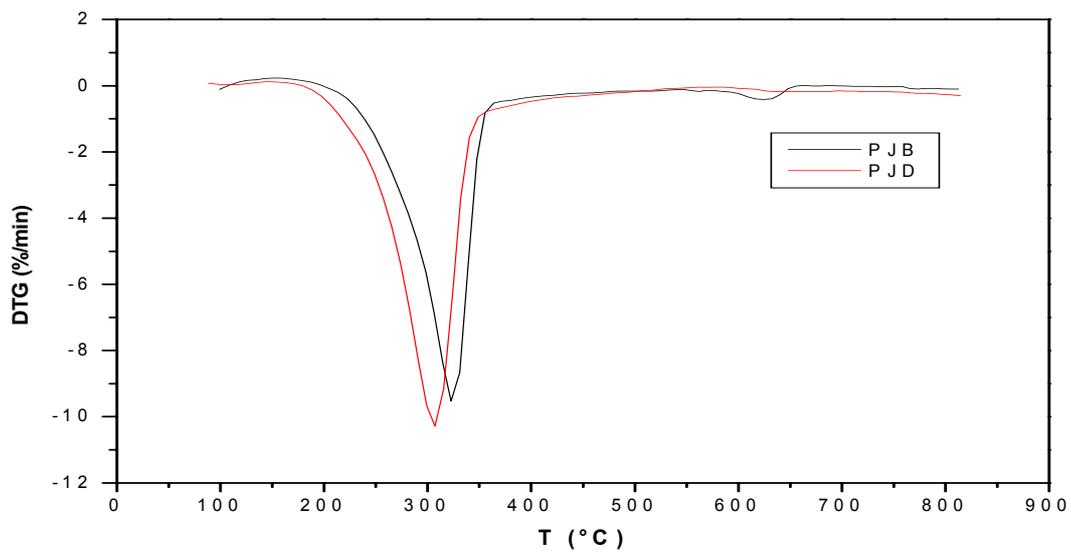
matériaux est très différent, parce que la lignine, comme déjà mentionnée, à température élevée est plus anti-calorique que les hémicelluloses et la cellulose. **P. Hornsby et al (1997) [103]** lors d'une étude thermique de la cellulose pure et de la lignine ont montré que les taux de résidu thermique est de 9.8 et 33.8% respectivement.



**Figure 23 :** Thermogrammes ATG de la fibre de papier journal brute et désencrée.

### b- Les thermogrammes DTG

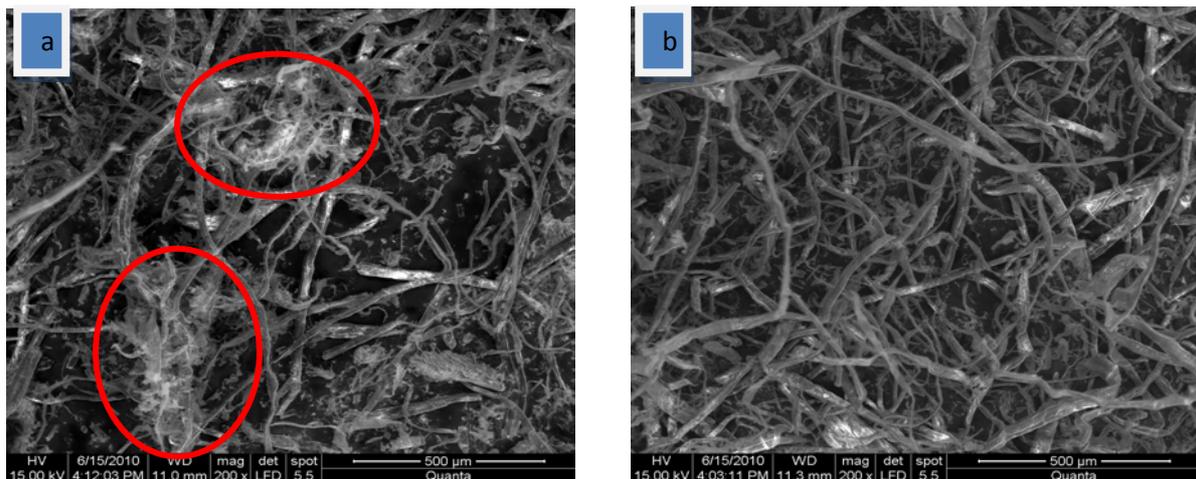
Les thermogrammes DTG de la fibre du papier journal brut et désencré enregistrés sont représentés sur la figure 24, on remarque l'apparition d'un pic à 322,8 °C et à 307,2 °C pour la fibre de PJB et de PJD respectivement, ils correspondent à la décomposition de la cellulose et l'hémicellulose. Les vitesses maximales de décomposition enregistrées sont 9.53 % / min et 10.30 % / min pour le PJB et le PJD respectivement.



**Figure 24 :** Thermogrammes DTG de la fibre de papier journal brute et désencrée.

#### IV.1.1.3. L'analyse morphologique (MEB)

La figure 25, représente les images des FPJB et FPJD. On remarque une différence entre les deux fibres, les fibres du PJB sont longues et formes des agglomérats, la même image est obtenue par **Huda et al (2004) [104]**, par contre les fibres du PJD sont longues et dispersés.



**Figure 25 :** Analyse morphologique de la FPJB (a) et FPJD (b) par le MEB.

## IV.1.2. Caractérisation de la fibre du papier journal traité

### IV.1.2.1. Titrage chimique

Le taux du groupe acétyle (AG) est évalué selon la formule suivante :

$$AG(\%) = \frac{[(V_{bi} + V_{bt})\mu b - V_a.\mu a].43}{mca} \times 100$$

Les résultats du titrage (trois essais ont été effectués) sont regroupés dans le tableau 19.

**Tableau 19** : Résultats du taux du groupe acétyle obtenu par titrage chimique

	<i>V<sub>bt</sub></i>	<i>AG (%)</i>
<b>Essai 1</b>	7,2	23,65
<b>Essai 2</b>	7,1	22,58
<b>Essai 3</b>	7,0	21,50
<b>Moyenne</b>	7,1	22,58

Le taux du groupe acétyle (AG) est calculé sur la base de la moyenne des trois essais, est de 22,58%, un taux légèrement inférieur à celui trouvé par **G. Rodrigues Filho et al (2008) [96]** qui est de 31,9%, dans une étude qui consiste à recycler du papier journal sous forme d'acétate de cellulose.

### IV.1.2.2. Analyse spectrale (IRTF)

La figure 26 montre les spectres IRTF de la fibre de papier journal avant et après le traitement. On peut voir clairement l'apparition des mêmes pics enregistrés pour le papier journal désancré mais à l'exception de la bande d'absorption qui est située dans la région 3600 et 3200 cm<sup>-1</sup> qui correspond aux vibrations d'élongations des groupements hydroxyles (-OH), qui enregistre une intensité inférieure à celle de la FPJD. Cette diminution est attribuée principalement à la diminution du caractère hydrophile de la fibre du papier journal après traitement. Ces résultats sont confirmés par le test d'absorption d'eau et sont aussi en parfaite accord avec les travaux de **Bessadok et al (2009) [105]**, **A. R. Bertouti et al (2009) [68]** et **G. Rodrigues Filho et al (2008) [96]**.

Comme on constate la diminution des bandes entre  $1000$  et  $1100\text{ cm}^{-1}$  (à  $1060\text{ cm}^{-1}$  qui peut être assigné au groupement C-OH de l'alcool secondaire et à  $1030\text{ cm}^{-1}$  de l'alcool primaire) **Bessadok et al (2009) [105]**, **Bessadok et al (2007) [56]**. On enregistre aussi pour le PJDT, une bande d'absorption à  $1752\text{ cm}^{-1}$  qui peut être assignée au groupement carbonyle (C=O) fonction ester. **Carla da Silva Meireles et al (2010) [99]**.

On remarque aussi une bande d'absorption centrée à  $1244\text{ cm}^{-1}$  caractéristique des vibrations d'élongation des groupements C-O-C, une bande à  $1375\text{ cm}^{-1}$  qui peut être accordé au groupement C-CH<sub>3</sub> et une bande à  $1442\text{ cm}^{-1}$  qui peut être attribué au groupement CH<sub>2</sub>, ce qui confirme la réaction d'acétylation comme ces résultats sont confirmés par **S. L. Fávaro et al (2010) [1]** Après acétylation de la fibre de lin, ils ont constaté l'apparition de nouvelles bandes d'absorption : à  $1740\text{ cm}^{-1}$  qu'ils attribuent à la vibration des groupements (-C=O) et une bande à  $1240\text{ cm}^{-1}$  (C-O). Le spectre de la cellulose non modifiée montre une bande d'absorption à  $1375\text{ cm}^{-1}$  qu'ils attribuent à la vibration de CH, Après estérification, cette bande est plus grande ce qu'ils ont expliqué par la formation du groupe de l'acétyle (-C-CH<sub>3</sub>). **C. Tsiptsias et al (2010) [106]**, **Carla da Silva Meireles et al(2010) [99]** ont travaillé sur la modification chimique (acétylation) de deux type de fibre (papier journal et graine de mangue), après analyse des fibres par spectroscopie IRTF, ils ont obtenue les mêmes bandes d'absorption à  $1750\text{ cm}^{-1}$  qu'ils attribuent à la vibration des groupements (-C=O) et une à  $1240\text{ cm}^{-1}$  qu'ils assignent au groupement (C-O). **G. Rodrigues Filho et al (2008) [96]** ont fait une modification chimique des fibres du papier journal avec l'anhydride acétique, ils ont aussi trouvé que les mêmes bandes d'absorption apparaissent après acétylation. **M. S. Luz et al (2008) [78]** ont travaillé sur la modification chimique des fibres de cellulose et cellulignine avec l'anhydride acétique. L'analyse IRTF à confirmé l'acétylation par l'apparition des bandes d'absorption à  $1758\text{ cm}^{-1}$ ,  $1380\text{ cm}^{-1}$  et  $1240\text{ cm}^{-1}$  qui correspondent aux groupements (C=O), (C-CH<sub>3</sub>) et (C-O-C) respectivement, et **M. Peres de Paula et al (2008) [107]** ont étudié la modification chimique (l'acétylation) des fibres de sisal et de la cellulose microcristalline. Les spectres infrarouges confirment la présence des groupes d'acétyle, due aux bandes d'absorption à  $1750\text{ cm}^{-1}$  (-C=O),  $1375\text{ cm}^{-1}$  (-C-CH<sub>3</sub>) et  $1235\text{ cm}^{-1}$  (C-O).

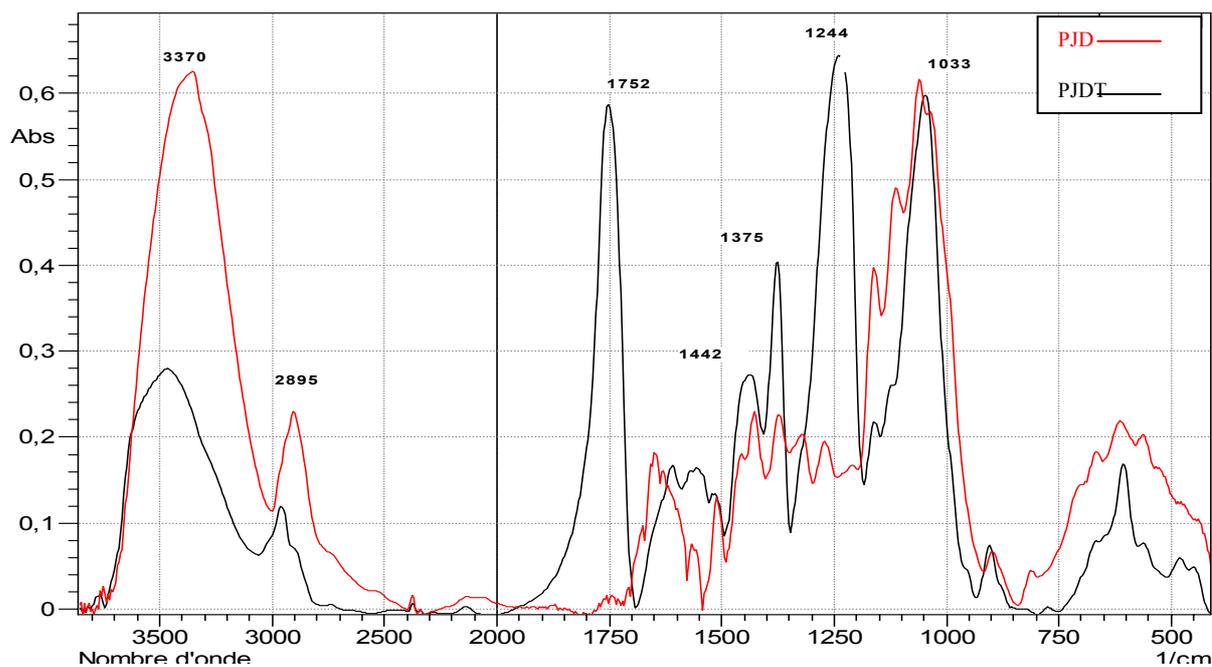


Figure 26 : Spectres (IRTF) de la fibre du papier journal traitée et non traitée.

L'analyse IRTF confirme que la réaction d'acétylation a bien eu lieu, selon la réaction suivante :

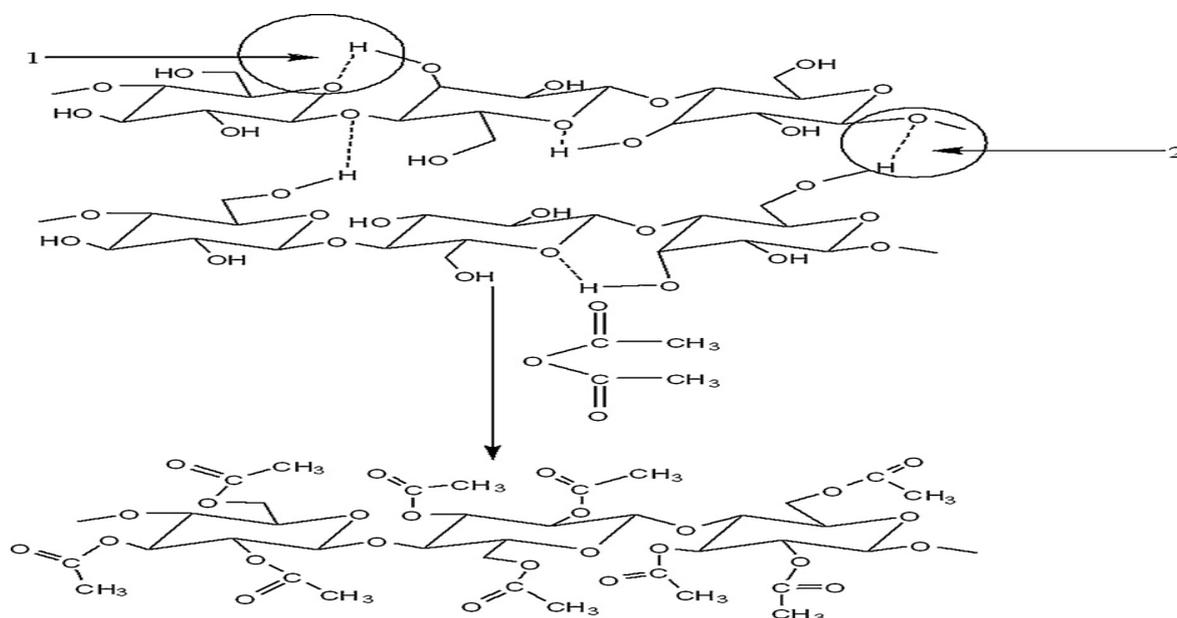


Schéma 18 : Acétylation de la cellulose.

### IV.1.2.3. La diffraction des rayons X (DRX)

La figure 27 montre les spectres DRX de la fibre du papier journal traitée et non traitée. Sur le spectre de la fibre du papier journal désancrée (non traitée), on observe l'apparition de plusieurs pics à 16.10, 22.67 et 34.3°. Pour le spectre de la fibre du papier journal traitée avec l'anhydride acétique, on peut voir clairement la disparition des pics en 16.10, 34.3 et 22.67° et l'apparition d'un petit pic à 7.67°. Après traitement le taux de cristallinité a diminué, passant de 73% pour la FPJD à 23% pour la FPJDT. Ces résultats sont conformes à ceux obtenus par plusieurs chercheurs tels que : **V. Tserki et al (2005) [42]** qui ont trouvé les mêmes pics pour les fibres de flax, hemp et de bois et que le taux de cristallinité subi une diminution après le traitement chimique (acétylation) de 2, 2 et 5% respectivement. **Rodrigue Safou-Tchiama et al (2007) [108]** ont démontré que le traitement de la sciure en bois avec l'anhydride succinique a mené à la réduction du taux de cristallinité de 60.3 à 50.3%. **L. Wojnarovits et al (2010) [109]** ont trouvé la même chose. **E. Tronc et al (2007) [110]** ont démontré que l'estérification de la fibre d'agave fait diminuer sa cristallinité, leur résultat a été attribué à la formation des groupes d'ester par ouverture des liaisons hydrogène, transformant la cellulose cristalline en amorphe. **X. Fan et al (2010) [111]** ont comparé entre la fibre de ramie traitée avec l'anhydride acétique et la fibre non traitée, et les résultats ont montré une transformation de la structure de cellulose à la structure de cellulose triacétate. La raison principale du changement des diagrammes de diffraction peut être due à la pénétration du réactif dans la région cristalline de la cellulose, réagissant et favorisant la formation des structures amorphes. L'acétylation a commencé dans un système multiphasé. Des groupes d'acétyle ont été greffés sur la surface de cellulose menant à la dissolution progressive dans le mélange de la réaction. Il y a trois groupes d'hydroxyle actifs en chaque anneau de glucose des chaînes de cellulose. Le niveau important de cristallinité de cellulose résulte de l'intra (1) et (2) des liaisons hydrogène intermoléculaires montrés dans l'arrangement de réaction (schéma 18). La structure des régions cristallines de la cellulose a été progressivement détruite par la réaction d'acétylation, et en conséquence la diminution de la cristallinité.

Plusieurs chercheurs ont rapporté que l'estérification de la fibre a lieu dans les régions amorphes et aussi sur la surface des cristallites, donnant lieu à l'ouverture d'une partie des chaînes hydrogène-cellulose formant ainsi une nouvelle cellulose amorphe. Par contre **S.L. Fávaro et al (2010) [73]** ont trouvé que le traitement chimique (acétylation) de l'enveloppe de riz, fait augmenter le taux de cristallinité des fibres.

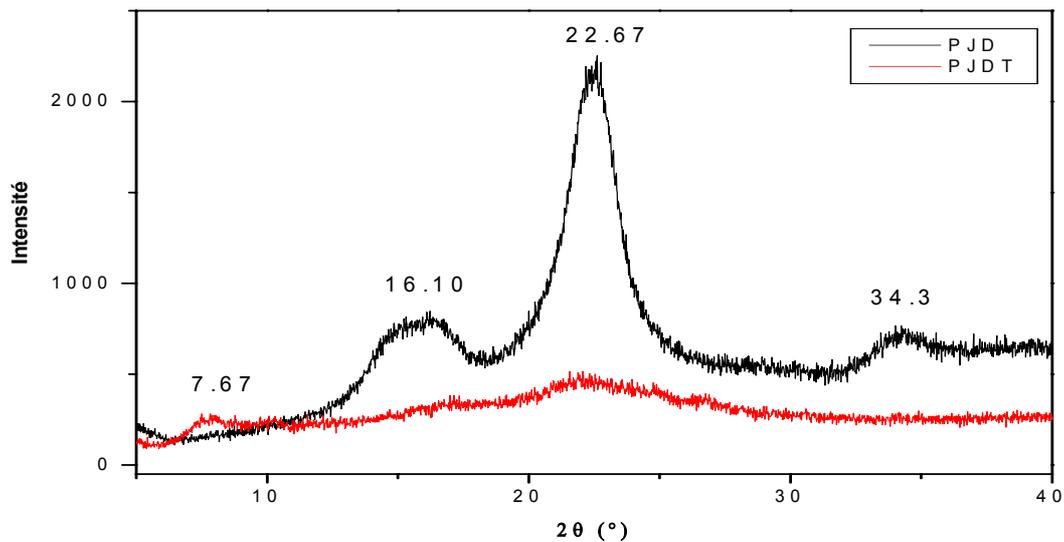


Figure 27 : Spectre DRX de la fibre du papier journal traitée et non traitée.

#### IV.1.2.4. Le test de mouillabilité

Ce test a été effectué sur la fibre du papier journal traitée et non traitée dans le but de voir la diminution du caractère hydrophile de la fibre du papier journal après modification chimique. En effet, le caractère hydrophobe de la fibre du papier journal traitée avec l'anhydride acétique a été bien révélé comme le montre la photo illustrée sur la figure 28. la fibre du papier journal traitée reste sur la surface de l'eau alors que la fibre du papier journal non traitée reste en suspension puis précipite dans l'eau distillée. Ceci peut être expliqué par la diminution de la concentration des groupements hydroxyles après l'acétylation et par voie de conséquence, une augmentation de la tension superficielle entre la fibre et l'eau.

Ce test, est seulement qualitatif mais il permet de mettre en évidence les nouvelles propriétés d'hydrophobicité conférées à la fibre du papier journal après le traitement chimique.



**Figure 28** : Photo illustrant le test de mouillabilité

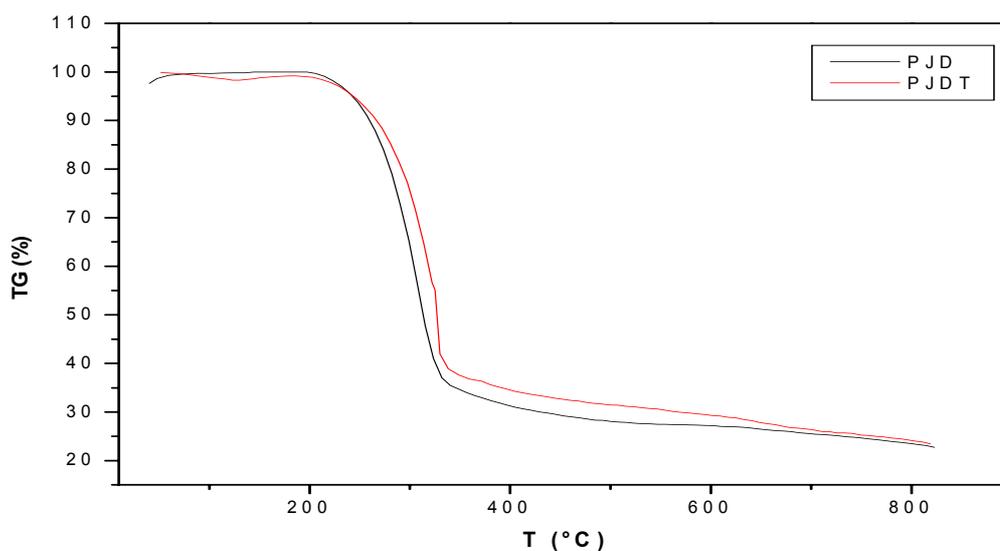
#### IV.1.2.5. L'analyse thermogravimétrique (ATG/DTG)

##### a- Les thermogrammes ATG

Les thermogrammes ATG de la fibre du papier journal traitée et non traitée sont représentés sur la figure 29. Pour le PJDT on constate une première perte de masse entre 100 et 150 °C, elle peut être attribuée à l'évaporation de l'eau absorbée à la surface des particules de la fibre du PJDT, ce résultat est confirmé par **S. M. Luz et al (2008) [78]**. La température de début de décomposition pour le PJDT (212.2°C) a diminué par rapport à la fibre non traitée (223.3°C). C'est probablement dû à la dégradation partielle des groupes acétyles qui a lieu aux premières étapes de la pyrolyse en même temps que la décomposition de la lignine.

Comme vu à de plus basses températures la stabilité thermique était plus grande dans la FPJD que PJDT, alors qu'à 255 °C l'ordre est renversé. Ce comportement peut être expliqué sur la base de la composition du matériau. Dégradation des polysaccharides, des hémicelluloses et de la cellulose, débuts à des températures 220 et 290°C, respectivement, alors que la lignine dégrade à une plus basse température, à 200 °C. Cependant, à des températures plus supérieures la lignine semble être plus anti-calorique que les hémicelluloses et la cellulose, due à son bas taux de dégradation.

Par conséquent la perte de masse entre 200 et 230 °C est principalement due à la décomposition lente de la lignine, alors que la perte de masse entre 300 et 450 °C est attribuée à la décomposition de cellulose et de lignine (dégagement des monomères phénoliques). Aux températures plus hautes que 450 °C, là sont évaporation des composants volatils.



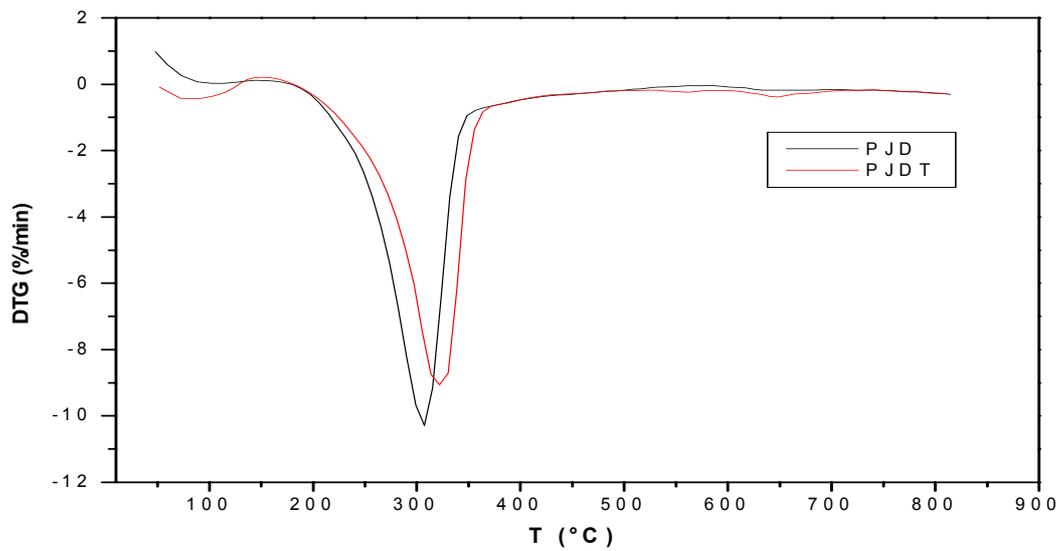
**Figure 29** : Thermogrammes ATG de la fibre du papier journal traitée et non traitée.

### b- Les thermogrammes DTG

La figure 30 représente la vitesse de perte de masse (DTG) des échantillons de papier journal désancré et le journal traité. Les vitesses de décomposition enregistrées pour le PJD et PJDT sont 10.30 % / min et 9.06 % /min respectivement. Par ailleurs, on peut remarquer que les températures de décomposition maximales enregistrées pour les deux échantillons sont de 307°C et 322°C pour le PJD et PJDT respectivement. Ce déplacement de pic de 15°C vers les plus hautes températures pour le PJDT est une signature de l'amélioration de sa stabilité thermique.

A la lumière des résultats obtenus, nous pouvons affirmer que l'acétylation des fibres de cellulose apporte une meilleure stabilité thermique qui se traduit par une diminution de la vitesse de décomposition.

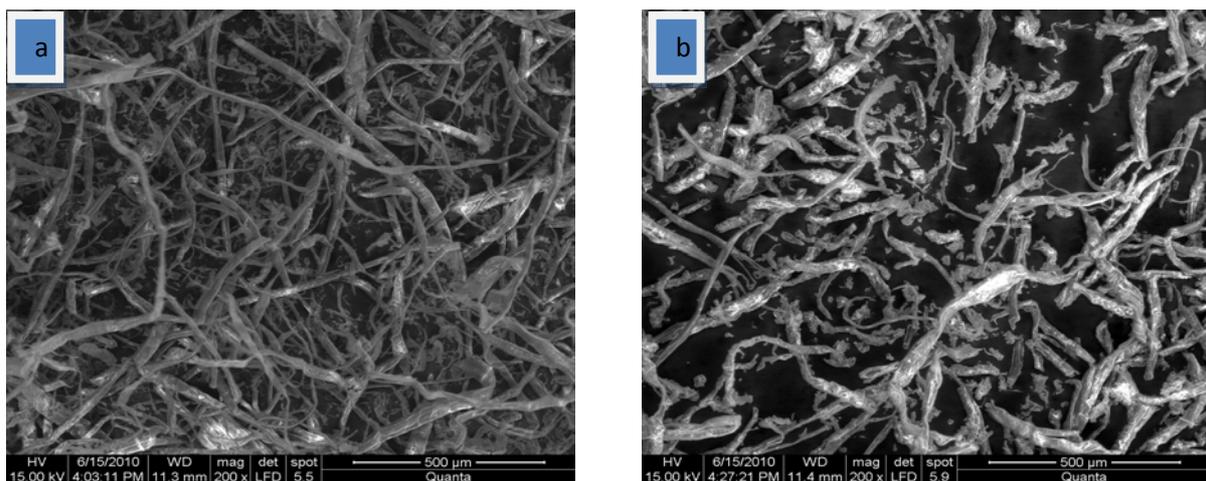
Selon d'autres études le traitement des fibres avec l'anhydride acétique n'influence pas de manière significative la stabilité thermique des matériaux, celle-ci diminue ou augmente légèrement [38, 42,78]. D'ailleurs, il semble que la stabilité des matériaux est directement liée au type de réactif utilisé pour le traitement. L'estérification des matériaux lignocellulosiques avec de l'anhydride succinique a mené à la diminution de la stabilité thermique [112], tandis que le traitement avec l'acrylonitrile et le méthacrylate méthylique avait un effet opposé. L'effet du traitement avec les silanes par contre dépend du genre de silane utilisé.



**Figure 30:** Thermogrammes DTG de la fibre du papier journal traitée et non traitée.

#### IV.1.2.6. L'analyse morphologique

La figure 31, représente les fibres de PJD et PJDT. On remarque que les fibres du PJDT sont plus courtes et avec un plus grand diamètre, ce résultat est en accord avec les travaux de M. S. Luz et al (2008) [78], X. Y. Liu et al (2007) [76] et A.R. Bertoti et al (2009) [68].

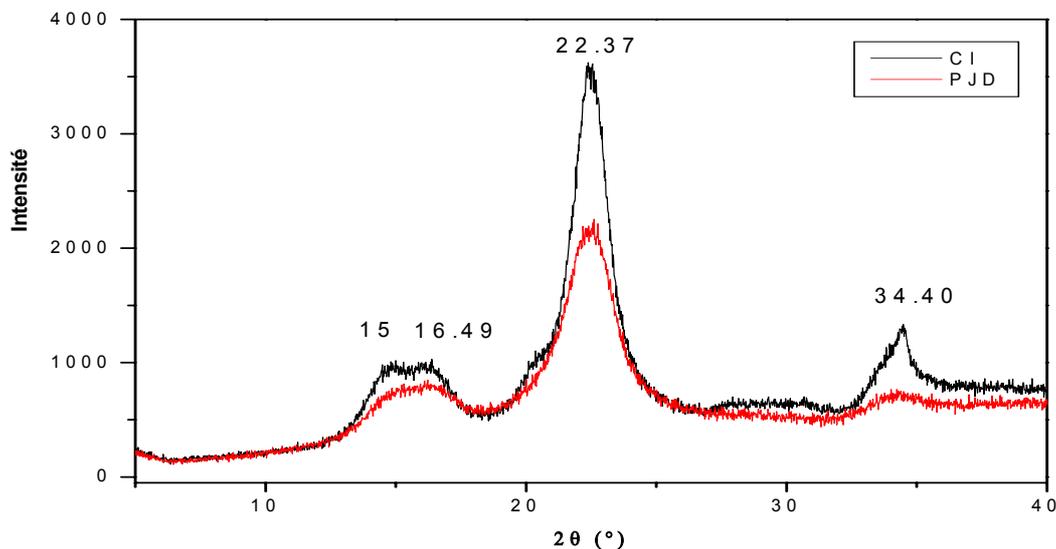


**Figure 31 :** Analyse morphologique de la FPJD (a) et FPJDT (b).

### IV.1.3. La comparaison des fibres de papier journal avec la cellulose industrielle

#### IV.1.3.1. La diffraction des rayons X (DRX)

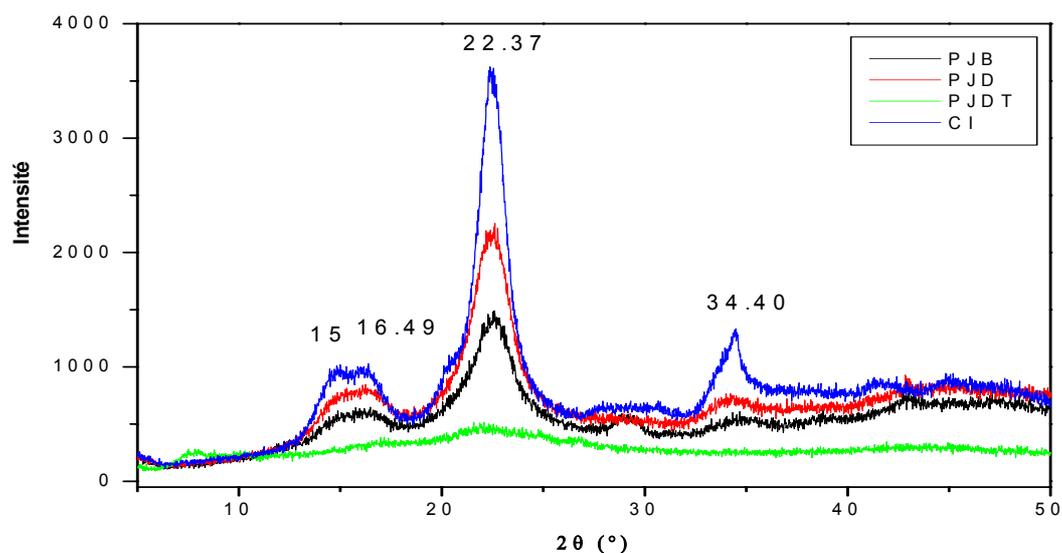
L'examen des diffractogrammes présentés sur la figure 32, indique que la structure cristalline de la fibre de papier journal désencrée (FPJD) est identique à celle de la cellulose industrielle (CI). Sur le spectre de la fibre du papier journal désencrée, on observe l'apparition de plusieurs pics à 16.10, 22.67 et 34.3°. Les mêmes pics sont observés pour la fibre de la cellulose industrielle à l'exception du pic à 16.10 ° où on aperçoit deux pics à 15 et 16.49°. En théorie, la cellulose à un taux de cristallinité très élevé présente deux pics au alentour de 16 °. Ce résultat est confirmé par le taux de cristallinité très élevé de la cellulose industrielle qui est de 84.5%, par contre le taux de cristallinité de la fibre du papier journal est de 73%.



**Figure 32:** Spectre DRX de la fibre de papier journal désencrée et de la cellulose industrielle.

La figure 33 montre les différents spectres DRX de la fibre de papier journal brut, désencré, traité et de la cellulose industrielle, le taux de cristallinité de chaque fibre est représenté dans le tableau 20.

D'après cette figure on constate que l'intensité des pics de la cellulose industrielle sont plus grande que celles des fibres de papier journal brut et désencré, et la disparition des pics de la fibre de papier journal acétylé.



**Figure 33:** Spectre DRX de la fibre du papier journal brute, désancrée, traitée et de la cellulose industrielle.

**Tableau 20 :** Taux de cristallinité des fibres.

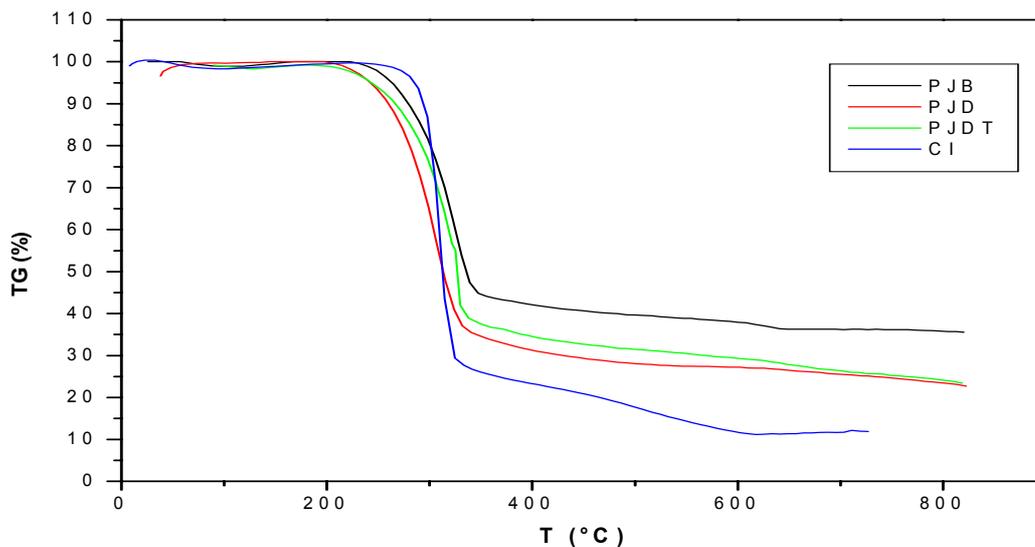
Fibre	PJB	PJD	PJDT	CI
Cristallinité (%)	65	73	23	84.5

D’après les résultats du tableau, on peut voir clairement que le taux de cristallinité des fibres est de l’ordre suivant : CI > PJD > PJB > PJDT.

### V.1.3.2 L'analyse thermogravimétrique (ATG/DTG)

#### a- Les thermogrammes ATG

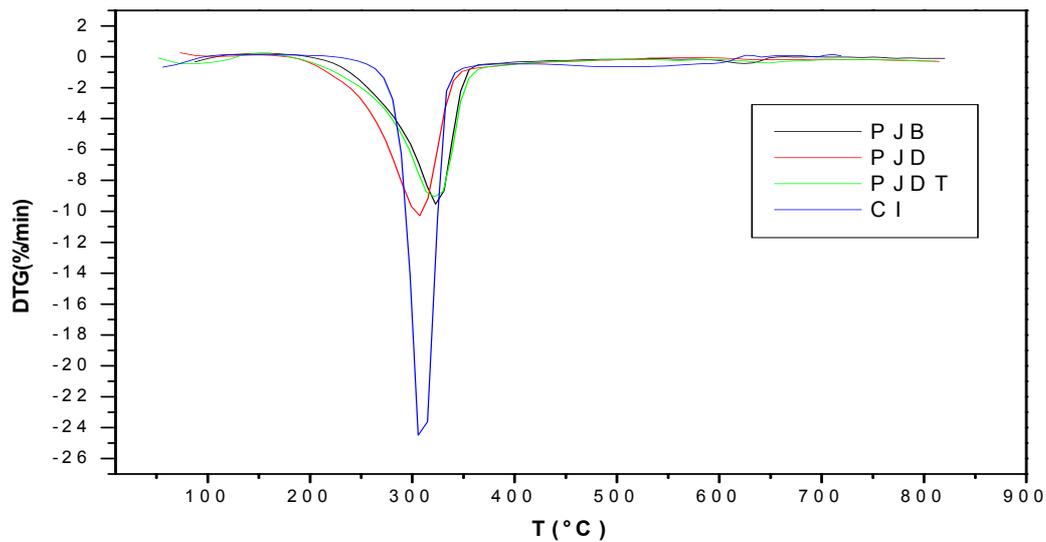
Les thermogrammes ATG du papier journal brut, désencré, traité et de la cellulose industrielle enregistrés sont représentés sur la figure 34. De ces thermogrammes on peut observer que la température de début de décomposition ( $T_d$ ) de la CI est la plus élevée (264 °C) suivi du PJB (230.8°C), PJD (223.3°C) et PJDT (212.2 °C).



**Figure 34:** Thermogrammes ATG de la fibre du papier journal brute, désancrée, traitée et de la cellulose industrielle.

#### b- Les thermogrammes DTG

Les thermogrammes DTG de la fibre du papier journal brut, désencré, traité et de la cellulose industrielle enregistrés sont représentés sur la figure 35. On peut constater que la cellulose industrielle se décompose plus vite avec une vitesse maximale de dégradation de 24.48 % / min suivi par la fibre de PJD avec une vitesse de 10.28 % / min, de la fibre de PJB avec une vitesse de 9.53 % / min et en fin la fibre de PJDT à une vitesse de 9.07 % / min. Les différentes caractéristiques thermiques des fibres ( $T_d$ ,  $T_{max}$ , vitesse maximale et le taux de résidu) sont représentées dans le tableau 21.



**Figure 35:** Thermogrammes DTG de la fibre du papier journal brute, désencrée, traitée et de la cellulose industrielle.

**Tableau 21 :** Comparaison du comportement thermique des différents fibres (PJB, PJD, PJDT et la CI).

Echantillon	Température de début de décomposition (°C)	Température et vitesse max de perte de masse (°C) et (%/min)	1 <sup>ère</sup> phase de perte de masse (%)	Taux de résidu (%)
<b>PJB</b>	230.8	T = 322.8 V = 9.53	35.42	35.55
<b>PJD</b>	223.3	T = 307.2 V = 10.28	43.50	22.71
<b>PJDT</b>	212.2	T = 322.0 V = 9.07	43.33	23.45
<b>CI</b>	264.0	T = 305.9 V = 24.49	28.86	11.92

#### IV.1.3.3. L'analyse morphologique (MEB)

Les difragrammes des fibres de PJB, PJD, PJDT et CI sont représentés sur la figure 36. On peut voir clairement la formation d'agrégats pour le PJB, en revanche pour le PJD les fibres sont longues et dispersées. Les photos MEB du PJDT montre que la taille des fibres ont été réduites. En comparant ces fibres avec la cellulose industrielle on constate quelles sont

longues par rapport aux fibres de la cellulose industrielles qui sont très petites (sous forme cylindrique).

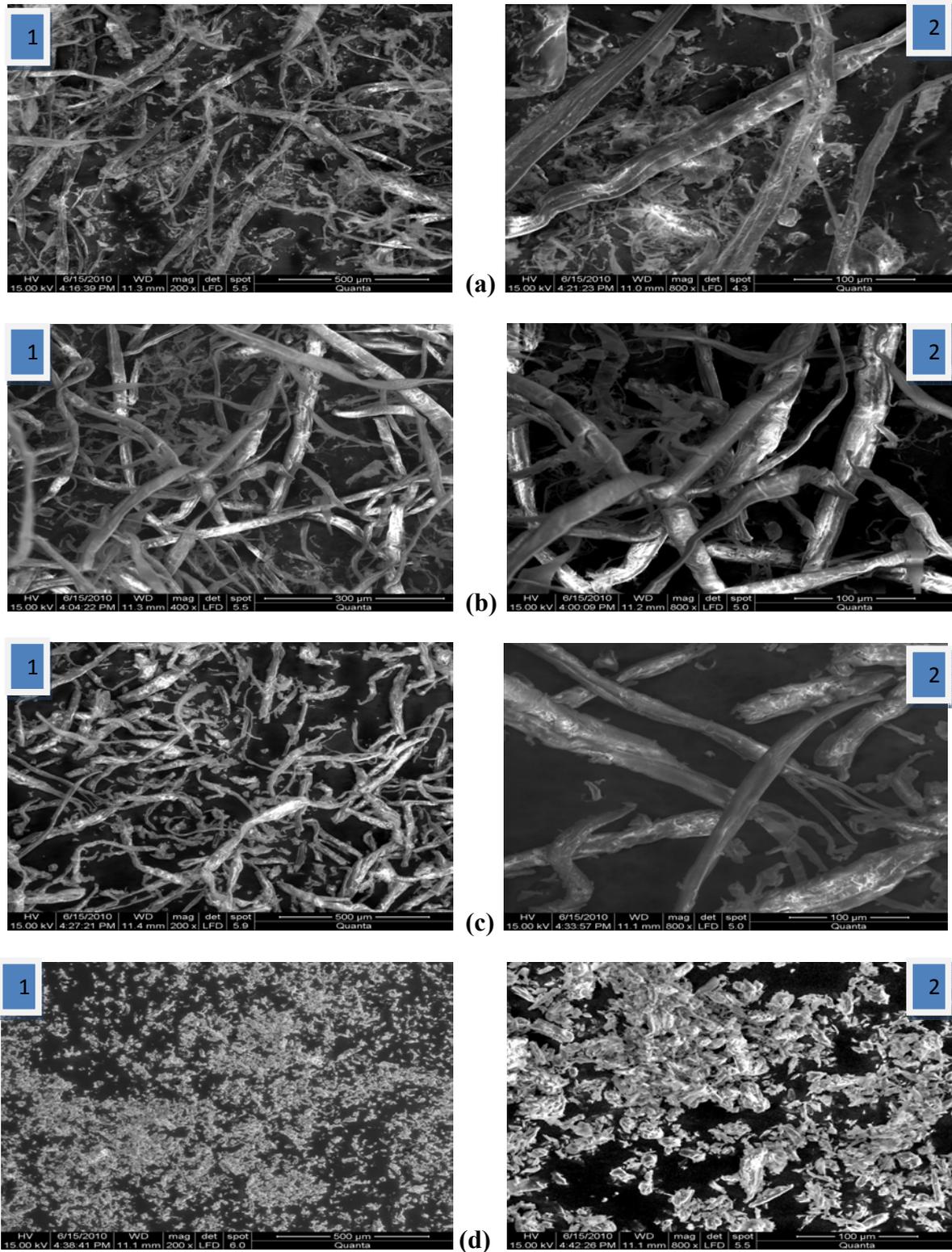


Figure 36 : L'analyse de la morphologie des fibres par le MEB1)\*200 et 2)\*800 (a. PJB, b. PJD, c. PJDT et d. CI).

## IV.2. Caractérisation des composites

Les propriétés physiques, mécaniques, thermiques, diélectriques et morphologiques, des différentes formulations des composites élaborés en fonction du type de fibres ont été étudiées.

### IV.2.1. Caractérisation par la diffraction des rayons X (DRX)

La figure 37 représente les spectres DRX des différents composites PVC/fibre de papier journal brute, désencrée, traitée et la cellulose industrielle. Le taux de cristallinité des composites est calculé de la même façon que les fibres, les valeurs obtenues sont représentées dans le tableau 22.

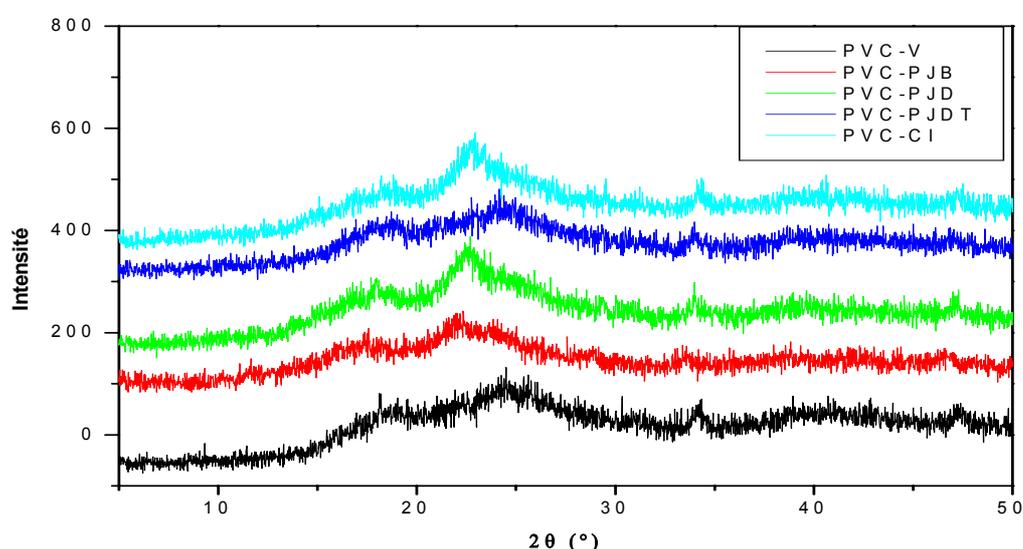


Figure 37: Spectres DRX des différents composites.

Tableau 22 : Taux de cristallinité des composites.

Echantillon	PVC-V	PVC-PJB	PVC-PJD	PVC-PJDT	PVC-CI
Taux de cristallinité (%)	3.53	25.50	36.80	9.00	43.00

D'après les résultats obtenus, on peut dire que le taux de cristallinité des composites augmente comparé au PVC vierge, et cette augmentation est en fonction du type de charge, ce qui veut dire que le composite qui a le taux de cristallinité le plus élevé, correspond à la fibre avec le plus grand taux de cristallinité et l'inverse est juste.

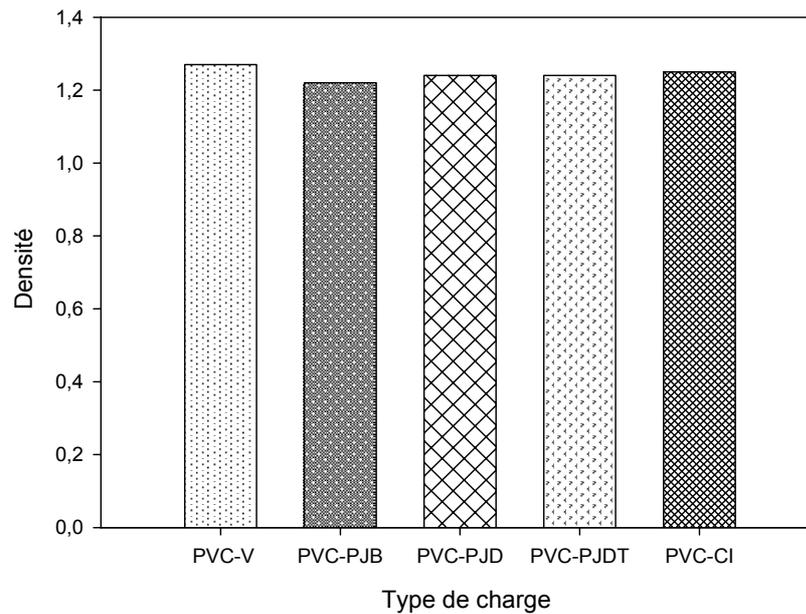
Le classement des composites par ordre décroissant du taux de cristallinité est le suivant :

PVC-CI > PVC-PJD > PVC-PJB > PVC-PJDT > PVC-V. Par ailleurs, on peut remarquer que les pics des composites à fibre de PJDT sont les mêmes que le PVC-V, par contre pour les composites à fibres PJD, PJB et CI, les pics sont légèrement déplacés vers les valeurs plus faibles de  $2\theta$ . Les résultats trouvés se correspondent parfaitement avec l'étude de **S.M. Luz et al (2008) [78]** qui montre que les composites à fibres non traitées sont plus cristallin que les composites à fibres acétylées.

## IV.2.2. Caractérisation physique

### IV.2.2.1. Test de densité

L'évolution de la densité en fonction du type de la fibre des composites est illustrée sur la figure 38. On remarque une nette diminution de la densité (1.27 à 1.22) des composites PVC/PJB et une légère diminution des autres composites PVC/ fibre comparé au PVC vierge. **I. Baroulaki et al (2006) [45]** ont trouvé que la densité des composites PP/Fibre de papier journal a augmenté en fonction du taux de fibre (10, 20, 30 et 40 %) comparé au PP vierge, de même pour les composites à matrice PEHD et PEBD. Par contre **Andrzej K. Bledzki et al (2006) [113]** ont trouvé qu'après le traitement des fibres la densité des composites a diminué, ils attribuent cette diminution à une amélioration de l'adhésion interfaciale entre la matrice PE et la farine du grignon d'olive, ce qui engendre la diminution des microvides et aussi à la substitution des atomes d'hydrogènes liés à la fibre par des groupements plus volumineux du PP-g-MA. Les résultats obtenus par **H. Wang et al (2008) [71]** montrent que la densité du composite (PVC/Bambou) avec 50 % massique est de  $943 \text{ Kg/m}^3$ , valeur supérieure à celle du composite à 70 % dont la densité est de  $714 \text{ Kg/m}^3$ , due à la forte porosité des fibres lignocellulosiques.



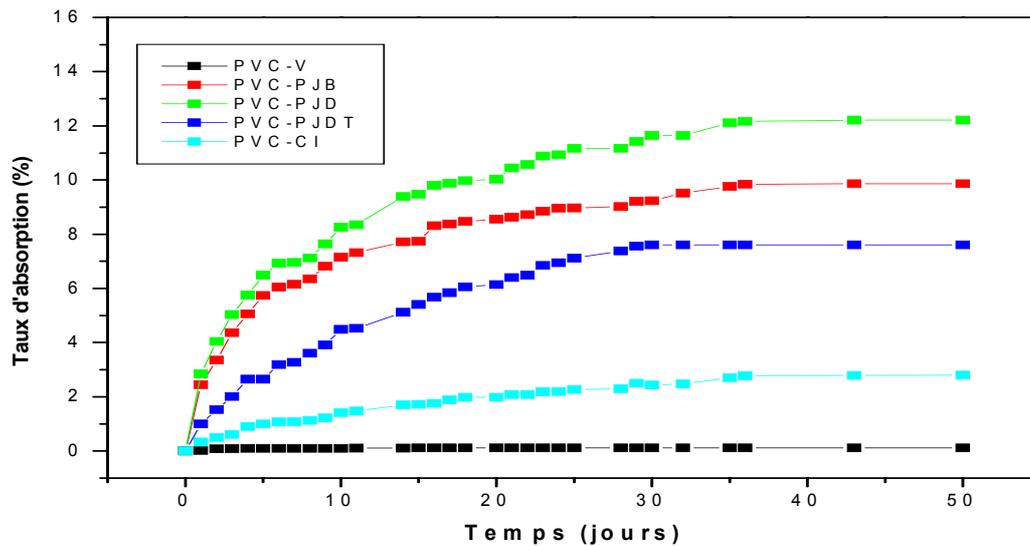
**Figure 38:** Variation de la densité des composites en fonction du type de charge.

#### IV.2.2.2. Test d'absorption d'eau

Le problème majeur de l'utilisation des fibres cellulosiques comme charge dans l'élaboration des matériaux composites est lié à leur sensibilité extrême vis-à-vis de l'humidité, qui provoque une diminution des propriétés mécaniques.

L'évolution de l'absorption d'eau des composites en fonction du temps est illustrée sur la figure 39. On peut voir clairement une augmentation du taux d'absorption d'eau avec le temps d'immersion, ce qui est tout à fait attendue, du fait que les fibres cellulosiques sont fortement riches en groupements hydroxyles, ces derniers forment avec les molécules d'eau des liaisons hydrogènes.

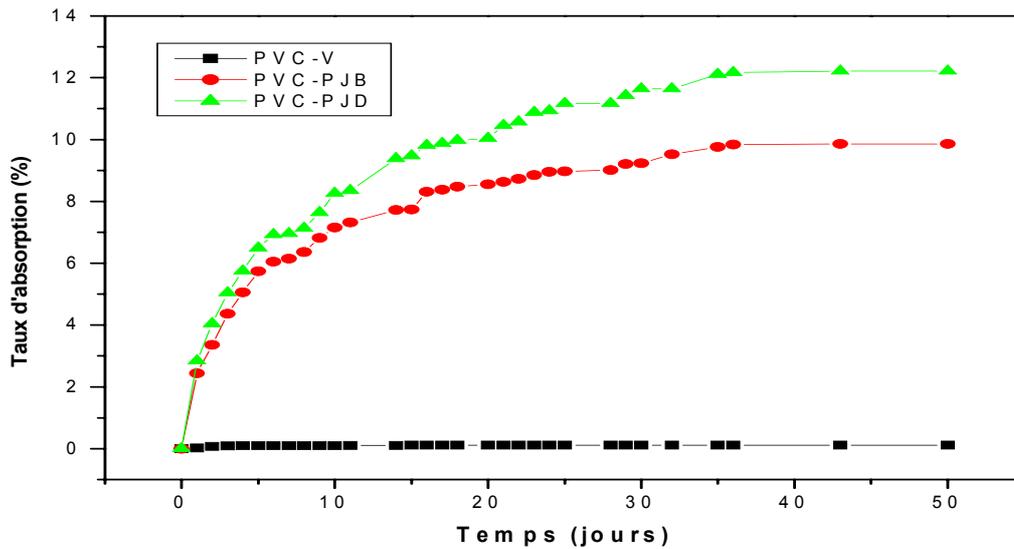
On remarque aussi que la vitesse d'absorption d'eau des composites est rapide dans l'intervalle de temps (0- 5 jours), puis elle diminue au fur et à mesure que le temps augmente jusqu'à la saturation où le taux d'absorption d'eau devient constant à partir du 35<sup>ème</sup> jour. Pour les formulations F1, F2, F3 et F4, on estime les taux de gonflements maximaux à 9.86, 12.21, 7.60 et 2.76 % respectivement. Pour le PVC vierge, on enregistre une très faible absorption d'eau due à la nature apolaire de ce polymère qui lui confère le caractère hydrophobe d'environ 0.0940% en 5 jours, et ne dépasse pas 0.117 % en 50 jours, ces résultats sont confirmés par les travaux de **A. Shakri et al (2009) [63]**, **A. Ashori et al (2010) [67]** et **H. Demir et al (2006) [90]**.



**Figure 39 :** Evolution du taux d'absorption d'eau des composites en fonction du temps (jours).

- **Effet du désencrage sur l'absorption d'eau.**

La figure 40 représente l'évolution du taux d'absorption d'eau des composites (PJB et PJD) en fonction du temps (jours), on peut constater clairement que le taux d'absorption des composites à fibre de PJD (12.22%) est plus grand que le taux d'absorption des composites à fibre de PJB (9.86%).



**Figure 40 :** Evolution du taux d'absorption d'eau des composites (PJB et PJD) en fonction du temps (jours).

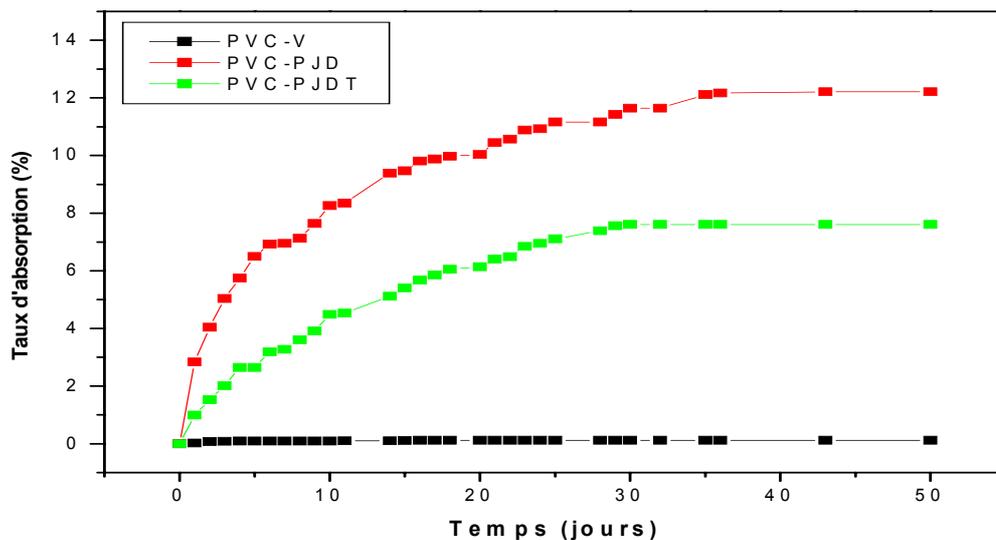
- **Effet du traitement chimique sur l'absorption d'eau.**

La figure 41, représente la variation du taux d'absorption d'eau des composites PJD et PJDT en fonction du temps d'immersion dans l'eau distillée à 23°C. On voit clairement que les taux d'absorption d'eau des composites PJDT sont nettement inférieurs à ceux des composites PJD. Ce résultat peut être attribué à la diminution de la concentration des groupements OH de la fibre. Lors de la modification, les groupements hydroxyles réagissent avec l'anhydride acétique par réaction d'estérification cela est confirmé par l'analyse IRTF.

Ce traitement a donc amélioré la compatibilité entre la fibre et la matrice, ce qui a engendré une bonne adhésion interfaciale, se traduisant par une diminution des microvides interfaciales, et par voie de conséquence une diminution du taux d'absorption d'eau de 4.61%. Ce résultat est en accord avec plusieurs travaux tel que :

**Panthapukkal et al (2007) [114]** qui ont étudié l'effet d'utilisation d'un comptabilisant (Acrylique ester et l'anhydride maléique) pour les composites PEHD /Fibre de paille de blé, sur le taux d'absorption d'eau des composites (40 jours), ce dernier diminue avec l'utilisation d'agent de comptabilisant. **A. Shakri et al (2009) [63]** ont comparé entre l'absorption d'eau des composite PP / fibres (30% papier journal + 10% verre) avec et sans agent de couplage (PP-g-MA), ils ont trouvé que l'utilisation de PP-g-MA fait diminué le taux d'absorption d'eau de 3.95 %. **A. Ashori et al (2010) [67]** ont observé que l'ajout de PP-g-MA au composite PP / fibre de papier journal (30%), fait diminué le taux d'absorption d'eau. **M.J.**

**John et al (2008) [115]** ont montré que les différents traitements chimiques de la fibre de coco conduit à la diminution de l'absorption d'eau de composite polyester / fibre de coco par rapport au composite non traité. **D. Pasquini et al (2008) [116]** ont trouvé que le traitement des fibres cellulosiques fait diminué l'absorption d'eau des composites PEBD / Cellulose. **V. Tserki et al (2005) [38]** ont utilisé trois types de farine (sapin, grignon d'olive et papier). Il est connu que les composites à base de fibre lignocellulosiques absorbent l'eau en causant des changements dimensionnels du matériau. Le taux d'absorption est de 6 % pour le composite polyester/ farine sapin non traitée, 3.2% pour le composite polyester/ farine de sapin traitée avec l'anhydride propionique et il est de 2.8 % pour le composite polyester/ farine traitée avec l'anhydride acétique. Le taux de farine utilisé pour la préparation des composites est de 30%. **H. Demir et al (2006) [90]** ont démontré que l'utilisation d'agent de couplage PP-g-MA et la modification chimique de la fibre par les silanes, conduit à la diminution de l'absorption d'eau des composite PP/Fibre de luffa (15%) de 28.4 % et 34.3 % respectivement comparé au composite non traité.



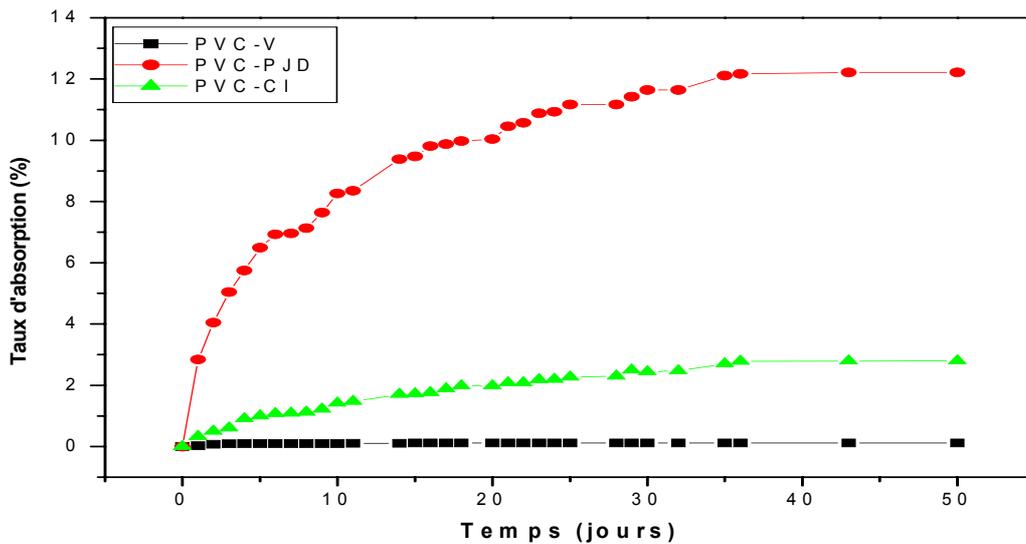
**Figure 41:** Evolution du taux d'absorption d'eau des composites (PJD et PJDT) en fonction du temps (jours).

- **La comparaison entre le taux d'absorption d'eau des composites PJD et CI**

La figure 42, représente la variation du taux d'absorption d'eau des composites PJD et CI en fonction du temps d'immersion dans l'eau distillée à 23°C. On voit clairement que les taux d'absorption d'eau des composites PJD sont absolument supérieurs à ceux des composites CI.

Ce résultat peut être attribué à la forme des fibres et sa composition. En effet la CI se disperse mieux dans la matrice, en revanche le PJD s'agglomère.

**A. Ashori et al (2010) [67]** ont fait une étude sur l'effet d'absorption d'eau des composites à matrice PP chargé avec deux types de fibres (papier journal et farine de bois) et un agent de couplage le PP-g-MA, le taux de charge utilisé est de 30%. Ils ont trouvé que le taux d'absorption des composites à fibre de papier journal est de 12.2%, alors que le taux d'absorption des composites à farine de bois ne dépasse pas 7.8% pendant 83 jours.



**Figure 42:** Evolution du taux d'absorption d'eau des composites (PJD et CI) en fonction du temps (jours).

### IV.2.3. Caractérisation mécaniques

L'effet du type de la fibre sur les propriétés mécaniques des composites a été étudié. Les caractéristiques mécaniques étudiées sont la contrainte à la rupture ( $\sigma$ ), l'allongement à la rupture ( $\epsilon_r$ ) et le module d'Young (E).

#### IV.2.3.1. Test de traction

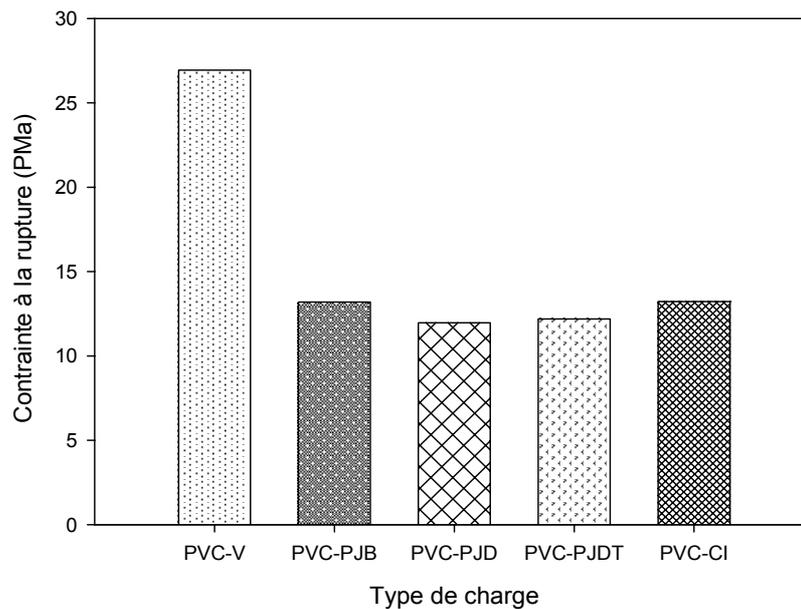
##### IV.2.3.1.1. La résistance à la traction

L'évolution de la résistance à la rupture des composites en fonction du type de charge est illustrée sur la figure 43. On constate une diminution de la contrainte à la rupture des composites chargés comparé au PVC non chargé. Cette baisse est évaluée à 45.80, 55.60, 54.75 et 50.93 % pour les formulations  $F_1$ ,  $F_2$ ,  $F_3$  et  $F_4$  respectivement. Ces résultats sont prévisibles et sont en accord avec beaucoup de travaux. **Djidjelli et al [117]** et **Kaci et al**

[54] qui ont attribué cette baisse à la diminution de la force de liaison entre la fibre et la matrice qui obstrue la propagation d'effort.

En comparant la résistance à la traction des composites PJD et CI, on remarque que les composites avec CI ont la plus grande résistance à la traction (13.22 MPa) comparé avec les composites avec PJD (11.96 MPa). Ce résultat est confirmé par **A. K. Bledzki et al (2009) [118]** qui ont fait une étude comparative entre deux types de fibres (cellulose et abaca) et deux matrices PP et PLA à 30% de charge. La résistance à la traction des composites avec la cellulose est plus grande que celle des composites avec abaca pour les deux matrices (PP et PLA). **Alireza Ashori et al (2010) [119]** ont utilisé deux types de fibres (farine de bois et la cellulose microcristalline), les composites PP/ farine de bois (32%) + cellulose microcristalline (8%) ont une contrainte à la rupture la plus élevée que les composites PP/ farine de bois (40%).

Après traitement chimique du PJD la résistance à la traction des composites augmente légèrement, ce résultat est en parfaite accord avec la littérature. **P. Threepopnatkul et al(2009) [50]** qui ont travaillé sur les composites PC / fibre de feuille d'ananas. La résistance à la traction des composites à fibre traitée avec NaOH,  $\gamma$  aminopropyl trimethoxy silane et  $\gamma$ -methacryloxy propyl trimethoxy silane, est légèrement plus grande que celle des composites à fibre non traitée. **F. Vilaseca et al (2010) [91]** ont démontré que l'utilisation d'un agent de couplage PP-g-MA pour les composites PP/Fibre de bananier, fait augmenter la résistance à la traction des composites par rapport au composite non traité.

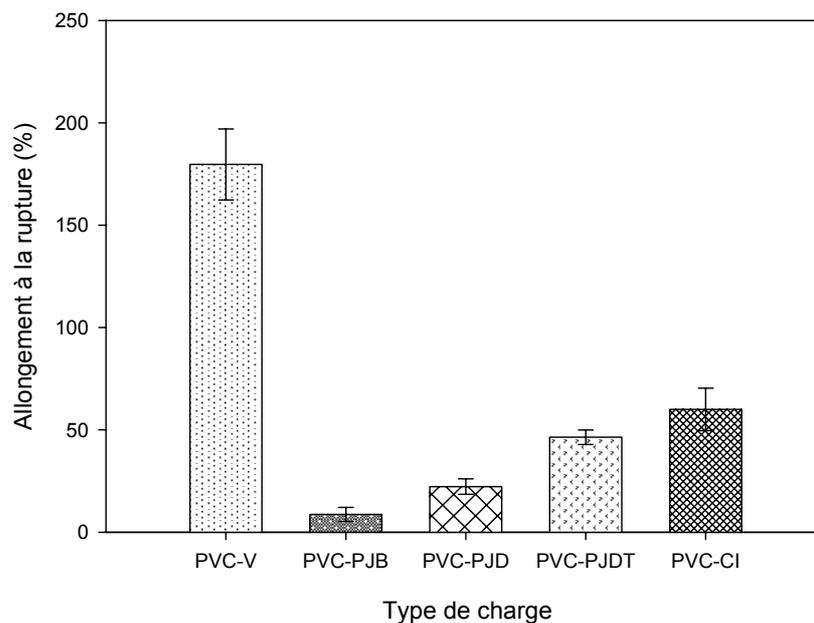


**Figure 43 :** Evolution de la contrainte à la rupture des composites en fonction du type de charge

#### IV.2.3.1.2. L'allongement à la rupture

L'évolution de l'allongement à la rupture des composites en fonction du type de charge ajoutée est illustrée sur la figure 44. On remarque que la tendance de l'ensemble des formulations en fonction du type de charge, est caractérisée par une baisse de l'allongement à la rupture. En effet, une baisse de 95.63 % et de 87.53 % ont été enregistrée sur les échantillons composites PVC-PJB et PVC-PJD respectivement. En revanche, pour les composites élaborés avec le PJDT, cette diminution est très légère comparée au composite PVC/PJD, les composites traités ont enregistré un gain de 51.74% par rapport aux composites non traités. Cette augmentation est principalement attribuée à une meilleure dispersion de la fibre. Les résultats sont en accord avec ceux obtenus par **S. M. Luz (2008) [78]** qui ont travaillé sur les composites PP fibre cellulosiques (80/20). L'acétylation de la cellulose fait augmenter l'allongement à la rupture de 17.80% par rapport à la fibre non traitée. L'étude de **Magnus Bengtsson et al (2006) [120]** montre que l'allongement à la rupture du composite PE/ farine de bois augmente significativement avec le traitement de la farine de bois avec le vinyltriméthoxysilane. **F. Vilaseca et al (2010) [91]** ont démontré que le traitement de la fibre de bananier avec le PP-g-MA, fait augmenter l'allongement à la rupture des composites (PP/fibre de bananier) par rapport au composite non traité. **T. Yu et al (2010) [75]** ont trouvé

que le traitement alcalin et par les silanes des fibres de ramie, conduit à l'augmentation de l'allongement à la rupture des composites PLA/ramie. Par ailleurs on peut constater un gain d'allongement (62.68%) pour les composites PVC/CI par rapport aux composites PVC/PJD. Cette augmentation peut être expliquée par la taille des fibres et la composition du PJD qui renferme une certaine quantité de lignine, Ces résultats sont confirmés par les travaux de **J. E. Crespo et al (2007) [121]** sur les composites PVC/ cellulose à différentes tailles.



**Figure 44:** Evolution de l'allongement à la rupture des composites en fonction du type de charge.

#### IV.2.3.1.3. Module d'Young

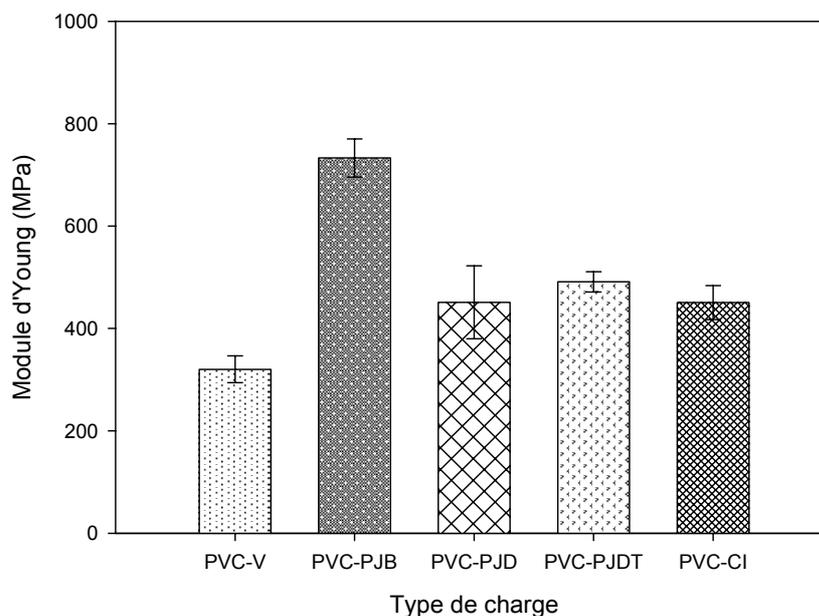
L'évolution du module d'Young des composites en fonction du type de charge ajoutée est illustrée sur la figure 45. On peut voir clairement que l'introduction de la charge dans la matrice PVC augmente la rigidité des composites de 53.45, 29.10, 34.79 et 28.90 % pour les formulations F<sub>1</sub>, F<sub>2</sub>, F<sub>3</sub> et F<sub>4</sub> respectivement.

Les composites PVC-PJB ont le plus grand module d'Young (688 MPa) comparé avec les composites PVC-PJD et PVC-CI (451.19 et 450,63 MPa) respectivement, le même résultat est trouvé par **M. S. Huda et al (2004) [103]** qui ont travaillé sur les composites PLA/ fibre

de cellulose (fibre blanche 99.6% en cellulose et fibre du papier journal brut 75% en cellulose).

Les composites PVC-PJD ont un module d'Young légèrement plus grand que celui des composites PVC-CI, le même résultat est trouvé par **A. K. Bledzki et al (2009) [117]**.

Le traitement chimique de la FPJD fait augmenté légèrement le module d'Young des composites (8%) comparé au composites avec fibre non traitée. Ce résultat est en accord avec les travaux de **L. M. Matuana et al (1998) [122]** qui ont trouvé que le module d'Young des composites PVC/ Fibre de papier journal augmente après traitement chimique de la fibre avec l'aminosilane de 3.14 à 3.56 GPa. **Alireza Ashori (2009) [123]** qui a travaillé sur les composites PP/ FPJ et la modification chimique avec le PP-g-MA, fait augmenté le module des composites. **Md. R. Rahman et al (2009) [124]**, **V. Tserki et al (2006) [89]**, **M.S. Islam et al (2010) [94]**, **S.L. Fávoro et al (2010) [73]** et **M.J. John et al (2010) [125]**.



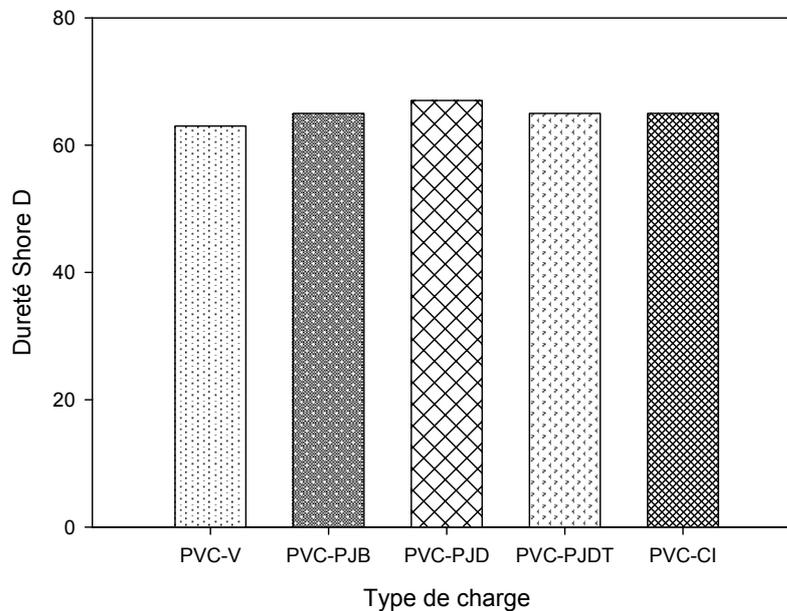
**Figure 45:** Evolution du module d'Young des composites en fonction du type de charge

#### IV.2.3.2. Test de Dureté Shore D

L'évolution de la dureté en fonction du type de fibre pour les différents composites est illustrée sur la figure 46. Nous pouvons observer que l'incorporation de la fibre dans la matrice de PVC est accompagnée d'une augmentation de la dureté des composites PVC-PJB, PVC-PJD, PVC-PJDT et PVC-CI de 2, 4, 2, 2 respectivement. Ce résultat est prévisible, car la

la fibre du papier journal 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 5.97% pour les composites PVC-PJD, ce résultat est confirmé par **Baroulaki et al [45]**, et 3.07 % pour les autres composites comparés au PVC vierge. Comme on constate une diminution de la dureté des composites traités avec l'anhydride acétique comparée à celle des composites non traités. Cette diminution peut être attribuée à une meilleure dispersion de la fibre dans la matrice de PVC, ce résultat est confirmé par **S.Th. Georgopoulos et al (2005) [39]**.

Par contre **S. Sangthong et al (2009) [126]** ont trouvé que le traitement chimique de la fibre de sisal fait augmenter la dureté shore D des composites à base de polyester, par rapport au composite non traité.

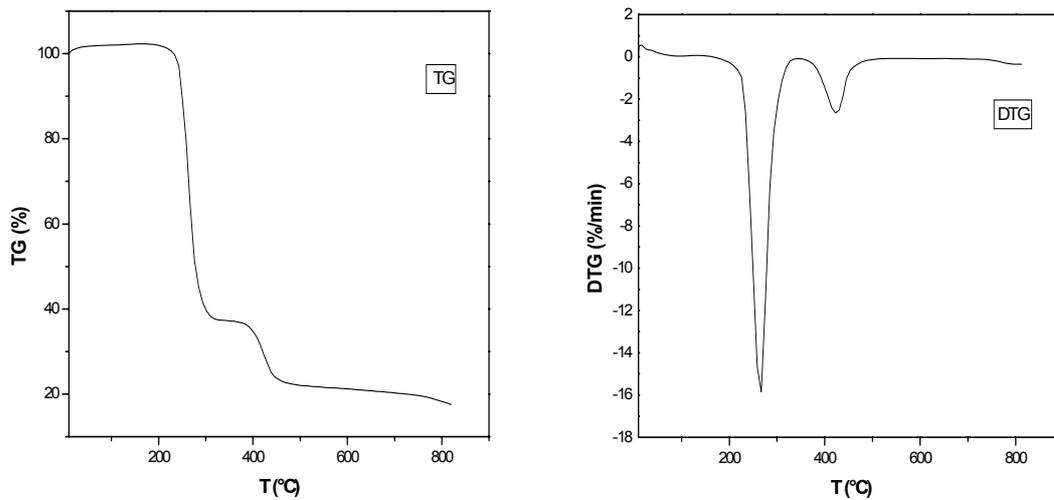


**Figure 46:** Variation de la dureté des composites en fonction du type de charge.

#### IV.2.4. Caractérisations thermiques

##### IV.2.4.1. Comportement thermique de la matrice PVC

Les thermogrammes TG et DTG de la matrice PVC sont représentés sur la figure 47. Le thermogramme TG nous permettent de déterminer la température de début de décomposition ( $T_d$ ) de la matrice, cette dernière est égale à 234.3 °C, selon **N. Burgos et al (2009) [127]** La température de début de décomposition du PVC plastifié avec le Di-(isononyl) phthalate (DINP) et le di-(isononyl) cyclohexane-1,2-dicarboxylate (DINCH) est de 244 et 250 °C respectivement.



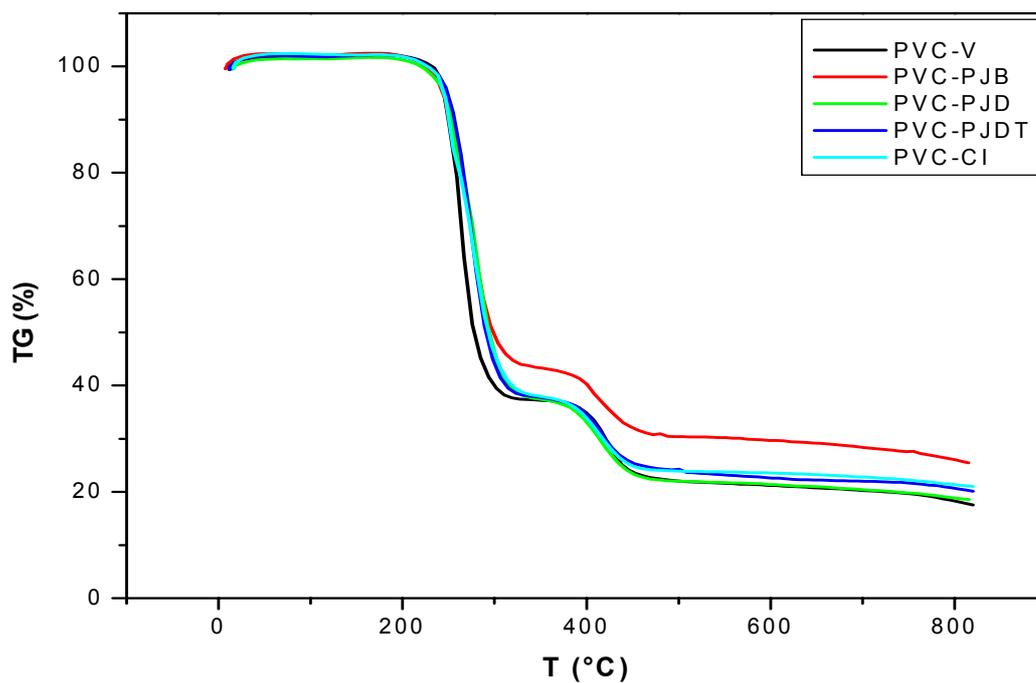
**Figure 47 :** Thermogrammes TG et DTG de la matrice PVC.

Le thermogramme DTG de la matrice, enregistre une température de décomposition maximale ( $T_{max} = 267.1 \text{ °C}$ ) à laquelle la vitesse de perte de masse est la plus élevée  $15.85 \text{ %/min}$ . **Y. Soudais et al (2007) [128]** ont trouvé la même vitesse maximale de perte de masse  $15.5 \text{ %/min}$  mais une température  $T_{max} = 283 \text{ °C}$ . D'après la bibliographie, la première perte de masse entre  $241\text{-}336 \text{ °C}$  est due principalement au dégagement de HCl et la perte du plastifiant. La formation des doubles liaisons polyéniques conjuguées donne naissance à un autre polymère qui est le polyacétylène, stable thermiquement et qui ne subit le craquage qu'à partir de  $401 \text{ °C}$ .

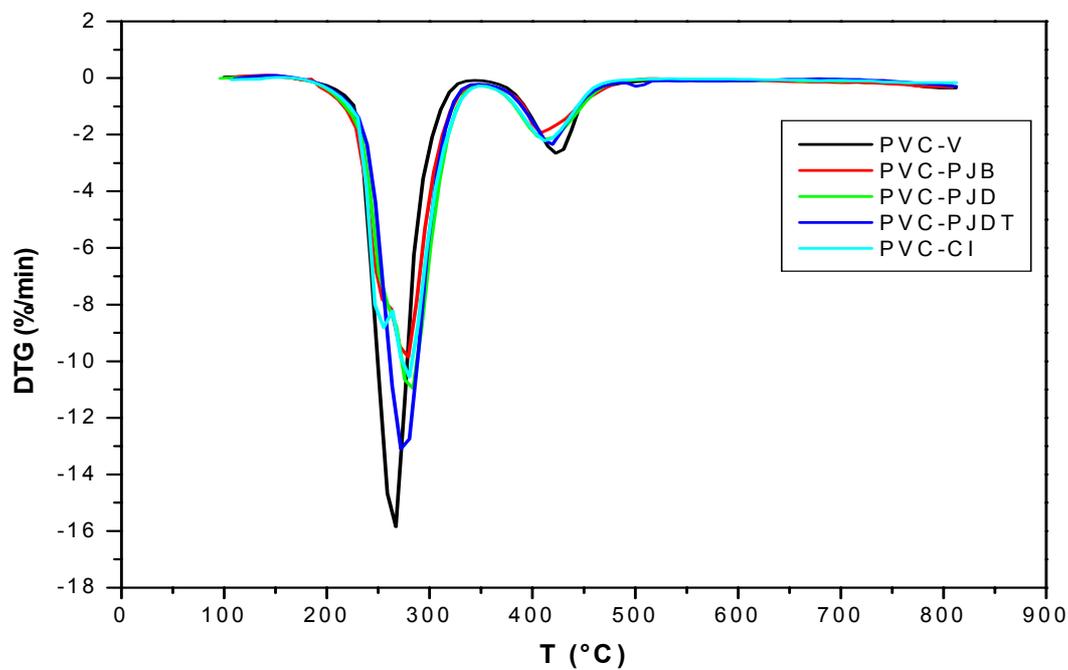
#### IV.2.4.2. Comportement thermique des composites

Les données de l'analyse TG-DTG des différents échantillons sont représentées en annexe. Leurs traitements ont donné lieu aux résultats présentés sur les thermogrammes TG de la figure 48 et les thermogrammes DTG de la figure 49. L'allure des thermogrammes TG des différents composites est identique pour la matrice et les composites. En effet, ils enregistrent tous trois paliers de stabilité thermique où l'échantillon est stable thermiquement et deux pertes de masse (une très importante et une autre très faible).

Plusieurs propriétés thermiques importantes sont tirées de ces données, telles que la température de début de décomposition, pourcentage de perte de masse dans la première phase, température et la vitesse de perte de masse maximale et le taux de résidu. Ces propriétés sont résumées sur le tableau 23.



**Figure 48:** Thermogrammes ATG des composites PVC-V, PVC-PJB, PVC-PJD, PVC-PJDT et PVC-CI.



**Figure 49 :** Thermogrammes DTG des composites PVC-V, PVC-PJB, PVC-PJD, PVC-PJDT et PVC-CI.

**Tableau 23** : Comparaison du comportement thermique des différents composites et la matrice PVC.

Echantillon	Température de début de décomposition (°C)	Température et vitesse max de perte de masse (°C) et (%/min)	1 <sup>er</sup> phase de perte de masse (%)	Taux de résidu (%)
PVC-V	234.3	T = 267.1 V = 15.85	35.94	17.55
PVC-PJB	228.4	T = 278.9 V = 9.85	35.415	25.46
PVC-PJD	224.6	T = 284.0 V = 10.96	39.83	18.54
PVC-PJDT	230.6	T = 271.9 V = 13.09	26.97	20.10
PVC-CI	230.0	T = 280.3 V = 10.56	37.99	21.03

D'après les résultats obtenus, on remarque que la température de début de décomposition de la matrice PVC est légèrement élevée que celles du PVC-PJDT, PVC-PJB, PVC-PJD et PVC-CI. En dehors de cette température de début de décomposition, les échantillons composites présentent un comportement thermique plus stable que le PVC. En effet on peut voir clairement une diminution de la vitesse de décomposition maximale des composites par rapport à celle de la matrice PVC et nous enregistrons un décalage du pic de la vitesse maximale vers les plus hautes températures, signe d'une meilleure stabilité thermique. A titre d'exemple :

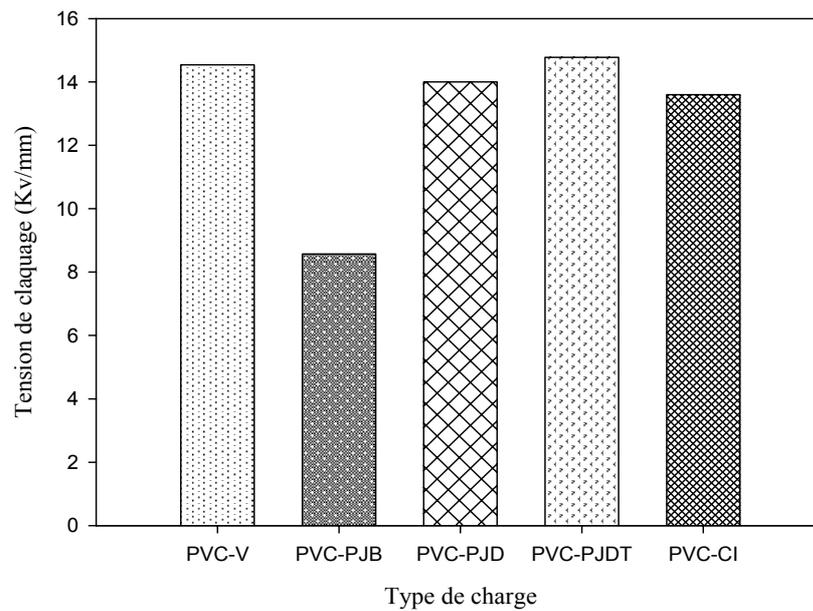
Tmax PVC : 267.1°C et Vmax : 15.85 % / min.

Tmax PVC-PJD : 284.0°C et Vmax : 10.96 % / min.

#### IV.2.5. Caractérisation diélectriques

##### IV.2.5.1. Tension de claquage

La figure 50 représente l'évolution de la tension de claquage en fonction du type de charge. L'introduction de la fibre de PJB détériore la propriété diélectrique par la diminution de la tension de claquage en passant de 14.54 Kv/mm pour le PVC à 8.57 Kv/mm pour le PVC-PJB. En revanche le désencrage et le traitement de la fibre avec l'anhydride acétique améliorent cette propriété.



**Figure 50:** Evolution de la tension de claquage en fonction du type de charge.

#### IV.2.5.2. Permittivité

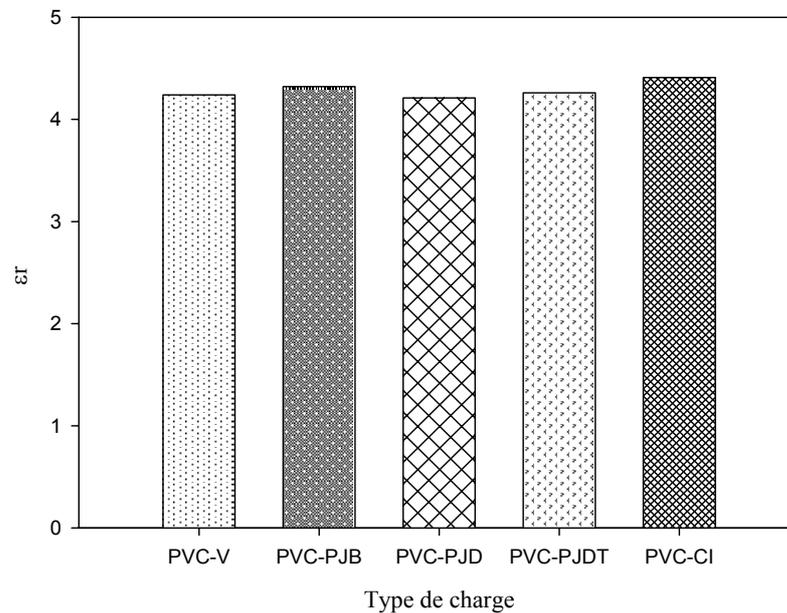
D'après la figure 51, qui représente l'évolution de la permittivité en fonction du type de charge. On constate une augmentation de la permittivité des composites PVC-PJB, PVC-PJDT et PVC-CI comparé au PVC vierge, par contre la permittivité du composite PVC-PJD a subit une petite diminution.

Cette augmentation a été expliquée par **Chen Y. et al (2003) [129]** comme augmentation du moment dipolaire des composites due aux groupes polaires dans le matériau de remplissage (fibre). **C. Y. Lai et al (2005) [130]** ont observé la même tendance pour des composites PP/ fibre de noix de coco. La permittivité du polypropylène pur était 2.5, et celle des composites à 30% de fibres ont atteint une valeur de 2.56.

**S. Shinoj et al (2010) [131]** ont étudié les propriétés diélectriques des composites PEBD/ fibre de p (10, 20, 30, 40 et 50%), ils ont trouvé que la permittivité des composites augmente en fonction du taux de charges. Par contre le traitement alcalin des fibres engendre une diminution de la permittivité des composites.

Une étude a été réalisé par **M. Jacob et al (2006) [132]** sur les propriétés diélectriques des composites à matrice de caoutchouc et chargé avec les fibres de sisal et fibre de palmier. Ils ont signalé que la modification chimique des fibres a comme conséquence l'abaissement de la permittivité. Ceci a été attribué à la diminution de la polarisation d'orientation des

composites contenant les fibres traitées et également la réduction de hydrophilicité des fibres menant à l'abaissement de la polarisation.

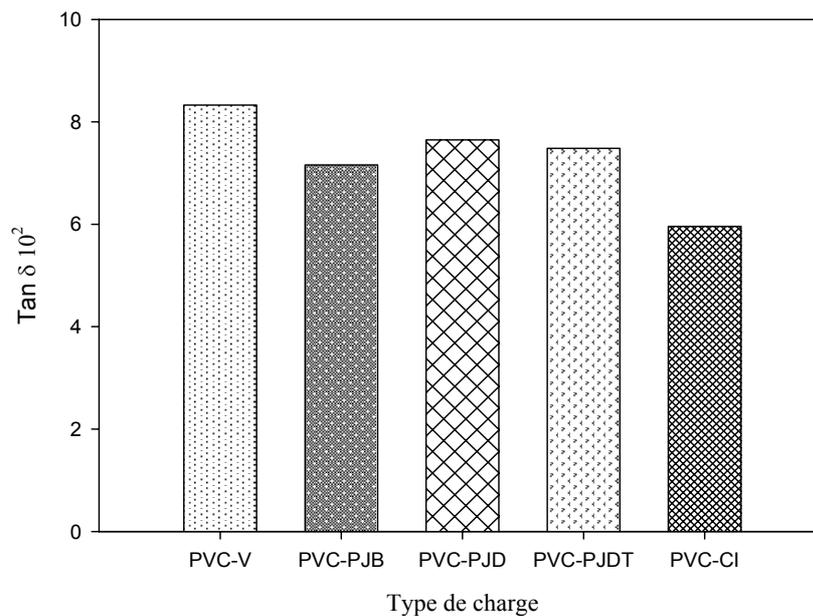


**Figure 51:** Evolution de la permittivité en fonction du type de charge.

#### IV.2.5.3. Pertes diélectriques

L'évolution des pertes diélectriques des composites en fonction du type de charge est illustrée sur la figure 52. On remarque que les pertes diélectriques des composites PVC-PJB, PVC-PJD, PVC-PJDT et PVC-CI diminuent de 14 %, 8.15 %, 10.13% et 28.45 % respectivement comparé au PVC vierge,

**F. Ciuprina et al (2010) [133]** ont étudié les propriétés diélectriques du PVC, ils ont trouvé que les pertes diélectriques ( $\tan \delta$ ) diminuent en augmentant la fréquence (pour les fréquences  $10^{-2}$ , 1 et  $10^6$  HZ ils ont trouvé que la  $\tan \delta$  égale à 1.12, 0.125 et 0.031 respectivement.



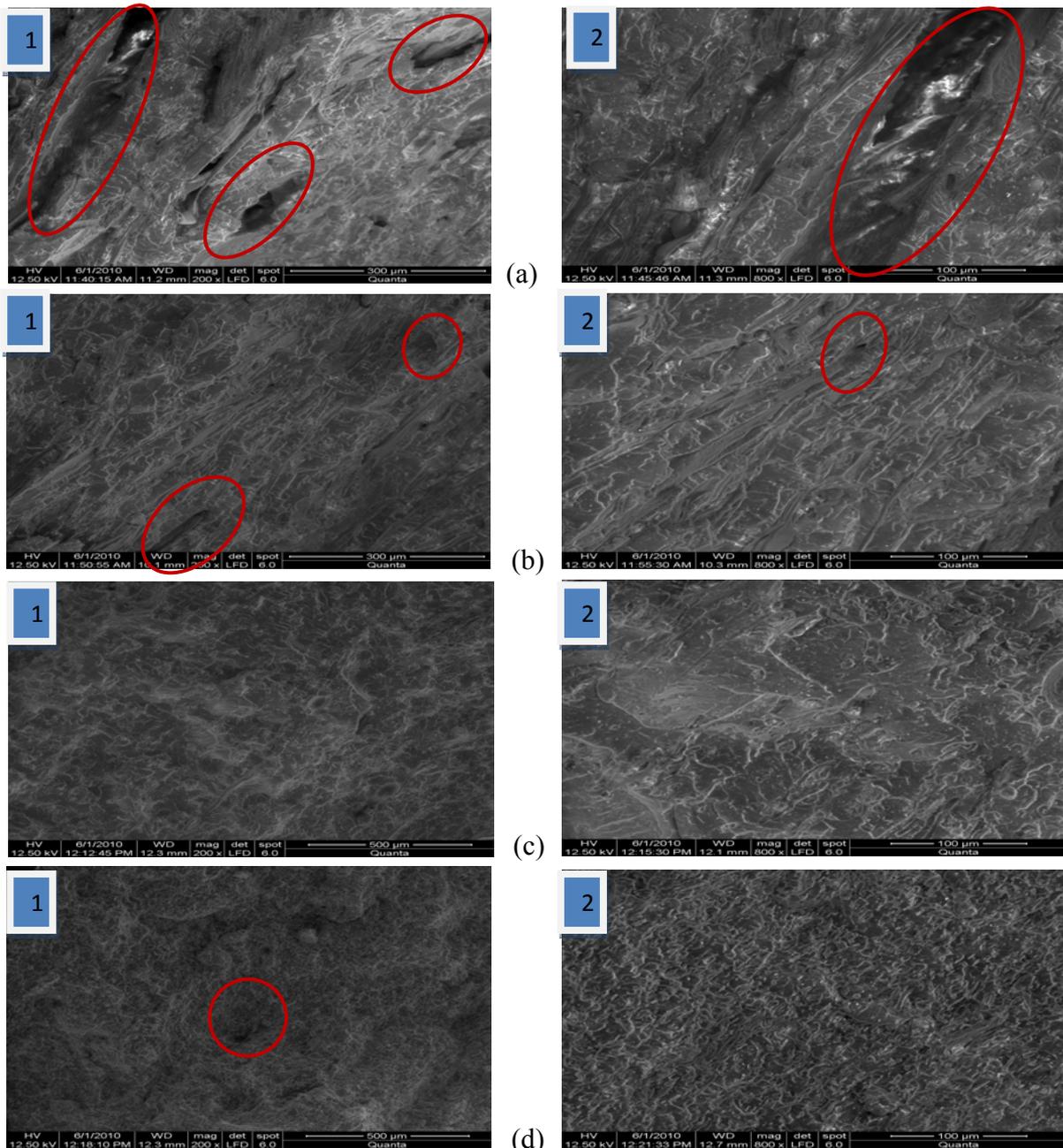
**Figure 52 :** Evolution des pertes diélectriques ( $\tan \delta$ ) en fonction du type de charge.

#### IV.2.6. Analyse morphologique (MEB)

L'effet du désencrage et du traitement chimique de surface de la fibre du papier journal avec l'anhydride acétique sur l'interface PVC/PJ a été étudié en examinant les surfaces fracturées avec le microscope électronique à balayage (MEB) et les images obtenues sont illustrées sur la figure 53. Pour les composites avec PJB (a) on remarque la présence de beaucoup de vides et de cavités sur la surface signifiant que les particules de la FPJB ont été complètement retirées de la matrice PVC lors de la fracture. Ceci peut s'expliquer par la mauvaise adhésion interfaciale et la différence dans les énergies (ou polarité) de la surface libre de la charge et du polymère. **Sonia M.B. Nachtigall et al [70]**.

Les figures b qui représentent les images du MEB des composites du papier journal désancré (PJD), elles montrent une surface plus homogène par rapport aux composites avec PJB avec moins de vides et de cavités et que les particules de la fibre du PJD adhèrent bien avec la matrice de PVC. Cette adhésion est due au bon mouillage entre les particules de la fibre et la matrice. Cependant, les figures c qui représentent les images du MEB des composites avec FPJDT, elles montrent une surface plus homogène qui se traduit par une meilleure dispersion des particules de la fibre et par la diminution de l'énergie et de la polarité de la charge avec l'utilisation de l'anhydride acétique, qui améliorent la compatibilité entre la fibre et la matrice.

M.S. Islam et al (2010) [94] ils ont étudié la morphologie extérieure des surfaces des composites PP/ fibre de coco. Ils ont constaté la formation d'agglomérats, résultant de manque d'interaction et de détachement de fibre dans les images de MEB des composites non traités. Ceci implique qu'il y a une mauvaise adhésion entre la matrice et la fibre. D'une part, Les composites à fibres de coco traitées chimiquement ne montrent presque aucun signe d'agglomération et de micro-vides de fibre dans la surface fracturée du composite



**Figure 53:** Images du microscope électronique à balayage des composites 1)\*200, 2)\*800. (a) PVC-PJB, (b) PVC-PJD, (c) PVC-PJDT, (d) PVC-CI.

# Conclusion

## Conclusion

Au cours de cette étude consacrée à la valorisation des déchets lignocellulosiques. Un intérêt particulier a été porté au papier journal, comme charge dans la fabrication des matériaux composites à matrice poly (chlorure de vinyle) avec un taux de charge de 20 %.

Nous nous sommes intéressés particulièrement au problème d'adhésion à l'interface fibre /matrice. Par ailleurs, deux modes de traitement ont été choisis. Le premier traitement consiste au désencrage du papier journal. Le deuxième est une modification de surface de la FPJD par l'anhydride acétique. La mise en évidence de la modification a été examinée par l'analyse IRTF, DRX et l'impact des traitements sur les propriétés physico-mécaniques, thermiques et morphologique des composites ont été de même étudiés.

### ➤ **La caractérisation du papier journal après désencrage :**

L'analyse spectrale IRTF montre la diminution de la bande à  $1434\text{ cm}^{-1}$  qui correspond au groupement  $-\text{CH}_2\text{OH}$  de l'encre, des bandes d'absorptions d'intensité moyenne pour PJD situées aux environs de  $1740\text{ cm}^{-1}$ ,  $1520\text{ cm}^{-1}$ ,  $1260\text{ cm}^{-1}$  qui correspondent aux bandes de la lignine, ce que peut être expliqué par la diminution du taux de la lignine après désencrage. La DRX a révélé l'augmentation du taux de cristallinité de la FPJD. Par ailleurs la FPJB est plus stable thermiquement que la FPJD.

### ➤ **La caractérisation de la fibre du papier journal traitée avec l'anhydride acétique :**

Le taux de groupement d'acétyle évalué par la méthode classique du titrage chimique est estimé à 22.58 %. Les résultats de l'analyse IRTF ont permis de confirmer la réaction d'acétylation, par la diminution de la bande d'absorption à  $3370\text{ cm}^{-1}$  caractéristique des groupements hydroxyles, et l'apparition des bandes d'absorptions situées aux environs de  $1752\text{ cm}^{-1}$ ,  $1244\text{ cm}^{-1}$  et  $1375\text{ cm}^{-1}$  caractéristique des vibrations des groupements après acétylation. Le taux de cristallinité a diminué après acétylation.

A la lumière des résultats de L'analyse thermique TG-DTG nous pouvons conclure que la FPJDT est légèrement plus stable thermiquement que la FPJD.

➤ **La caractérisation des différents composites élaborés :**

Les différentes caractérisations physico-chimiques des composites PVC/PJ non traité et traité ont donné lieu à plusieurs conclusions :

La première conclusion concerne le taux d'absorption d'eau qui dépend du temps d'immersion dans l'eau, du type de traitement et la composition de la fibre.

Le comportement mécanique des composites PVC/FPJ montre que la contrainte et l'allongement à la rupture des composite diminue par comparaison au PVC non chargé. Alors que le module d'élasticité et la dureté shore D croient.

Après l'acétylation le module d'Young et l'allongement à la rupture augmente, par contre la contrainte à la rupture reste presque inchangée.

Pour les propriétés thermiques, nous pouvons classer nos différents matériaux par ordre croissant de stabilité comme suit : PVC-PJDT < PVC-PJD < PVC-CI < PVC-PJB.

L'analyse par le MEB, s'avère comme une méthode pertinente pour vérifier la dispersion de la fibre dans les composites et les micrographes MEB des différents échantillons analysés indiquent clairement que les composites PVC-PJDT présentent une meilleure adhésion interfaciale comparée aux composites PVC-PJD et PVC-PJB.

## **Perspectives**

Pour compléter et développer mieux cette étude nous recommandons d'étudier :

- ❖ La comparaison entre différents traitements ;
- ❖ Les tests diélectriques en fonction de la fréquence et en fonction de la température ;
- ❖ Le vieillissement des composites.

# Annexe

➤ De la matrice PVC et des composites (PJB, PJD, PJDT et CI)

PVC (F0)			PVC/PJB (F1)			PVC/PJD (F2)		
T (°C)	TG (%)	DTG (%/min)	T (°C)	TG (%)	DTG (%/min)	T (°C)	TG (%)	DTG (%/min)
10,6	99,941	-	7,7	99,661	-	16,3	99,631	-
10,6	99,868	-0,0470	7,7	99,593	-0,1304	15,8	99,596	-0,1092
10,6	99,868	-0,300	7,7	99,593	-0,0244	15,5	99,579	-0,0494
10,6	99,824	-0,0246	7,7	99,593	-0,0262	15,0	99,509	-0,0449
10,5	99,824	-0,0244	7,7	99,570	-0,0274	14,7	99,473	-0,0081
10,3	99,781	-0,0158	7,7	99,525	-0,0185	14,4	99,473	0,0974
10,1	99,781	0,0800	7,7	99,525	0,1156	14,5	99,631	0,2401
10,3	99,883	0,3242	7,9	99,638	0,5690	16	99,895	0,3563
12,1	100,307	0,5354	9,8	100,475	0,9945	19,1	100,211	0,4139
17,2	100,819	0,5571	16,4	101,426	0,9425	24,2	100,579	0,4103
26,4	101,272	0,3453	27,4	102,082	0,5878	31,4	100,913	0,3447
37,8	101,580	0,3071	41,4	102,376	0,2359	40,8	101,211	0,2514
50,9	101,755	0,1880	55,7	102,444	-0,0000	50,9	101,334	0,1562
64,3	101,887	0,1069	69,9	102,376	-0,1112	62,0	101,422	0,0719
77,4	101,931	0,0574	83,0	102,240	-0,1197	73,7	101,474	0,0134
89,2	101,975	0,0329	94,5	102,172	-0,0667	85,2	101,436	-0,0106
100	102,004	0,0321	104,8	102,127	0,0010	96,0	101,457	-0,0065
110,1	102,018	0,0451	114,5	102,172	0,0506	106,6	101,474	0,0088
119,4	102,062	0,0592	123,4	102,218	0,0778	116,9	101,439	0,0277
128,3	102,135	0,0666	132,2	102,263	0,0937	126,3	101,474	0,0427
137,1	102,194	0,0689	141	102,376	0,0977	135,6	101,527	0,0517
145,9	102,238	0,0590	149,8	102,444	0,0863	144,9	101,580	0,0560
154,7	102,282	0,0379	158,4	102,512	0,0551	153,9	101,632	0,0528
163,5	102,326	0,0070	167,2	102,512	0,0006	162,7	101,685	0,0245
172,6	102,282	-0,0408	176,1	102,512	-0,0783	171,8	101,668	-0,0219
181,7	102,238	-0,0997	184,9	102,444	-0,0268	180,8	101,632	-0,0902
190,7	102,150	-0,171	193,5	102,172	-0,3228	189,6	101,527	-0,1890
199,5	101,96	-0,2632	202,3	101,901	-0,5137	198,3	101,316	-0,3430
208,4	101,711	-0,3986	211,0	101,358	-0,7700	207,2	100,948	-0,5785
217,2	101,316	-0,6139	219,7	100,679	-1,1303	215,9	100,369	-0,9026
225,7	100,702	-0,9641	228,4	99,547	-1,7615	224,6	99,473	-1,3259
234,3	99,737	-2,6094	237,1	97,850	-3,5578	233,3	98,192	-1,9829
242,8	97,192	-6,5349	245,7	94,094	-6,4643	242,0	96,314	-3,9795
250,6	89,016	-10,6405	254,0	86,694	-7,8245	250,5	91,890	-6,9094
258,8	79,275	-14,6681	262,5	80,606	-8,1538	258,9	84,466	-8,0054
267,1	64,063	-15,8472	270,8	73,591	-9,4734	267,4	78,357	-8,7715
275,9	51,470	-11,3237	278,9	64,585	-9,8530	275,7	70,265	-10,6590
284,7	45,210	-6,2374	287,2	56,619	-7,9152	284,0	60,172	-10,9607
293,5	41,597	-3,5542	295,6	51,324	-5,2846	292,4	51,448	-8,7470
302,1	39,462	-2,0852	303,9	47,952	-3,3303	301,0	45,533	-5,8697
310,5	38,219	-1,1215	312,1	45,870	-2,0281	309,3	41,829	-3,6255
319	37,648	-0,4992	320,3	44,671	-1,1464	317,6	39,600	-2,0768
327,3	37,443	-0,1996	328,4	43,992	-0,6046	325,9	38,459	-1,0818
335,4	37,341	-0,1055	336,5	43,720	-0,3454	333,9	37,897	-0,5357
343,3	37,297	-0,0897	344,4	43,449	-0,2662	341,7	37,599	-0,3127

351,3	37,209	-0,1020	352,4	43,245	-0,2656	349,7	37,406	-0,2707
359,2	37,122	-0,1387	360,4	43,041	-0,3077	357,4	37,177	-0,3129
367,2	36,990	-0,2144	368,4	42,770	-0,3805	365,4	36,862	-0,4190
375,2	36,785	-0,3398	376,4	42,408	-0,5008	373,3	36,493	-0,6062
383,1	36,463	-0,5640	384,5	41,955	-0,6898	381,4	35,896	-0,9165
391,2	35,893	-0,9311	392,5	41,276	-1,0523	389,3	34,966	-1,3331
399,2	34,928	-1,3994	400,3	40,281	-1,6313	397,3	33,702	-1,7587
407,2	33,553	-1,9142	408,2	38,470	-1,9295	405,2	32,052	-2,0602
415,0	31,768	-2,4083	416,2	36,931	-1,8062	412,9	30,226	-2,1623
422,5	29,413	-2,6583	424,2	35,528	-1,6410	420,4	28,401	-2,0964
430,3	27,278	-2,5218	432,1	34,193	-1,4433	428,0	26,698	-1,8899
438,0	25,143	-1,8552	439,9	33,062	-1,1732	435,8	25,224	-1,5636
445,5	24,133	-1,0482	447,9	32,247	-0,8951	443,7	24,118	-1,1850
453,1	23,519	-0,6465	456,1	31,613	-0,6660	452,0	23,275	-0,8167
460,7	23,080	-0,4746	464,2	31,093	-0,4853	460,5	22,749	-0,5132
468,5	22,729	-0,3535	472,1	30,776	-0,3222	469,1	22,433	-0,3038
476,3	22,510	-0,2616	480,2	30,959	-0,1925	477,6	22,275	-0,1800
484,2	22,334	-0,1955	488,3	30,482	-0,1155	486,1	22,117	-0,1160
492,2	22,159	-0,1536	496,3	30,414	-0,0735	494,3	22,064	-0,0856
500,1	22,042	-0,1269	504,2	30,369	-0,441	502,5	21,976	-0,0654
508,1	21,939	-0,1035	512,3	30,346	-0,0256	510,7	21,959	-0,0508
516,3	21,896	-0,0912	520,2	30,346	-0,0206	518,9	21,906	-0,0440
524,7	21,808	-0,0854	528,2	30,346	-0,0276	527,0	21,854	-0,0442
533,3	21,720	-0,0789	536	30,278	-0,0423	535,2	21,801	-0,0457
541,8	21,676	-0,0749	543,7	30,210	-0,0625	543,2	21,801	-0,0428
550,2	21,603	-0,0716	551,3	30,210	-0,0860	551,2	21,766	-0,0283
558,7	21,545	-0,0716	559,1	30,075	-0,0941	559,2	21,696	-0,0370
567,0	21,457	-0,0711	567,0	30,075	-0,0913	567,0	21,661	-0,0744
575,4	21,457	-0,0773	574,8	29,939	-0,0929	574,9	21,608	-0,0776
583,2	21,369	-0,0808	582,5	29,871	-0,0935	582,5	21,590	-0,0767
590,6	21,325	-0,0807	590,3	29,803	-0,0947	589,8	21,538	-0,0844
598,1	21,237	-0,0820	598,2	29,690	-0,0927	597,2	21,415	-0,0892
606,1	21,193	-0,0847	606,1	29,667	-0,0935	604,7	21,380	-0,0947
614,1	21,106	-0,0855	614,0	29,599	-0,0961	612,4	21,274	-0,0907
622,2	21,018	-0,0843	621,9	29,464	-0,0911	620,5	21,222	-0,0896
630,2	20,974	-0,0831	629,7	29,396	-0,0959	628,6	21,116	-0,0818
638,2	20,886	-0,0808	637,6	29,328	-0,1106	636,6	21,064	-0,0642
646,0	20,799	-0,0803	646,1	29,192	-0,1233	644,6	21,046	-0,0630
654,0	20,755	-0,0801	654,7	29,124	-0,1268	652,5	20,958	-0,0868
662,0	20,667	-0,0885	662,9	28,988	-0,1310	660,3	20,906	-0,1042
670	20,608	-0,0928	670,7	28,875	-0,1394	668,0	20,783	-0,1095
677,8	20,535	-0,0931	678,0	28,785	-0,1393	675,8	20,695	-0,1062
685,5	20,448	-0,0955	685,5	28,649	-0,1413	683,8	20,625	-0,1025
693,3	20,360	-0,1019	692,9	28,536	-0,1534	692,1	20,520	-0,1066
701,1	20,272	-0,1059	700,4	28,377	-0,1650	700,3	20,432	-0,1136
708,8	20,184	-0,1070	708,1	28,264	-0,1590	708,2	20,326	-0,1133
716,7	20,097	-0,1076	715,8	28,106	-0,1564	716,1	20,256	-0,1132
724,5	20,009	-0,1082	723,5	27,970	-0,1697	723,7	20,169	-0,1085
732,2	19,921	-0,1161	731,3	27,880	-0,1769	731,5	20,063	-0,1116
740,0	19,804	-0,1318	739,2	27,699	-0,1852	739,3	19,958	-0,1201
748,0	19,702	-0,1513	747,2	27,563	-0,2031	747,2	19,853	-0,1307
756,0	19,570	-0,1841	755,3	27,659	-0,2138	755,1	19,747	-0,1418

763,9	19,394	-0,2205	763,3	27,201	-0,0359	763,0	19,642	-0,1577
771,8	19,219	-0,2583	771,3	26,952	-0,2728	770,6	19,484	-0,1746
779,7	18,956	-0,3003	779,1	26,748	-0,2886	778,1	19,326	-0,1815
787,8	18,692	-0,3313	786,8	26,477	-0,3019	785,7	19,168	-0,1857
795,9	18,429	-0,3460	794,4	26,273	-0,3079	793,0	19,010	-0,1922
804,1	18,122	-0,3487	801,7	26,001	-0,3160	800,5	18,852	-0,1962
812,1	17,844	-0,3433	808,5	25,707	-0,3277	808,0	18,694	-0,1968
819,9	17,552	-	815,3	25,458	-	815,6	18,536	-

PVC-PJDT(F3)			PVC-CI (F4)		
T (°C)	TG (%)	DTG (%/min)	T (°C)	TG (%)	DTG (%/min)
12,3	99,453	-	17,6	99,976	-
12,1	99,470	-0,1207	17,6	99,867	-0,0948
11,9	99,436	-0,0036	17,3	99,872	-0,0341
11,9	99,436	-0,0009	17,1	99,834	-0,0287
11,8	99,436	-0,0005	16,8	99,815	-0,0257
11,6	99,436	-0,0005	16,5	99,801	-0,0259
11,4	99,436	0,0399	16,1	99,782	-0,0152
11,4	99,436	0,3111	15,8	99,748	0,1590
12,1	99,897	0,7503	15,8	99,972	0,5981
16,9	100,752	0,8898	18,8	100,759	0,8960
27,4	101,487	0,6568	26,9	101,560	0,7817
42,2	101,897	0,3361	39,6	102,093	0,4818
57,9	102,0000	0,0999	54,3	102,359	0,2215
73,6	102,0000	-0,0234	69,4	102,449	0,0532
87,6	101,949	-0,0684	83,7	102,435	-0,0410
99,4	101,897	-0,0528	96,1	102,363	-0,0722
109,8	101,846	-0,0153	107,1	102,306	-0,0601
118,8	101,846	0,0225	117,0	102,249	-0,0446
127,0	101,897	0,0521	125,7	102,240	-0,0471
135,0	101,966	0,0767	134,1	102,178	-0,0374
143,2	102,000	0,0855	142,5	102,164	0,0009
151,6	102,103	0,0837	151,1	102,192	0,0279
160,1	102,154	0,0561	159,6	102,207	0,0267
169,1	102,205	0,0103	168,5	102,235	0,0011
178,1	102,205	-0,0489	177,6	102,226	-0,0521
187,0	102,103	-0,1333	186,5	102,159	-0,1403
195,9	102,000	-0,2541	195,4	101,993	-0,2676
204,7	101,692	-0,4168	204,3	101,713	-0,4439
213,5	101,282	-0,6351	213,1	101,272	-0,6766
222,1	100,667	-0,9352	221,5	100,598	-0,9696
230,6	99,761	-1,4016	230,0	99,658	-1,3989
238,9	98,393	-2,3453	238,4	98,363	-3,7861
247,0	96,051	-4,3905	246,6	94,163	-8,0017
255,0	91,333	-7,5903	255,2	84,396	-8,8151
263,3	83,419	-10,8796	263,7	78,778	-8,2289
271,9	73,026	-13,0949	272,0	71,540	-9,8814
280,4	61,128	-12,7449	280,3	62,011	-10,5607
289,1	51,179	-9,6145	288,6	53,374	-8,6928
298,0	45,026	-5,9901	297,2	47,409	-6,0080
306,7	41,453	-3,4292	305,6	43,517	-3,9191
315,1	39,470	-1,8013	314,0	40,988	-2,4708
323,4	38,513	-0,8444	322,5	39,465	-1,4384
331,6	38,154	-0,3914	330,8	38,667	-0,7507
339,8	37,949	-0,2396	339,0	38,269	-0,3995
347,9	37,795	-0,2146	347,2	38,027	-0,2860
356,0	37,624	-0,2411	355,3	37,813	-0,2956
364,0	37,385	-0,2993	363,2	37,552	-0,3776

371,8	37,077	-0,4071	371,3	37,201	-0,5381
379,8	36,718	-0,5959	379,3	36,665	-0,8089
387,7	36,154	-0,9069	387,4	35,858	-1,1830
395,8	35,231	-1,3140	395,5	34,710	-1,5938
403,8	33,915	-1,7218	403,5	33,196	-1,9787
411,5	32,393	-2,1861	411,5	31,407	-2,2131
419,3	30,154	-2,3432	419,6	29,470	-2,1272
427,2	28,376	-1,9477	427,8	27,800	-1,8227
435,3	26,974	-1,4368	435,8	26,414	-1,4282
443,8	26,000	-1,0058	443,8	25,384	-0,9958
452,3	25,299	-0,6659	451,6	24,753	-0,6146
460,7	24,906	-0,4349	459,5	24,412	-0,3426
468,7	24,615	-0,2960	467,5	24,217	-0,1910
476,7	24,410	-0,2135	475,3	24,098	-0,1203
484,7	24,256	-0,1616	483,3	24,027	-0,0864
492,5	24,154	-0,1835	491,2	23,961	-0,0643
500,6	24,274	-0,2926	499,2	23,904	-0,0483
508,5	23,675	-0,2389	507,1	23,861	-0,0392
516,3	23,590	-0,1107	515,0	23,861	-0,0342
523,8	23,487	-0,0990	522,8	23,833	-0,0297
531,5	23,419	-0,0996	530,7	23,790	-0,0257
539,1	23,333	-0,1066	538,8	23,790	-0,0255
546,6	23,231	-0,1044	546,7	23,761	-0,0304
554,4	23,128	-0,1021	554,5	23,733	-0,0323
562,4	23,077	-0,1044	562,3	23,704	-0,0341
570,4	22,974	-0,1069	570,1	23,671	-0,0369
578,2	22,872	-0,1093	577,8	23,633	-0,0369
586,0	22,821	-0,1048	585,6	23,619	-0,0332
593,7	22,701	-0,0994	593,5	23,586	-0,0356
601,4	22,615	-0,0981	601,5	23,538	-0,0418
609,2	22,564	-0,0967	609,5	23,505	-0,0456
616,9	22,462	-0,0870	617,3	23,462	-0,0534
624,7	22,376	-0,0796	625,2	23,420	-0,0618
632,4	22,308	-0,0774	633,0	23,363	-0,0616
640,1	22,274	-0,0648	640,9	23,334	-0,0658
647,7	22,205	-0,0480	648,8	23,263	-0,0756
655,5	22,205	-0,0436	656,5	23,206	-0,0778
663,2	22,154	-0,0409	664,3	23,130	-0,0770
671,1	22,137	-0,0287	672,1	23,064	-0,0848
679,0	22,103	-0,0238	680,0	22,993	-0,0922
686,9	22,068	-0,0288	687,8	22,912	-0,0912
694,9	22,034	-0,0333	695,7	22,845	-0,0859
702,8	22,0000	-0,0441	703,7	22,765	-0,0868
710,7	22,000	-0,0507	711,4	22,708	-0,0953
718,5	21,932	-0,0583	719,2	22,618	-0,0988
726,2	21,897	-0,0702	727,0	22,551	-0,1025
733,8	21,812	-0,0831	734,7	22,452	-0,1217
741,4	21,795	-0,0903	742,5	22,347	-0,1357
749,2	21,692	-0,1098	750,2	22,224	-0,1450
756,9	21,538	-0,1282	757,9	22,096	-0,1549

764,8	21,436	-0,1558	765,7	21,963	-0,1616
772,7	21,282	-0,1768	773,3	21,839	-0,1578
780,8	21,179	-0,1976	781,0	21,683	-0,1614
788,7	20,974	-0,2219	788,9	21,526	-0,1636
796,7	20,769	-0,2425	796,8	21,427	-0,1631
804,4	20,564	-0,2675	804,5	21,275	-0,1624
812,2	20,359	-0,2889	812,4	21,147	-0,1637
820,0	20,103	-	820,2	21,028	-

## ❖ Résultats d'analyse thermique (ATG-DTG)

### ➤ Des fibres (CI, PJDT, PJB et PJD)

CI			PJDT		
T (°C)	TG (%)	DTG (%/min)	T (°C)	TG (%)	DTG (%/min)
7,4	99,59	-	7,6	97,063	-
7,4	99,348	-0,0326	7,6	96,667	-0,8532
7,4	100,745	-0,3138	7,7	96,310	-0,4261
7,4	99,05	-0,4105	7,7	95,952	-0,3689
7,6	98,975	-0,1095	7,9	95,635	-0,3233
7,6	98,826	0,0897	7,9	95,476	-0,2830
8	99,069	0,4034	8,0	95,238	-0,2475
10,3	99,553	0,5725	8,0	95,000	-0,1563
15	100,093	0,4801	8,2	94,8814	0,5963
22,5	100,41	0,1615	9,0	95,833	2,0106
32,5	100,373	-0,28	16,2	98,452	2,2017
44,2	99,907	-0,6132	31,9	99,881	0,9503
56,4	99,273	-0,6646	51,9	99,881	-0,0839
68,9	98,733	-0,4981	72,1	99,603	-0,4268
81,4	98,454	-0,2576	89,8	99,167	-0,4407
92,6	98,342	-0,0542	103,9	98,810	-0,3561
103,4	98,361	0,0677	115,0	98,571	-0,2499
113,8	98,472	0,1279	123,2	98,333	-0,1180
123,5	98,603	0,1415	130,2	98,333	0,0341
132,6	98,696	0,1473	136,7	98,452	0,1416
141,8	98,808	0,1465	143,4	98,571	0,1942
150,8	98,938	0,1504	150,9	98,770	0,2096
159,6	99,087	0,1525	158,7	98,929	0,1985
168,5	99,18	0,1355	167,2	99,048	0,1462
177,4	99,311	0,1179	176,3	99,167	0,0550
186,3	99,404	0,1091	185,4	99,206	-0,0588
195,1	99,478	0,1035	194,4	99,048	-0,2120
204	99,572	0,0905	203,3	98,889	-0,3899
212,9	99,646	0,063	212,2	98,452	-0,6147
221,5	99,702	0,0204	220,7	97,857	-0,8688
230,2	99,702	-0,0453	229,3	97,024	-1,1619
238,8	99,627	-0,1388	237,9	95,952	-1,4909
247,3	99,441	-0,2779	246,4	94,524	-1,8379
255,6	99,143	-0,4684	254,9	92,897	-2,2240
264	98,696	-0,7759	263,4	90,913	-2,7123
272,3	97,914	-1,374	272,0	88,452	-3,3156
280,8	96,535	-2,7631	280,5	85,278	-4,0427
289,2	93,648	-6,2606	288,9	81,627	-4,9189
297,7	86,923	-14,13	297,3	77,262	-6,0391
305,9	71,144	-24,4863	305,5	71,706	-7,4603
314,7	43,573	-23,6239	313,7	64,802	-8,7507
324,6	29,396	-10,3399	322,0	56,667	-9,0633

333,3	27,72	-2,2101	330,3	55,119	-8,7047
341,6	26,732	-1,027	338,6	41,984	-6,2215
349,6	26,062	-0,7438	347,1	38,929	-2,8801
357,6	25,503	-0,6145	355,4	37,619	-1,3642
365,5	25,037	-0,5471	363,7	36,786	-0,8274
373,3	24,59	-0,5059	371,7	36,310	-0,6589
381,3	24,18	-0,479	379,8	35,675	-0,6019
389,2	23,808	-0,4646	387,7	35,159	-0,5677
397,3	23,398	-0,456	395,7	34,762	-0,5086
405,3	23,044	-0,4553	403,7	34,286	-0,4414
413,3	22,653	-0,4564	411,7	33,968	-0,3954
421,3	22,28	-0,4627	419,8	33,690	-0,3551
429,4	21,908	-0,4738	427,9	33,413	-0,3279
437,4	21,498	-0,4936	436,1	33,135	-0,3074
445,5	21,088	-0,5142	444,2	32,857	-0,2966
453,9	20,641	-0,5437	452,4	32,619	-0,2886
462,4	20,175	-0,572	460,3	32,381	-0,2722
470,5	19,691	-0,6032	468,2	32,262	-0,2548
478,5	19,169	-0,6191	476,0	31,944	-0,2290
486,2	18,666	-0,63	483,8	31,746	-0,2022
493,7	18,126	-0,6427	491,6	31,667	-0,2026
501,3	17,586	-0,6406	499,4	31,468	-0,1873
509	17,045	-0,6376	507,4	31,389	-0,1848
516,8	16,487	-0,6354	515,3	31,190	-0,1838
524,5	15,965	-0,6337	523,1	31,071	-0,1765
532,3	15,443	-0,615	531,0	30,873	-0,1817
540,1	14,959	-0,5979	538,9	30,714	-0,2026
548	14,456	-0,5838	546,8	30,595	-0,2155
555,7	13,99	-0,549	554,8	30,357	-0,2339
563,6	13,543	-0,5233	562,7	30,119	-0,2381
571,3	13,133	-0,492	570,5	29,960	-0,2123
579	12,705	-0,4609	578,3	29,762	-0,1981
586,7	12,295	-0,4423	586,1	29,643	-0,1921
594,5	11,941	-0,4248	593,9	29,484	-0,1953
602,4	11,624	-0,3786	601,6	29,286	-0,1838
610,5	11,326	-0,2624	609,4	29,167	-0,2068
617,9	11,177	-0,0648	617,2	28,929	-0,2423
625,6	11,233	0,0933	625,0	28,810	-0,2753
633,5	11,345	0,0816	632,7	28,452	-0,3081
641,2	11,308	-0,0079	640,5	28,214	-0,3672
648,9	11,345	0,0315	648,2	27,857	-0,3840
656,5	11,382	0,0905	656,0	27,619	-0,3363
664,1	11,513	0,0828	663,8	27,381	-0,2962
671,7	11,55	0,083	671,6	27,103	-0,2826
679,4	11,643	0,0895	679,3	26,786	-0,2684
687,2	11,736	0,0394	687,0	26,667	-0,2496
695,2	11,662	-0,0184	694,7	26,508	-0,2176
703,1	11,699	0,1033	702,4	26,310	-0,2005
710,9	12,127	0,1556	710,2	25,992	-0,1876
718,8	11,941	0,0628	718,0	25,952	-0,1807

726,7	11,923	-	725,6	25,714	-0,1974
			733,3	25,675	-0,1727
			741,2	25,595	-0,1654
			749,0	25,257	-0,1848
			756,8	25,159	-0,2026
			764,5	25,000	-0,2089
			772,4	24,881	-0,2068
			780,2	24,643	-0,2144
			788,0	24,484	-0,2496
			795,7	24,286	-0,2747
			803,5	24,008	-0,2743
			811,0	23,810	-0,2799
			818,6	23,452	-

PJB			PJD		
T (°C)	TG (%)	DTG (%/min)	T (°C)	TG (%)	DTG (%/min)
8,5	98,692	-	69,6	97,182	-
8,5	98,335	-0,4437	65,3	96,94	-0,1134
8,5	98,098	-0,3327	61,5	96,86	-0,137
8,5	97,86	-0,2704	57,7	96,779	-0,1768
8,5	97,622	-0,2535	54,2	96,645	-0,1797
8,7	97,384	-0,2337	50,9	96,377	-0,2238
8,5	97,365	-0,1512	47,9	96,35	-0,1402
8,7	97,107	0,4447	44,9	96,243	-0,0605
9,5	97,86	1,478	42,2	96,216	-0,024
14,8	99,762	1,6459	39,8	96,135	0,2754
25,8	100	0,7176	38	96,618	0,8555
41,1	100	-0,3369	40,4	97,665	1,1569
57,2	100	-0,7868	47,8	98,631	0,9723
73,2	99,445	-0,6304	59,3	99,302	0,5893
87,3	99,049	-0,3275	73,3	99,597	0,2565
99,3	98,93	-0,1122	88,3	99,705	0,077
109,6	98,93	0,025	101,9	99,678	0,0264
118,7	98,93	0,1157	114,5	99,758	0,0283
126,7	99,128	0,1634	125,3	99,839	0,0571
134,7	99,287	0,1829	135,2	99,839	0,0955
142,9	99,405	0,218	144,5	100	0,118
151,4	99,643	0,2357	153,5	100	0,1152
159,8	99,881	0,228	162,2	100	0,093
168,8	100	0,1972	171,1	100	0,0558
177,9	100	0,1547	180,1	100	-0,012
187	100	0,1123	188,7	100	-0,1319
195,9	100	0,0303	197,3	100	-0,3129
204,8	100	-0,0772	206,1	99,678	-0,5662
213,5	100	-0,2037	214,8	99,114	-0,892
222,2	100	-0,3838	223,3	98,229	-1,2558

230,8	99,643	-0,6595	231,8	97,021	-1,6402
239,5	98,93	-1,0243	240,4	95,491	-2,0847
248,1	97,979	-1,4738	248,8	93,559	-2,6598
256,5	96,472	-2,0033	257,1	91,063	-3,3972
264,9	94,61	-2,5895	265,6	87,923	-4,2963
273,2	92,152	-3,1959	273,9	83,977	-5,3938
281,5	89,298	-3,869	282,2	78,959	-6,7419
289,7	85,811	-4,6693	290,5	72,732	-8,2599
298,2	81,57	-5,6355	298,9	65,217	-9,6738
306,3	76,417	-6,8729	307,2	56,495	-10,2895
314,5	70,115	-8,394	315,4	47,746	-9,1583
322,8	62,426	-9,5281	323,7	40,982	-6,3748
330,9	53,904	-8,6628	331,8	37,064	-3,392
339,1	47,404	-5,4273	340,1	35,507	-1,5611
347,3	44,828	-2,2269	348,5	34,702	-0,9407
355,5	44,114	-0,8177	356,7	34,004	-0,7868
363,7	43,639	-0,5205	364,7	33,387	-0,7065
371,8	43,282	-0,4735	372,9	32,85	-0,6505
379,9	42,925	-0,4433	380,9	32,313	-0,5973
387,8	42,568	-0,4037	389	31,857	-0,5372
395,9	42,212	-0,3651	397,1	31,401	-0,4852
403,9	41,934	-0,3341	405,1	30,998	-0,4461
411,9	41,696	-0,3105	413	30,676	-0,4054
419,9	41,379	-0,2973	421	30,354	-0,3715
427,9	41,181	-0,2712	428,9	30,032	-0,3463
435,8	40,983	-0,2389	436,9	29,764	-0,3244
443,8	40,785	-0,2253	444,8	29,549	-0,3136
451,7	40,587	-0,2249	452,9	29,227	-0,2976
459,8	40,388	-0,2166	460,7	29,012	-0,2731
467,6	40,19	-0,2024	468,5	28,824	-0,255
475,4	40,071	-0,1787	476,3	28,583	-0,2347
483,6	39,952	-0,1652	484,3	28,341	-0,2128
491,9	39,715	-0,1617	492,2	28,261	-0,2041
500,3	39,675	-0,1616	500,1	28,073	-0,1768
508,4	39,516	-0,1627	508	27,939	-0,1483
516,4	39,477	-0,1669	515,9	27,858	-0,1399
524	39,239	-0,1596	523,6	27,697	-0,1125
531,6	39,12	-0,1346	531,4	27,617	-0,0862
539,3	39,001	-0,1199	539,2	27,536	-0,0812
547	38,882	-0,113	547	27,456	-0,0694
554,6	38,882	-0,1488	554,8	27,429	-0,057
562,3	38,644	-0,1689	562,6	27,375	-0,0452
569,8	38,526	-0,1433	570,6	27,375	-0,0457
577	38,407	-0,1523	578,4	27,348	-0,0431
584,6	38,288	-0,17	586,3	27,295	-0,041
592,5	38,169	-0,1968	594,1	27,241	-0,0643
600,5	37,931	-0,2423	602	27,214	-0,0859
608,5	37,812	-0,3317	609,8	27,053	-0,0982
616,4	37,416	-0,3981	617,6	26,999	-0,1137
624,5	37,099	-0,4176	625,4	26,946	-0,1582

632,4	36,742	-0,3943	633,2	26,812	-0,1799
640,4	36,385	-0,2632	641	26,651	-0,1806
648,3	36,266	-0,0876	648,9	26,49	-0,1794
656,1	36,266	-0,0084	656,7	26,329	-0,1789
664,1	36,306	0,0045	664,7	26,167	-0,1801
671,9	36,266	-0,0094	672,5	26,087	-0,1773
679,6	36,306	-0,0115	680,3	25,926	-0,1775
687,3	36,266	0,007	688,2	25,738	-0,1686
695,2	36,266	-1,00E-03	696,1	25,604	-0,1568
703,1	36,147	-0,0136	704	25,443	-0,1615
711,1	36,266	-0,0167	711,9	25,362	-0,1667
719,1	36,266	-0,0198	719,6	25,201	-0,1759
727	36,147	-0,0157	727,1	25,121	-0,1815
735	36,266	-0,0285	734,6	24,906	-0,1773
742,8	36,187	-0,0337	742,5	24,799	-0,181
750,5	36,147	-0,0229	750,5	24,638	-0,1893
758,1	36,147	-0,0278	758,5	24,423	-0,1963
765,8	36,147	-0,0862	766,3	24,262	-0,2168
773,4	36,029	-0,1033	774,2	24,074	-0,2331
781,2	35,989	-0,0796	782,2	23,859	-0,2354
789,2	35,91	-0,0803	790,3	23,698	-0,25
797,2	35,791	-0,0928	798,4	23,51	-0,2606
805	35,672	-0,1032	806,5	23,296	-0,2806
812,6	35,672	-0,1012	814,6	23,07	-0,3004
820,2	35,553	-	822,5	22,705	--

## ❖ Résultats de la caractérisation physique

## ➤ Résultats du test de densité (méthode DSM)

Formulations	Densité
F <sub>0</sub>	1,27
F <sub>1</sub>	1,22
F <sub>2</sub>	1,24
F <sub>3</sub>	1,24
F <sub>4</sub>	1,25

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

Formulations	Temps	Mi	Mf	Abs (%)
F <sub>0</sub> PVC	0	1,2765	-	0
	1		1,2765	0,0235
	2		1,2772	0,0754
	3		1,2773	0,0861
	4		1,2774	0,0940
	5		1,2774	0,0940
	6		1,2774	0,0940
	7		1,2774	0,0940
	8		1,2774	0,0940
	9		1,2774	0,0940
	10		1,2774	0,0940
	11		1,2775	0,1018
	14		1,2775	0,1018
	15		1,2776	0,1098
	16		1,2777	0,1175
	17		1,2777	0,1175
	18		1,2777	0,1175
	20		1,2777	0,1175
	21		1,2777	0,1175
	22		1,2777	0,1175
23	1,2777	0,1175		
24	1,2777	0,1175		
25	1,2777	0,1175		
28	1,2777	0,1175		
29	1,2777	0,1175		
30	1,2777	0,1175		
32	1,2777	0,1175		

	35		1,2777	0,1175
	36		1,2777	0,1175
	43		1,2777	0,1175
	50		1,2777	0,1175
<b>F<sub>1</sub></b> <b>PVC-PJB</b>	0	1,0648	-	0
	1		1,0908	2,4417
	2		1,1005	3,3527
	3		1,1113	4,3670
	4		1,1187	5,0619
	5		1,1259	5,7382
	6		1,1292	6,0480
	7		1,1303	6,1513
	8		1,1325	6,3580
	9		1,1374	6,8181
	10		1,1410	7,1562
	11		1,1427	7,3159
	14		1,1470	7,7197
	15		1,1472	7,7359
	16		1,1533	8,3114
	17		1,1540	8,3772
	18		1,1550	8,4710
	20		1,1559	8,5555
	21		1,1567	8,6307
	22		1,1577	8,7246
	23		1,1590	8,8467
	24		1,1602	8,9594
	25		1,1605	8,9688
	28		1,1608	9,0157
	29		1,1629	9,2129
	30		1,1631	9,2317
32	1,1662	9,5229		
35	1,1687	9,7577		
36	1,1696	9,8422		
43	1,1698	9,8610		
50	1,1698	9,8610		
<b>F<sub>2</sub></b> <b>PVC-PJD</b>	0		-	0
	1		1,3630	2,8393
	2		1,3778	4,0398
	3		1,3910	5,0391
	4		1,4007	5,7489
	5		1,4103	6,4940

	6	1,3243	1,4160	6,9244
	7		1,4164	6,9546
	8		1,4187	7,1283
	9		1,4255	7,6417
	10		1,4337	8,2609
	11		1,4349	8,3515
	14		1,4486	9,3861
	15		1,4497	9,4692
	16		1,4542	9,8089
	17		1,4551	9,8769
	18		1,4564	9,9751
	20		1,4612	10,0340
	21		1,4627	10,4508
	22		1,4643	10,5716
	23		1,4684	10,8837
	24		1,4690	10,9265
	25		1,4700	11,1682
	28		1,4722	11,1682
	29		1,4728	11,4249
	30		1,4756	11,6438
32	1,4785	11,6438		
35	1,4847	12,1120		
36	1,4854	12,1649		
43	1,4860	12,2121		
50	1,4861	12,2122		
<b>F<sub>3</sub></b> <b>PVC-PJDT</b>	0	1,2981	-	0
	1		1,3110	0,9937
	2		1,3179	1,5253
	3		1,3242	2,0106
	4		1,3324	2,6448
	5		1,3367	2,6448
	6		1,3395	3,1893
	7		1,3406	3,2740
	8		1,3449	3,6053
	9		1,3489	3,9134
	10		1,3563	4,4835
	11		1,3568	4,5271
	14		1,3645	5,1151
	15		1,3683	5,4079
	16		1,3718	5,6775
	17		1,3740	5,8470

	18		1,3767	6,0550
	20		1,3778	6,1397
	21		1,3812	6,4016
	22		1,3823	6,4864
	23		1,3870	6,8484
	24		1,3883	6,9486
	25		1,3904	7,1104
	28		1,3940	7,3877
	29		1,3963	7,5649
	30		1,3968	7,6034
	32		1,3968	7,6034
	35		1,3968	7,6034
	36		1,3968	7,6034
	43		1,3968	7,6034
	50		1,3968	7,6034
<b>F<sub>4</sub></b> <b>PVC-CI</b>	0	1,5128	-	0
	1		1,5177	0,3239
	2		1,5203	0,4957
	3		1,5220	0,6081
	4		1,5265	0,9056
	5		1,5279	0,9981
	6		1,5290	1,0708
	7		1,5292	1,0840
	8		1,5298	1,1237
	9		1,5313	1,2228
	10		1,5342	1,4145
	11		1,5351	1,4740
	14		1,5386	1,7054
	15		1,5388	1,7186
	16		1,5394	1,7583
	17		1,5413	1,8839
	18		1,5427	1,9831
	20		1,5428	1,9831
	21		1,5438	2,0822
	22		1,5443	2,0822
	23		1,5460	2,1880
24	1,5459	2,1946		
25	1,5471	2,2673		
28	1,5476	2,3003		
29	1,5506	2,4986		
30	1,5497	2,4392		

	32		1,5502	2,4722
	35		1,5537	2,7035
	36		1,5549	2,7829
	43		1,5550	2,7895
	50		1,5551	2,7961

## ❖ Résultats de la caractérisation mécanique

### ➤ Test de traction

Formulations	Résistance à la rupture (MPa)					
	Essais					Moy
F <sub>0</sub>	28,53	26,51	27,28	27,49	24,87	26,94
F <sub>1</sub>	14,43	12,92	9,22	15,69	13,68	13,19
F <sub>2</sub>	11,70	12,32	11,44	12,33	12,02	11,96
F <sub>3</sub>	11,94	13,04	12,36	12,69	10,92	12,19
F <sub>4</sub>	14,57	11,40	14,71	13,01	12,43	13,22
Formulations	Allongement à la rupture (%)					
	Essais					Moy
F <sub>0</sub>	195,53	180,95	188,81	182,70	150,41	179,68
F <sub>1</sub>	8,74	5,87	7,38	12,04	5,20	7,85
F <sub>2</sub>	21,12	22,37	16,78	25,73	25,96	22,39
F <sub>3</sub>	46,61	48,81	41,02	50,13	45,46	46,40
F <sub>4</sub>	66,73	53,53	74,08	57,39	48,29	60
Formulations	Module d'Young (MPa)					
	Essais					Moy
F <sub>0</sub>	307,88	309,50	289,40	342,24	352,27	320,26
F <sub>1</sub>	734,60	698,06	546,07	695,03	769,56	688
F <sub>2</sub>	424,26	556,17	462,96	452,70	359,70	451,19
F <sub>3</sub>	475,01	497,15	465,78	512,03	505,93	491,18
F <sub>4</sub>	474,53	481,58	467,12	416,12	412,98	450,63

### ➤ Test de la dureté Shore D (norme NF T51-109)

Formulations	Dureté Shore D
F <sub>0</sub>	63
F <sub>1</sub>	65
F <sub>2</sub>	67
F <sub>3</sub>	65
F <sub>4</sub>	65

## ❖ Résultats du test diélectrique

### ➤ La tension de perforation (claquage)

Formulations	T (Kv/mm)
F <sub>0</sub>	14,54
F <sub>1</sub>	8,57
F <sub>2</sub>	14,00
F <sub>3</sub>	14,78
F <sub>4</sub>	13,60

### ➤ La permittivité relative

Formulations	Permittivité (pF/cm)
F <sub>0</sub>	4.24
F <sub>1</sub>	4.32
F <sub>2</sub>	4.21
F <sub>3</sub>	4.26
F <sub>4</sub>	4.41

### ➤ Perte diélectrique

Formulations	Tang
F <sub>0</sub>	8.328. 10 <sup>-2</sup>
F <sub>1</sub>	7.158. 10 <sup>-2</sup>
F <sub>2</sub>	7.649. 10 <sup>-2</sup>
F <sub>3</sub>	7.484. 10 <sup>-2</sup>
F <sub>4</sub>	5.959. 10 <sup>-2</sup>

# Références Bibliographiques

**Références Bibliographiques**

- [1] **S. L. Fávaro, T. A. Ganzerli, A. G. V. de Carvalho Neto, O. R. R. F. da Silva, E. Radovanovic**, Chemical, morphological and mechanical analysis of sisal fiber-reinforced recycled high-density polyethylene composites, *eXPRESS Polymer Letters* Vol.4, No.8, 465-473 (2010).
- [2] **Thi-Thu-Loan Doan, Shang-Lin Gao, Edith Mader**, Jute/polypropylene composites I. Effect of matrix modification, *Composites Science and Technology* 66, 952–963(2006).
- [3] **Y. Zheng, D. Cao, D. Wang, J. Chen**, Study on the interface modification of bagasse fibre and the mechanical properties of its composites with PVC, *Composites A* 38, 20-25 (2007).
- [4] **Masud S. Huda, Lawrence T. Drzal, Amar K. Mohanty , Manjusri Misra**, Chopped glass and recycled newspaper as reinforcement fibers in injection molded poly(lactic acid) (PLA) composites: A comparative study, *Composites Science and Technology* 66, 1813–1824 (2006).
- [5] **K.A. Afrifah, R.A. Hickok, L.M. Matuana**, Polybutene as a matrix for wood plastic composites, *Composites Science and Technology* 70, 167–172(2010).
- [6] **L. Lundquist, B. Marque, P. O. Hagstrand, Y. Leterrier, J. A. E. Manson**, Novel pulp fibre reinforced thermoplastic composites, *Composites Science and Technologie* 63, 137-152 (2003).
- [7] **A. K. Bledzki, M. Letman-Sakiewicz, M. Murr**, Influence of static and cyclic climate condition on bending properties of wood plastic composites (WPC), *eXPRESS Polymer Letters* Vol.4, No.6, 364–372 (2010).
- [8] **A. G. Facca , M. T. Kortschot, N. Yan**, Predicting the tensile strength of natural fibre reinforced thermoplastics, *Composites Sciences and Technology* 67, 2454-2466 (2007).
- [9] **Mustafa Balat**, Production of bioethanol from lignocellulosic materials via the biochemical pathway: A review, *Energy Conversion and Management* xxx (2010) xxx–xxx, Article in press.
- [10] **A. K. Bledzki, A. A. Mamun, M. Lucka-Gabor, V. S. Gutowski**, The effects of acetylation on properties of flax fibre and its polypropylene composites, *eXPRESS Polymer Letters* Vol.2, No.6, 413–422 (2008).
- [11] **Jean-Marc Béguin, Gilles Rotman, Alain Bentolila, Brigitte Baroin**. « Les matériaux composites Dynamisme et innovation », Ministère de l'Economie, des Finances et de l'industrie, février (2002).
- [12] **Alireza Ashori**, Wood–plastic composites as promising green-composites for automotive industries, *Bioresource Technology*, (2008).

- [13] **El Hadji Babacar LY** « Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose », Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble (2008).
- [14] **Jean Marie Berthelot** : « Matériaux composites, Comportement mécanique et analyse des structures ». 4eme édition, Tech et Doc, Lavoisier (2005).
- [15] **André Negrier et Jean Chaudé Rigal** : « Présentation des matériaux composites ». Technique de l'ingénieur A 7790, (1993).
- [16] **Zapata-Massot Céline** « synthèse de matériaux composites par co-broyage en voie sèche. caractérisation des propriétés physico-chimiques et d'usages des matériaux »Thèse de Doctorat, l'Institut National Polytechnique de Toulouse (2004).
- [17] **Thai-Hung LE** « Rhéologie et microstructures des matériaux composites à matrice polymère thermodurcissable chargée minéralement et renforcée par des fibres de verre » Thèse de Doctorat, Université Joseph Fourier - Grenoble I (2008).
- [18] **Gilles Olive**, Chimie des Matériaux, Ecole Industrielle et Commerciale de la ville de NAMUR, 3<sup>ème</sup> Edition, (2005).
- [19] **M.Belbachir, H.Mekki** « Preparation of vinyl chloride-vinyl ether copolymers via partial etherification from PVC», Juin (2007).
- [20] Commission des communautés européennes « Livre vert : Problèmes environnementaux du PVC », Bruxelles, (1999).
- [21] **D. Ausseur**, « polychlorure de vinyle », Technique de l'ingénieur, A3 325, (1999).
- [22] **Verdu. J**, « Précis des matières plastiques structure propriété mise en œuvre et normalisation », Paris, (1982).
- [23] **Chretien.G, Hatat.D**, « Initiation aux matières plastiques », Lavoisier Paris, 1986
- [24] **Marc Carrega**, « Matériaux polymères », édition Dunod, (2007).
- [25] **Pierre Verrier**, « Plastifiant » Technique de l'ingénieur Doc. A 3 231, (2000).
- [26] **Louis Carette**, « Antistatiques. Lubrifiants. Antichocs » Technique de l'ingénieur Doc. A 3 236, (2000).
- [27] **Louis Carette**, « Stabilisant » Technique de l'ingénieur Doc. A 3 232, (2000).
- [28] **J.P.Trotignon, J.Verdu, A.Dobraczynski, M.Piperaud**, « Matières plastiques structure-propriétés, mise en œuvre, normalisation », Edition NATHAN, (1996).
- [29] **Foued Aloui**, « Rôle des absorbeurs UV inorganiques sur la photostabilisation des systèmes bois-finition transparente », Thèse de Doctorat, Université Henri Poincaré-Nancy 1, (2006).

- [30] **Franck Michaud**, « Rhéologie de panneaux composites bois / thermoplastiques sous chargement thermomécanique, Aptitude au postformage », Thèse de Doctorat, Université LAVAL, Canada (2003).
- [31] **David Sedan**, « Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite », Thèse Doctorat, Université de Limoges (2007).
- [32] **Sophie Berlioz**, « Etude de l'estérification de la cellulose par une synthèse sans solvant. Application aux matériaux nanocomposites ». Thèse de doctorat, Université Joseph Fourier (2007).
- [33] **Thibaud Surini**, « Analyse Dynamique de la Biodégradation du Bois et de Composites à Base de Bois et Fibres Végétales » Thèse de Doctorat, Université Bordeaux 1 (2009).
- [34] **Sophie Thiebaud**, « valorisation chimique de composés lignocellulosiques : obtention de nouveaux matériaux ». Thèse Doctorat Toulouse, (1995).
- [35] **K.G. Satyanarayana, G. C. Gregorio Arizaga, Fernando Wypych**, Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers-An overview, *Progress in Polymer Science* 34, 982–1021(2009).
- [36] **Martin Claude Ngueho Yemele, Ahmed Koubaa, Alain Cloutier, Patrice Soulounganga, Michael Wolcott**, Effect of bark fiber content and size on the mechanical properties of bark/HDPE composites, *Composites: Part A* 41,131–137 (2010).
- [37] **A.K. Bledzki, J. Gassan**, Composites reinforced with cellulose based fibres. *Prog. Polym. Sci.* 24, 221–274 (1999).
- [38] **V. Tserki, P. Matzinos, S. Kokkou, C. Panayiotou**, Novel biodegradable composites based on treated lignocellulosic waste flour as filler. Part I. Surface chemical modification and characterization of waste flour, *Composites, Part A* 36, 965–974 (2005).
- [39] **S. Th. Georgopoulos, P.A. Tarantili b, E. Avgerinos, A.G. Andreopoulos , E.G. Koukios**, Thermoplastic polymers reinforced with fibrous agricultural residues, *Polymer Degradation and Stability* 90, 303-312 (2005).
- [40] **P.A. Sreekumar , Selvin P. Thomas , Jean marc Saiter , Kuruvilla Joseph, G. Unnikrishnan, Sabu Thomas**, Effect of fiber surface modification on the mechanical and water absorption characteristics of sisal/polyester composites fabricated by resin transfer molding. *Composites: Part A* 40, 1777–1784 (2009).
- [41] **Igor Maria De Rosa a, Josè Maria Kenny, Debora Puglia , Carlo Santulli , Fabrizio Sarasini**, Morphological, thermal and mechanical characterization of okra (*Abelmoschus esculentus*) fibres as potential reinforcement in polymer composites, *Composites Science and Technology* 70, 116–122 (2010).

- [42] **V. Tserki, N.E. Zafeiropoulos, F. Simon, C. Panayiotou.** A study of the effect of acetylation and propionylation surface treatments on natural fibres .Composites: Part A 36, 1110–1118 (2005).
- [43] **Ernst et Young,** « Etude de marché des nouvelles utilisations des fibres végétales », Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie (ADEME) Décembre (2005).
- [44] **Djamel Guemmour et Élisabeth Oxandaboure,** Blanchiment des pâtes désancrées, novembre (2005).
- [45] **I. Baroulaki, O.Karakasi, G. Pappa, P. A. Tarantili, D. Economides, K.Magoulas,** Preparation and study of plastic compounds containing polyolefins and post used newspaper fibers. Composites: Part A 37, 1613–1625 (2006).
- [46] **M. A. Nassar, N. A. Abdelwahab, N. R. Elhalawany,** Contribution of polystyrene to the mechanical properties of blended mixture of old newspaper and wood pulp, Carbohydrate Polymers 79, 417–421 (2009).
- [47] **Alain Lamure,** « Adhésion et Adhérence des matériaux », Mécanismes d'adhésion.
- [48] **Larbi Lasri ,** « Modélisation macromécanique et micromécanique de l'usinage des composites à matrice polymère et fibres longues » Thèse Doctorat, (2009).
- [49] **Han-Seung Yang, Hyun-Joong Kim, Hee-Jun Park, Bum-Jae Lee, Taek-Sung Hwang,** Effect of compatibilizing agents on rice-husk flour reinforced polypropylene composites, Composite Structures 77, 45–55 (2007).
- [50] **P. Threepopnatkul, N. Kaerkitcha, N. Athipongarporn,** Effect of surface treatment on performance of pineapple leaf fiber–polycarbonate composites. Composites: Part B 40, 628–632 (2009).
- [51] **Livia Dányádi, János Móczó, Béla Pukánszky,** Effect of various surface modifications of wood flour on the properties of PP/wood composites, Composites: Part A 41, 199–206 (2010).
- [52] **Yanjun Xie , Callum A.S. Hill , Zefang Xiao , Holger Militz , Carsten Mai.** Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review. Composites: Part A 41, 806–819 (2010).
- [53] **M.S. Huda, L.T. Drzal, A.K. Mohanty , M. Misra,** The effect of silane treated- and untreated-talc on the mechanical and physico-mechanical properties of poly(lactic acid)/newspaper fibers/talc hybrid composites, Composites: Part B 38, 367–379 (2007).
- [54] **M. Kaci, H. Djidjelli, A. Boukerrou, L. Zaidi,** Effect of wood filler treatment and EBAGMA compatibilizer on morphology and mechanical properties of low density polyethylene/olive husk flour composites, Express Polymer Letters, 467–473 (2007).

- [55] **P.J. Herrera-Franco, A. Valadez-Gonzalez.** A study of the mechanical properties of short natural-fiber reinforced composites, *Composites, Part B* 36, 597–608 (2005).
- [56] **A. Bessadok , S. Marais, F. Gouanve, L. Colasse, I. Zimmerlin, S. Roudesli, M. Metayer,** Effect of chemical treatments of Alfa (*Stipa tenacissima*) fibres on water-sorption properties *Composites Science and Technology*, Vol 67, 685–697 (2007).
- [57] **Maha M. Ibrahim, Alain Dufresne, Waleed K. El-Zawawy, Foster A. Agblevor,** Banana fibers and microfibrils as lignocellulosic reinforcements in polymer composites, *Carbohydrate Polymers* 81, 811–819 (2010).
- [58] **S. Kalia et al (2008)** S. Kalia, B. S. Kaith, Graft copolymerization of MMA onto flax under different reaction conditions: a comparative study, *Express Polymer Letters*, Vol.2, N°2, 93–100 (2008).
- [59] **J. Gironès, M.T.B. Pimenta, F. Vilaseca , A.J.F. de Carvalho, P. Mutjé , A.A.S. Curvelo** ,Blocked isocyanates as coupling agents for cellulose-based composites *Carbohydrate Polymers* vol. 68, 537–543 (2007).
- [60] **J. Girones , M.T.B. Pimenta , F. Vilaseca , A.J.F. Carvalho, P. Mutje´ , A.A.S. Curvelo,** Blocked diisocyanates as reactive coupling agents: Application to pine fiber–polypropylene composites, *Carbohydrate Polymers* 74, 106–113 (2008).
- [61] **Sonia M.B. Nachtigall, Graziela S. Cerveira, Simone M.L. Rosa,** New polymeric-coupling agent for polypropylene/wood-flour composites, *Polymer Testing*, 26, 619–628 (2007).
- [62] **Daniella R. Mulinari , Herman J.C. Voorwald , Maria Odila H. Cioffi , Maria Lúcia C.P. Silva ,Sandra M. Luz,** Preparation and properties of HDPE/sugarcane bagasse cellulose compositesobtained for thermokinetic mixer, *Carbohydrate Polymers* 75, 317–321 (2009).
- [63] **Jun Tae Kim, Anil N. Netravali,** Mercerization of sisal fibers: Effect of tension on mechanical properties of sisal fiber and fiber-reinforced composites, *Composites: Part A* xxx (2010) xxx–xxx, in press.
- [64] **A.I.S. Brígida, V.M.A. Calado, L.R.B. Gonçalves, M.A.Z. Coelho,** Effect of chemical treatments on properties of green coconut fiber, *Carbohydrate Polymers* 79, 832–838 (2010).
- [65] **M. Abdelmouleh, S. Bouffi, M. N. Belgacem, A. P. Durate, A. Ben Saleh et A. Gandini,** Modification of cellulosic fibres with functionalised silanes: development of surface properties *International Journal of Adhesion & Adhesives* 24, 43–54 (2004).
- [66] **M. Abdelmouleh , S. Boufi , M.N. Belgacem , A. Dufresne,** Short natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites: Effect of silane coupling agents and fibres loading, *Composites Sciences and Technology* 67, 1627–1639 (2007).

- [67] **Alireza Ashori, Shabnam Sheshmani**, Hybrid composites made from recycled materials: Moisture absorption and thickness swelling behavior. *Bioresource Technology* 101, 4717–4720 (2010).
- [68] **Ada Ruth Bertoti , Samuel Luporini , Maria Cecilia Azevedo Esperidião**, Effects of acetylation in vapor phase and mercerization on the properties of sugarcane fibers, *Carbohydrate Polymers* 77, 20–24 (2009).
- [69] **Hee-Soo Kim, Sumin Kim, Hyun-Joong Kim, Han-Seung Yang**, Thermal properties of bio-flour-filled polyolefin composites with different compatibilizing agent type and content, *Thermochimica Acta*, V 451, Issues 1-2, 181-188 (2006),
- [70] **Andrzej K. Bledzki, Abdullah A. Mamuna,, Jürgen Volk**, Physical, chemical and surface properties of wheat husk, rye husk and soft wood and their polypropylene composites. *Composites: Part A* 41, 480–488 (2010).
- [71] **Hui Wang, Rui Chang, Kui-chuan Sheng, Mehrdad Adl, Xiang-qun Qian**, Impact Response of Bamboo–Plastic Composites with the Properties of Bamboo and Polyvinylchloride (PVC), *Journal of Bionic Engineering Suppl.* 28–33 (2008).
- [72] **H. Wang, K. C. Sheng , T. Lan, M. Adl, X.Q. Qian, S.M. Zhu**, Role of surface treatment on water absorption of poly (vinyl chloride) composites reinforced by *Phyllostachys pubescens* particles, *Composites Science and Technology* 70, 847–853 (2010).
- [73] **Silvia Luciana Fávaro , Milena Savioli Lopes , Alberto Gonçalves Vieira de Carvalho Neto , Ricardo Rogério de Santana , Eduardo Radovanovic**, Chemical, morphological, and mechanical analysis of rice husk/post-consumer polyethylene composites. *Composites: Part A* 41, 154–160 (2010).
- [74] **P. A. Sreekumar, Selvin P. Thomas , Jean marc Saiter , Kuruvilla Joseph , G. Unnikrishnan , Sabu Thomas**, Effect of fiber surface modification on the mechanical and water absorption characteristics of sisal/polyester composites fabricated by resin transfer molding. *Composites: Part A* 40, 1777–1784 (2009).
- [75] **Tao Yu, Jie Ren , Shumao Li , Hua Yuan , Yan Li**, Effect of fiber surface-treatments on the properties of poly (lactic acid)/ramie composites, *Composites: Part A* 41, 499–505 (2010).
- [76] **X. Y. Liu, G. C. Dai**, Surface modification and micromechanical properties of jute fiber mat reinforced polypropylene composites, *express Polymer Letters*, 299–307 (2007).
- [77] **Göran Grubbström, Allan Holmgren, Kristiina Oksman**, Silane-crosslinking of recycled low-density polyethylene/wood composites. *Composites: Part A* 41, 678–683 (2010).

- [78] **S. M. Luz J. Del Tio G.j.m. Rocha A.r. Gonçalves , A.p. Del'Arco Jr,** Cellulose and cellulignin from sugarcane bagasse reinforced polypropylene composites: Effect of acetylation on mechanical and thermal properties. *Composites: Part A* 39, 1362–1369 (2008).
- [79] **S. Alix, E. Philippe, A. Bessadok , L. Lebrun , C. Morvan , S. Marais,** Effect of chemical treatments on water sorption and mechanical properties of flax fibres *Bioresource Technology* 100, 4742–4749 (2009).
- [80] **Wei Zhang, Xinxing Zhang, Mei Liang, Canhui Lum,** Mechanochemical preparation of surface-acetylated cellulose powder to enhance mechanical properties of cellulose–filler-reinforced NR vulcanizates, *Composites Science and Technology* 68, 2479–2484 (2008).
- [81] **Zita Dominkovics, Livia Danyadi, Bela Pukanszky,** Surface modification of wood flour and its effect on the properties of PP/wood composites, *Composites, Part A* 38, 1893–1901 (2007).
- [82] **M.U. de la Orden, C. Gonzalez Sanchez, M. Gonza'lez Quesada, J. Martinez Urreaga,** Novel polypropylene–cellulose composites using polyethylenimine as coupling agent. *Composites: Part A* 38, 2005–2012 (2007).
- [83] **P.J. Herrera-Franco, A. Valadez-Gonzalez,** Mechanical properties of continuous natural fibre-reinforced polymer composites. *Composites, Part A* 35, 339–345 (2004).
- [84] **Ajay Karmarkar, S.S. Chauhan , Jayant M. Modak , Manas Chanda,** Mechanical properties of wood–fiber reinforced polypropylene composites: Effect of a novel compatibilizer with isocyanate functional group, *Composites: Part A* 38, 227–233 (2007).
- [85] **B. Ly, W. Thielemans, A. Dufresne, D. Chaussy, M.N. Belgacem,** Surface functionalization of cellulose fibres and their incorporation in renewable polymeric matrices, *Composites Science and Technology* 68 3193–3201(2008).
- [86] **N. Sgriccia, M.C. Hawley , M. Misra,** Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites. *Composites: Part A* 39, 1632–1637 (2008).
- [87] **L. Ghali, S. Msahli, M. Zidi, F. Sakli,** Effect of pre-treatment of Luffa fibres on the structural properties, *Materials Letters* 63, 61–63(2009).
- [88] **C. K. Hong, I. Hwang, N. Kim, D.H. Park, B.S. Hwang, C. Nah,** Mechanical properties of silanized jute–polypropylene composites, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 14, 71–76 (2008).
- [89] **V. Tserki, P. Matzinos, C. Panayiotou,** Novel biodegradable composites based on treated lignocellulosic waste flour as filler Part II. Development of biodegradable composites using treated and compatibilized waste flour. *Composites: Part A* 37, 1231–1238 (2006).

- [90] **H. Demir, U. Atikler, D. Balkose, F. Tihminlioglu**, The effect of fiber surface treatments on the tensile and water sorption properties of polypropylene–luffa fiber composites, *Composites, Part A* 37, 447–456 (2006).
- [91] **Fabiola Vilaseca, Alex Valadez-Gonzalez, Pedro J. Herrera-Franco, M. Àngels Pèlach Joan Pere López, Pere Mutjé**. Biocomposites from abaca strands and polypropylene, Part I: Evaluation of the tensile properties, *Bioresource Technology* 101, 387–395 (2010).
- [92] **Hee-Soo Kim, Byoung-Ho Lee, Seung-Woo Choi, Sumin Kim, Hyun-Joong Kim**, The effect of types of maleic anhydride-grafted polypropylene (MAPP) on the interfacial adhesion properties of bio-flour-filled polypropylene composites. *Composites: Part A* 38, 1473–1482 (2007).
- [93] **Alireza Shakri, Ali Ghasemian**, Water absorption and thickness swelling behavior of polypropylene reinforced with hybrid recycled newspaper and glass fiber, *Appl Compos Mater* (2009).
- [94] **M.S. Islam, K.L. Pickering, N.J. Foreman**, Influence of alkali treatment on the interfacial and physico-mechanical properties of industrial hemp fibre reinforced polylactic acid composites. *Composites: Part A* 41, 596–603 (2010).
- [95] **H. Djidjelli, D. Benachour, A. Boukerrou, O. Zefouni, J. Martinez-Véga, J. Farenc, M. Kaci**, Thermal, dielectric and mechanical study of poly(vinyl chloride)/olive pomace composites, *eXPRESS Polymer Letters*, 846–852 (2007).
- [96] **Guimes Rodrigues Filho, Douglas Santos Monteiro, Carla da Silva Meireles, Rosana Maria Nascimento de Assuncao, Daniel Alves Cerqueira, Hernane Silva Barud, Sidney J.L. Ribeiro, Younes Messadeq**, Synthesis and characterization of cellulose acetate produced from recycled newspaper, *Carbohydrate Polymers* 73, 74–82 (2008).
- [97] **Ramesh Chander Kuhad, Girija Mehta, Rishi Gupta, Krishna Kant Sharma**, Fed batchenzymatic saccharification of news paper celluloses improves the sugar content in the hydrolysates and eventually the ethanol fermentation by *Saccharomyces cerevisiae*, *biomass and bioenergy* 34, 1189e1 1 9 4 (2010).
- [98] **Nuria Ferrer, Anna Vila**, Fourier transform infrared spectroscopy applied to ink characterization of one-penny postage stamps printed 1841–1880, *Analytica Chimica Acta* 555 161–166 (2006).
- [99] **Carla da Silva Meireles, Guimes Rodrigues Filho, Moacir Fernandes Ferreira Jr., Daniel Alves Cerqueira, Rosana Maria Nascimento Assunção, Elaine Angélica Mundim Ribeiro, Patricia Poletto, Mara Zeni**, Characterization of asymmetric membranes of cellulose acetate from biomass: Newspaper and mango seed. *Carbohydrate Polymers* 80, 954–961 (2010).
- [100] **Tejado A., Peña C., Labidi J., Echeverria J. M., Mondragon I**, Physicochemical characterization of lignins from different sources for use in phenol– formaldehyde resin synthesis, *Bioresource Technology*, 98(8), 1655–1663 (2007).

- [101] **J. Senvaitiene, A. Beganskiene and A. Kareiva**, Spectroscopic evaluation and characterization of different historical writing inks, *Vibrational Spectroscopy* 37, 61-67 (2005).
- [102] **Beatriz A.P. Ass, Gabriela T. Ciacco, Elisabete Frollini**, Cellulose acetates from linters and sisal: Correlation between synthesis conditions in DMAc/LiCl and product properties *Bioresource Technology* 97, 1696–1702 (2006).
- [103] **Hornsby P.R. , Hinrichsen E, Trivedi K.**, Preparation and properties of polypropylene composites reinforced with wheat and flax straw fibers, Part 1, Fiber characterization, *J Mater Sciences* 32:443–9 (1997).
- [104] **M. S. Huda, A. K. Mohanty, L. T. Drzal, M. Misra**, Physico-mechanical properties of Green composites from polylactic acid (PLA) and cellulose fibers, Michigan State University, (2004).
- [105] **A. Bessadok, S. Roudesli , S. Marais , N. Follain , L. Lebrun**, Alfa fibres for unsaturated polyester composites reinforcement: Effects of chemical treatments on mechanical and permeation properties, *Composites: Part A* 40, 184–195(2009).
- [106] **Costas Tsiptsiasa, Kyriaki G. Sakellarioua, Ioannis Tsivintzelis , Lambrini Papadopouloub, Costas Panayiotou**, Preparation and characterization of cellulose acetate–Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite nanofibrous materials, *Carbohydrate Polymers* 81, 925–930 (2010).
- [107] **M. Peres de Paula, T. M. Lacerda, E. Frollini**, Sisal cellulose acetates obtained from heterogeneous reactions, *eXPRESS Polymer Letters* Vol.2, No.6, 423–428 (2008).
- [108] **Rodrigue Safou-Tchiama, Bernard de Jeso, Aristide Gervais Akagah, Gilles Sebe Michel Petraud**, A preliminary survey of the interfacial bonding of some tropical hardwoods towards succinic anhydride and 2-octen-1-yl succinic anhydride molecules: Impact of lignin and carbohydrate polymers structure on the chemical reactivity, *Industrial Crops and Products* 26, 173–184 (2007).
- [109] **L. Wojnarovits, Cs.M.Foldv ry, E.Takacs**, Radiation-induced grafting of cellulose for adsorption of hazardous water pollutants: A review, *Radiation Physics and Chemistry* 79 848–862 (2010).
- [110] **E. Tronc , C.A. Herná'ndez-Escobar , R. Ibarra-Go'mez , A. Estrada-Monje , J. Navarrete-Bolan'os, E.A. Zaragoza-Contreras**, Blue agave fiber esterification for the reinforcement of thermoplastic composites, *Carbohydrate Polymers* 67, 245–255 (2007).
- [111] **Xiushan Fan, Zhao-Tie Liu, Zhong-Wen Liu**, Preparation and application of cellulose triacetate microspheres, *Journal of Hazardous Materials* 177, 452–457 (2010).

- [112] **C. F. Liu, R. C. Sun, A. P. Zhang, J. L. Ren, X. A. Wang, M. H. Qin, Z. N. Chao , W. Luo**, Homogeneous modification of sugarcane bagasse cellulose with succinic anhydride using a ionic liquid as reaction medium, *Carbohydrate Research* 342, 919–926 (2007).
- [113] **Andrzej K. Bledzki, Omar Faruk**, Injection moulded microcellular wood fibre–polypropylene composites, *Composites: Part A* 37, 1358–1367 (2006).
- [114] **Suhara Panthapulakkal, Mohini Sain**, Agro-residue reinforced high-density polyethylene composites: Fiber characterization and analysis of composite properties, *Composites: Part A* 38, 1445–1454 (2007).
- [115] **Maya Jacob John, Sabu Thomas**, Biofibres and biocomposites, *Carbohydrate Polymers* 71, 343–364 (2008).
- [116] **Daniel Pasquini, Eliangela de Morais Teixeira, Antonio Aprigio da Silva Curvelo, Mohamed Naceur Belgacem, Alain Dufresne**, Surface esterification of cellulose fibres: Processing and characterisation of low-density polyethylene/cellulose fibres composites, *Composites Science and Technology* 68, 193–201(2008).
- [117] **Djidjeli H, Boukerrou A, Founas R, Rabouhi A, Kaci M, Farenc J, Vega JJM, D. Benachour**, Preparation and characterization of poly (vinyl chloride)/virgin and treated sisal fiber composites, *J Appl Polymer Science* 103, 3630-3636 (2007).
- [118] **Andrzej K. Bledzki , Adam Jaszkiewicz , Dietrich Scherzer**, Mechanical properties of PLA composites with man-made cellulose and abaca fibres, *Composites: Part A* 40, 404–412 (2009).
- [119] **Alireza Ashori, Amir Nourbakhsh**, Performance properties of microcrystalline cellulose as a reinforcing agent in wood plastic composites, *Composites: Part B* xxx (2010) xxx–xxx, in press.
- [120] **Magnus Bengtsson, Kristiina Oksman**, The use of silane technology in cross linking polyethylene/wood flour composites, *Composites, Part A* 37, 752–765 (2006).
- [121] **J. E. Crespo, R. Balart, L. Sanchez, J. Lopez**, Mechanical behaviour of vinyl plastisols with cellulose fillers, Analysis of the interface between particles and matrices, *International Journal of Adhesion and Adhesives* 27, 422-428 (2007).
- [122] **L. M. Matuana, R. T. Woodhams, J. J. Balatinez, C. B. Park**, Influence of interfacial interaction on the properties of PVC/ cellulose-fiber composites, *Polymer composites*, vol 19, N° 4, 446-455 (1998).
- [123] **Alireza Ashori**, Hybrid composites from waste materials, *J Polym Environ* (2009).
- [124] **Md. Rezaur Rahman, Md. Monimul Huque, Md. Nazrul Islam, Mahbub Hasan**, Mechanical properties of polypropylene composites reinforced with chemically treated abaca, *Composites: Part A* 40, 511-517 (2009).

- [125] **Maya Jacob John, Cornelia Bellmann, Rajesh D. Anandjiwala**, Kenaf–polypropylene composites: Effect of amphiphilic coupling agent on surface properties of fibres and composites, *Carbohydrate Polymers* xxx (2010) xxx–xxx in press.
- [126] **Supranee Sangthong, Thirawudh Pongprayoon, Nantaya Yanumet**, Mechanical property improvement of unsaturated polyester composite reinforced with admicellar-treated sisal fibers, *Composites: Part A* 40, 687–694 (2009).
- [127] **Nuria Burgos, Alfonso Jimenez**, Degradation of poly (vinyl chloride) plasticized with non-phthalate plasticizers under sterilization conditions, *Polymer Degradation and Stability* 94, 1473–1478 (2009).
- [128] **Yannick Soudais, Ludivine Moga, Jaroslav Blazek , Florent Lemort** , Coupled DTA–TGA–FT-IR investigation of pyrolytic decomposition of EVA, PVC and cellulose, *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 78, 46–57(2007).
- [129] **Chen, Y., Chen Lin, H., Lee, Y.** The effects of filler content and size on the properties of PTFE/SiO<sub>2</sub> composites. *Journal of Polymer Research*, 10, 247-258 (2003).
- [130] **Lai, C. Y., Sapuan, S. M., Ahmad, M., Yahya, N.** Mechanical and electrical properties of coconut coir fibre reinforced polypropylene composites. *Polymer Plastic Technology and Engineering*, 44, 619-632 (2005).
- [131] **Shinoj S., Visvanathan R., Panigrahi S.**, Towards industrial utilization of oil palm fibre: Physical and dielectric characterization of linear low density polyethylene composites and comparison with other fibre sources, *biosystems engineering* 106, 378-388 (2010).
- [132] **Jacob M., Varughese, K. T., Thomas, S. ,** Dielectric characteristics of Sisal oil palm hybrid biofibre reinforced natural rubber biocomposites. *Journal of Material Science*, 41, 5538-5547 (2006).
- [133] **Florin Ciuprina, Traian Zaharescu, Silviu Jipa, Iona Plesa, Petru V. Notingher , Denis Panaitescu**, Dielectric properties and thermal stability of g-irradiated inorganic nanofiller modified PVC, *Radiation Physics and Chemistry* 79, 379–382 (2010).

## Résumé

Les composites à base de polymères renforcés avec les fibres lignocellulosiques, représentent une classe de matériau intermédiaire entre les polymères synthétique non biodégradables et les polymères naturels totalement biodégradables. Toute fois l'association d'une fibre naturelle hydrophile à un polymère généralement hydrophobe nécessite une modification chimique ou physique. Cette présente étude consiste à l'élaboration des composites à matrice PVC fibre de papier journal. Le papier journal est désancré puis traité chimiquement par l'anhydride acétique, et comparé avec les composites à fibre de cellulose industrielle. Le désencrage et la modification chimique du papier journal sont confirmés par l'analyse IRTF et la morphologie des fibres par le MEB. La densité, la dureté, le test d'absorption d'eau, les propriétés de traction et thermiques des composites de 20% en fibres (papier journal brut, désancré, traité et la cellulose industrielle) ont été étudié.

Les résultats ont montré que : Les composites avec les fibres traitées ont montré le plus bas pourcentage dans l'absorption d'eau parmi les autres composites. La dureté des composites est presque stable par rapport à la matrice PVC. La contrainte à la rupture des composites a diminué d'environ 40% par rapport à la matrice. L'allongement à la rupture des composites a subit une grande diminution surtout pour les composites PVC / papier journal brut qui est de 7% alors que celui de la matrice est de 179%. Le module d'Young des composites à augmenté pour les différents composites. Les composites PVC-PJD, PVC-PJDT et PVC-CI sont légèrement plus stable que la matrice PVC, alors que les composites PVC-PJB sont plus stable que la matrice PVC.

## **Abstract**

The composites containing polymers reinforced with lignocellulosic fibres, represent an intermediate material class between nonbiodegradable polymers synthetic and completely biodegradable natural polymers. Any time the association of an absorbent natural fibre to a generally hydrophobic polymer requires a chemical or physical modification. This present study consists with the development of the composites with matrix PVC fibre of newspaper. The newspaper is inked then treated chemically by anhydride acetic, and compared with the composites with industrial cellulose fibre. The de-inking and the chemical modification of the newspaper are confirmed by analysis IRTF and the morphology of fibres by the MEB. The density, hardness, the test of absorption of water, the properties of traction and thermics of the composites of fibre 20% (rough, inked, treated newspaper and the industrial cellulose) were studied.

The results showed that: The composites with treated fibres showed the low percentage in the absorption of water among the other composites. The hardness of the composites is almost stable compared to matrix PVC stress the rupture of the composites decreased by approximately 40% compared to the matrix. Elongation at the fracture of the composites has especially undergoes a great reduction for the composites PVC/rough newspaper which is of 7% whereas that of the matrix is of 179%. The Young modulus of the composites with increased for the various composites. The composites are slightly more stable than matrix PVC.