

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

*Université Abderrahmane Mira de Bejaïa
Faculté de la Technologie
Département de Génie des Procédés
Laboratoire des matériaux organiques*

MÉMOIRE

Présenté par

Nacéra CHIBANI

En vue de l'obtention du diplôme de

MAGISTER

En Génie des Procédés
Option : Génie des Polymères
Laboratoire de Chimie Organique

DESENCRAGE DU PAPIER JOURNAL ET SON INCORPORATION COMME FIBRE DANS UNE MATRICE POLYCHLORURE DE VINYLE

Devant le jury :

Président	Mr. M. KACI	Professeur	Université de Bejaia
Examineurs	Mr. F. REZGUI	Maître de conférences	Université de Bejaia
	Mr. A. BOUKERROU	Maître de conférences	Université de Bejaia
Rapporteur	Mr. H. DJIDJELLI	Professeur	Université de Bejaia

2009-2010

REMERCIEMENTS

Comme le veut la tradition, je vais tenter de satisfaire au difficile exercice de la page des remerciements, peut-être la tâche la plus ardue de cette année de travail. Non qu'exprimer ma gratitude envers les personnes en qui j'ai trouvé un soutien soit contre ma nature, bien au contraire. La difficulté tient plutôt dans le fait de n'oublier personne. C'est pourquoi, je remercie par avance ceux dont les noms n'apparaissent pas dans cette page et qui m'ont aidé d'une manière ou d'une autre.

Je désire alors exprimer ma profonde gratitude au Professeur Hocine DJIDJELLI & Docteur Amar BOUKERROU pour avoir accepté de me diriger patiemment et sans qui cette thèse n'aurait pu avoir lieu. Ils furent les premiers à croire en moi. En m'accueillant au sein de leur laboratoire, ils ont mis à ma disposition toutes les conditions nécessaires à la réalisation de ce projet de recherche. Je leur suis infiniment reconnaissante de la bienveillance dont ils ont fait preuve à mon égard, de leur appui, à la fois, constant et amical, de leurs encouragements incessants et de leur confiance qui ne s'est jamais démentie.

J'adresse ensuite toute ma reconnaissance au Pr. M. KACI pour avoir accepté de présider le jury de cette thèse, à Dr. A. BOUKERROU et Dr. F. REZGUI pour avoir acceptés de juger ce travail en tant qu'examineurs. Leurs remarques et suggestions me permettront d'apporter des améliorations à la qualité de mon rapport.

Tout travail de recherche en thèse nécessite, outre les directeurs de thèse, la contribution scientifique de personnes du laboratoire ou extérieures qui peuvent aider soit par leurs compétences dans des domaines bien particuliers, soit par le recul qu'ils peuvent avoir par rapport au sujet.

Je tenais à exprimer à cet égard ma sincère gratitude à Samira pour m'avoir aidée, avec patience. Son aide et ses connaissances ont été indispensables à la réalisation de mon travail de thèse et je n'oublierai pas son implication, sa disponibilité et son efficacité.

Je tiens à remercier Dallila et Maria, c'est ensemble que nous avons débuté cette aventure, je n'oublierai pas les moments passé ensemble, les rires, les pleurs, ce fut un régal de partager les creux et les bosses avec elles.

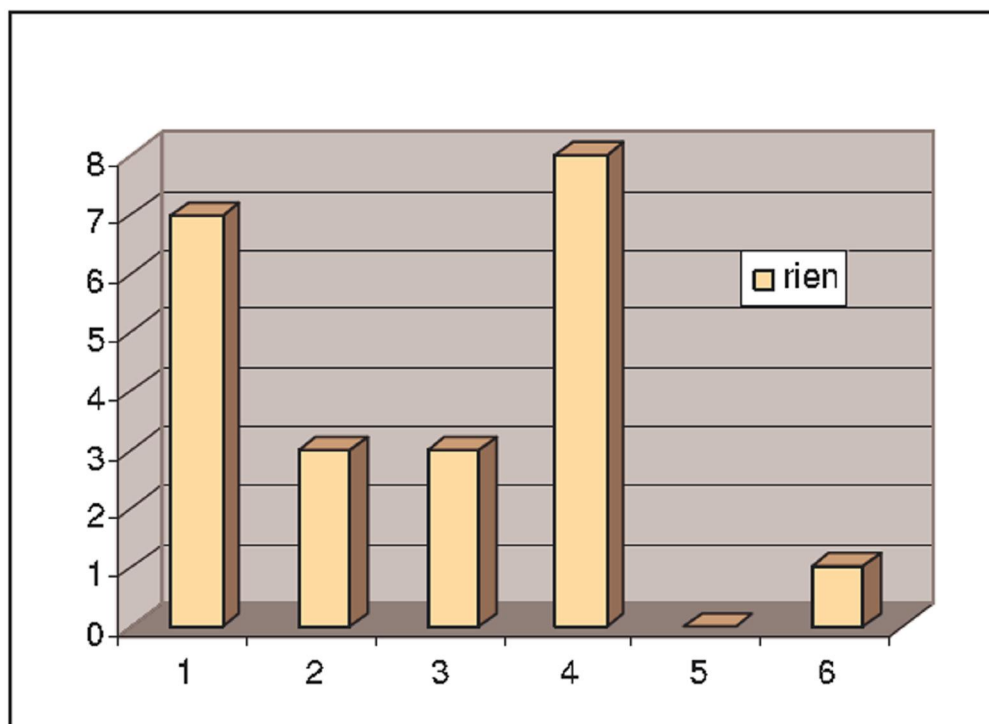
Je voudrais également adresser mes remerciements à tous les membres du laboratoire de chimie organique : Badrina, Nora, Chadia, Salem et M^{me} Moussi qui par leur participation directe ou indirecte m'ont permis de travailler efficacement. Je voudrais souligner l'ambiance amicale et détendue régnant au sein du laboratoire.

Merci également aux techniciens M^r M. MAMASSE, M^{me} F. BRADAI, M^{me} BENAMOUR, Hassen sans qui cette thèse ne serait pas illustrée de si beaux clichés de microscopie électronique, de spectre infrarouge et diffraction de rayons X.

Qu'il est agréable d'avoir face à soi des gens sympathiques et serviables ! Je tiens à cet égard à remercier M^{me} F. Aissani qui m'a prodigué des conseils scientifiques, fourni une aide matérielle et technique, ou tout simplement humaine.

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

Je ne puis conclure sur une autre chose qu'un histogramme ! En fait si, je peux, enfin pourquoi se priver alors qu'on a quartier libre! Ci – dessous donc, un histogramme, qui ne contient aucune info et pas même un titre.....OH, ça fait un bien fou !!!!



DEDICACES

Mes pensées vont à l'ensemble de mes proches. Leur amour, leur confiance et leur soutien m'ont aidé à surmonter bien des obstacles. Ce travail est autant le mien que le leur.

Je pense naturellement à mes parents si précieux, Ils m'ont toujours aidée et encouragée. Je les remercie pour leur réconfort dans les moments de doute et pour leurs prières incessantes à Dieu Tout Puissant. Ils m'ont donnée la force intérieure d'aller au bout de ce parcours. Ces quelques mots ne suffiront jamais à exprimer tout ce que je leur dois.

Ma grande reconnaissance s'adresse naturellement aussi à ma tendre moitié... Merci! Abdelhak pour ta patience, tes sacrifices, et tes encouragements. Je n'oublierai jamais ce que tu as fait pour moi.

Je voudrais témoigner également toute mon affection à mon frère Ahmed et mes sœurs : Katia et Lydia pour l'appui moral déterminant qu'ils m'ont apporté.

A mes grands-mères, Quoique je puisse dire, je ne peux exprimer mes sentiments d'amour et de respect à votre égard. Puisse le tout puissant, vous procurer une longue et heureuse vie.

Je n'oublie pas :

Mes beaux-parents ;

Mes beaux frères et mes belles sœurs ;

Mes amies : Samia, Nadia, Lilla, Nassima, Souad, Karima et Houria.



Résumé

Les composites ne cessent d'évoluer vers des produits qui sont, soit le moins coûteux possible, soit le plus performant, ou bien les deux à la fois. De plus dans un souci de protection de l'environnement et de santé publique, les produits tendent à intégrer un caractère écologique. L'idée essentielle de cette étude étant de valoriser l'un des sous-produits de l'industrie de papeterie à savoir le papier journal dans l'élaboration et la caractérisation de matériaux à matrice polychlorure de vinyle. Nous nous sommes tout particulièrement intéressés à l'effet du désencrage du papier journal sur les propriétés mécaniques, morphologique, physiques, thermiques et diélectriques du PVC pour des taux de charge variant de 10 à 40% massique en fibre de papier journal.

La mise en évidence de la réaction de désencrage a été examinée entre autres par spectroscopie infrarouge et diffraction de rayons X. Les résultats de l'analyse IRTF ont permis de mettre en évidence la réaction de désencrage, confirmée par la diminution de la bande d'absorption à 3354 cm^{-1} caractéristique des groupements hydroxyles (-OH) ainsi qu'une augmentation du taux de cristallinité de la fibre cellulosique après réaction de désencrage. Les résultats ont montré une amélioration des propriétés mécaniques des composites PVC/PJD confirmée par les résultats MEB où une meilleure adhésion interfaciale fibre / matrice a été observée pour les composites à fibres de papier journal désencrées. Cependant, l'introduction de la fibre de papier journal désencrée a provoqué la diminution de la température de début de décomposition, mais en revanche a permis l'amélioration de la température maximale de décomposition. La tension de claquage est l'une des caractéristiques étudiées, les résultats ont montré la diminution de cette propriété avec l'augmentation du taux de charge de la fibre de papier journal brut, tandis que la présence de la fibre de papier journal désencrée n'a presque aucune influence sur cette propriété.

Mots clés : PVC, papier journal, désencrage, composites, cellulose, hémicellulose, lignine, fibres naturelles.

Liste des abréviations

AAPP : PP greffé à l'acide acétique;

ATG : Analyse thermogravimétrique;

cm : centimètre;

DOP : Dioctylphtalate;

DRX : Diffraction de rayons X;

DSC : Analyse calorimétrique différentielle à balayage;

DSM : Déchets solides municipaux;

DTG : dérivée de perte de masse;

F : Farad;

FB : fibres de bois;

FGO : Farine de grignon d'olive;

GPa : Gega Pascal;

Hz : Hertz;

KV : Kilo Volt;

m : mètre;

MEB : Microscopie électronique à balayage;

MPa : méga Pascal;

PAV : polyacétate de vinyle;

PE : polyéthylène;

PEBD : Polyéthylène basse densité;

PEHD : Polyéthylène haute densité;

PJ : Papier journal;

PJB : Papier journal brut;

PJD : Papier journal désencré;

pF : pico Farad;

PMMA : polyméthacrylate de méthyl;

PP : Polypropylène;

PP-g-MA : PP greffé à l'anhydride maléique;

PLA : Poly(acide lactique);

POM : Analyse microscopique optique polarisée;

PS : polystyrène;

PVC : Polychlorure de vinyle;

Tc : Taux de cristallinité;

TD : thermodurcissable;

TP : thermoplastique.

Liste des figures

Figure I.1.1. Répartition de la consommation européenne des plastiques par domaine industriel.

Figure I.1.2. Champs d'application du polychlorure de vinyle.

Figure I.1.3. Schéma résumant le principe de la polymérisation du chlorure de vinyle.

Figure I.1.4. Nombre d'article et de brevets de matériaux composites renforcés par des fibres lignocellulosiques (1995-2007).

Figures I.1.5. Principales fibres naturelles.

Figure I.1.6. Le cellobiose, unité de base de la cellulose.

Figure I.1.7. Structure de la cellulose : (1 → 4) -D-glucopyranose. Les possibilités de liaisons hydrogène sont notées en pointillé.

Figure I.1.8. Niveaux d'organisation supramoléculaire de la cellulose du bois.

Figure I.1.9. Structure chimique de l'hémicellulose.

Figure I.1.10. Unités précurseurs de la lignine.

Figure I.1.11. Formation de liaisons hydrogènes entre les fibres : A. fibres raffinées dans l'eau, B., fibres raffinées séchées.

Figure I.1.12. Estimation des déchets municipaux dans le monde.

Figure I.1.13. Principe du calandrage.

Figure III.2.1. Formule chimique du DOP.

Figure III.2.2. Photo du protocole expérimental utilisé lors du procédé de désencrage.

Figure III.2.3. Photo du Turbo mélangeur.

Figure III.2.4. Photo de la calandre utilisée.

Figure III.2.5. Photo de la presse à table utilisée.

Figure III.3.1. Diffractogramme type de la fibre de papier journal désancrée entre 10 et 70°.

I_{am} correspond à l'intensité diffractée à $2\theta = 18^\circ$; I_{002} est l'intensité diffractée à $2\theta = 22,4^\circ$.

Figure III.3.2. Photo du test d'absorption d'eau.

Figure III.3.3. Représentation schématique d'une courbe contrainte/déformation intrinsèque d'un essai uniaxial.

Figure III.3.4. Photo de la machine de traction.

Figure III.3.5. Photo du four de l'appareillage de l'analyse thermogravimétrique.

Figure III.3.6. Photo de l'appareillage MEB.

Figure III.3.7. Appareillage de mesure de la tension de claquage.

Figure III.3.8. Photo de la cellule de mesure des propriétés diélectriques.

Figure IV.1.1. Photo de la fibre de papier journal brute et désencrée après broyage.

Figure IV.1.2. Spectre IR de la cellulose non traitée.

Figure IV.1.3. Spectres (IRTF) du PJ brut et désencré.

Figure IV.1.4. Microscopie en MEB des fibres de papier journal a) brutes, b) désencrées.

Figure IV.1.5. Thermogrammes ATG de la fibre de papier journal brute et désencrée.

Figure IV.1.6. Thermogrammes DTG de la fibre de papier journal brute et désencrée.

Figure IV.1.7. Spectre DRX de la fibre de papier journal brute et désencrée.

Figure IV.2.1. Spectre DRX du PVC vierge et des composites PVC/PJB à différents taux de charge de la fibre brute.

Figure IV.2.2. Spectre DRX des composites PVC/PJ brut et désencré avec 10% de charge.

Figure IV.2.3. Spectre DRX des composites PVC/PJ brut et désencré avec 20% de charge.

Figure IV.2.4. Spectre DRX des composites PVC/PJ brut et désencré avec 30% de charge.

Figure IV.2.5. Spectre DRX des composites PVC/PJ brut et désencré avec 40% de charge.

Figure IV.2.6. Evolution du taux de cristallinité des composites PVC/PJ brut et désencré en fonction du taux de la fibre de papier journal.

Figure IV.2.7. Evolution de la densité des composites PVC/PJ en fonction du taux de charge de la fibre de papier journal brute et désencrée.

Figure IV.2.8. Evolution du taux d'absorption d'eau du composite PVC/PJB en fonction du temps d'immersion.

Figure IV.2.9. Evolution du taux d'absorption d'eau pour un taux de charge de 10% en fibre de papier journal brute et désencrée.

Figure IV.2.10. Evolution du taux d'absorption d'eau pour un taux de charge de 20% en fibre de papier journal brute et désencrée.

Figure IV.2.11. Evolution du taux d'absorption d'eau pour un taux de charge de 30% en fibre de papier journal brute et désencrée.

Figure IV.2.12. Evolution du taux d'absorption d'eau pour un taux de charge de 40% en fibre de papier journal brute et désencrée.

Figure IV.2.13. Images du microscope électronique à balayage des composites * 200.

a) 10% PJB b) 20% PJB, c) 30% PJB et d) 40% PJB.

Figure IV.2.14. Images du microscope électronique à balayage des composites * 200.

a) 10% PJD b) 20% PJD, c) 30% PJD et d) 40% PJD.

Figure VI.2.15. Photos des éprouvettes après traction pour des composites présentant différents taux de fibres de papier journal brutes et désencrées.

Figure IV.2.16. Evolution de la résistance à la traction en fonction des taux de fibres incorporées.

Figure IV.2.17. Evolution de l'allongement à la rupture en fonction des taux charge.

Figure IV.2.18. Evolution du module de Young en fonction des taux charge de papier journal.

Figure IV.2.19. Evolution de la dureté shore D en fonction du taux de papier journal brut et désencré.

Figure IV.2.20. Thermogrammes TG de la matrice PVC et des composites PVC/PJB pour différents taux de charge.

Figure IV.2.21. Thermogrammes DTG de la matrice PVC et des composites PVC/PJB pour différents taux de charge.

Figure IV.2.22. Thermogrammes TG de la matrice PVC et des composites PVC/PJ brut et désencré pour 10% de taux de charge.

Figure IV.2.23. Thermogrammes TG de la matrice PVC et des composites PVC/PJ brut et désencré pour 20% de taux de charge.

Figure IV.2.24. Thermogrammes TG de la matrice PVC et des composites PVC/PJ brut et désencré pour 30% de taux de charge.

Figure IV.2.25. Thermogrammes TG de la matrice PVC et des composites PVC/PJ brut et désencré pour 40% de taux de charge.

Figure IV.2.26. Thermogrammes DTG de la matrice PVC et des composites PVC/PJ brut et désencré pour 10% de taux de charge.

Figure IV.2.27. Thermogrammes DTG de la matrice PVC et des composites PVC/PJ brut et désencré pour 20% de taux de charge.

Figure IV.2.28. Thermogrammes DTG de la matrice PVC et des composites PVC/PJ brut et désencré pour 30% de taux de charge.

Figure IV.2.29. Thermogrammes DTG de la matrice PVC et des composites PVC/PJ brut et désencré pour 40% de taux de charge.

Figure IV.2.30. Evolution de la tension de claquage des composites en fonction du taux de charge des fibres de papier journal.

Figure IV.2.31. Evolution de la permittivité des composites en fonction du taux de charge des fibres de papier journal.

Figure IV.2.32. Evolution du facteur de pertes diélectriques des composites en fonction du taux de charge des fibres de papier journal.

Liste des tableaux

Tableau I.1.1. Caractéristiques essentielles des matrices thermoplastiques.

Tableau I.1.2. Caractéristiques essentielles des matrices thermodurcissables.

Tableau I.1.3. Part des procédés de fabrication de PVC.

Tableau I.1.4. Comparaison entre les fibres naturelles et les fibres de verre.

Tableau III.1.1. Propriétés physico-chimiques de la résine polychlorure de vinyle (PVC).

Tableau III.1.2. Propriétés physico-chimiques du DOP.

Tableau III.1.3. Propriétés physiques du Ca/Zn.

Tableau III.1.4. Propriétés physiques du lubrifiant.

Tableau III.1.5. Principales caractéristiques de la fibre papier journal.

Tableau III.1.6. Principales caractéristiques de l'hydroxyde de sodium.

Tableau III.1.7. Principales caractéristiques du peroxyde d'hydrogène.

Tableau III.2.1. Composition des différentes formulations.

Tableau III.3.1. Caractéristique de l'appareillage du test diélectrique.

Tableau IV.2.1. Valeurs du taux de cristallinité des différentes formulations.

Tableau IV.2.2. Comparaison du comportement thermique des différents composites.

SOMMAIRES

Sommaire

Résumé

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale 1

Chapitre I. Généralités sur les matériaux composites

I.1. Matériaux composites	3
I.1.1. Généralités	3
I.1.2. Historique	4
I.1.3. Constitution d'un matériau composite	4
I.1.3.1. Matrice	5
a) Thermoplastiques	5
b) Thermodurcissables	7
c) Elastomères	8
I.1.3.2. Polychlorure de vinyle	8
a) Généralités	8
➤ Stabilisants	9
➤ Lubrifiants	9
➤ Plastifiants	9
b) Procédés de fabrication du PVC	10
I.1.4. Renforts et charges	12
I.1.4.1. Fibres naturelles	13
a) Principaux constituants des fibres naturelles	15
➤ Cellulose	15
➤ Hémicellulose	17

➤ Lignine	18
b) Papier	19
➤ Généralités	19
➤ Fabrication du papier	20
• Pâtes mécaniques	20
• Pâtes chimiques	20
➤ Théorie de formation de la feuille de papier	21
I.1.5. Techniques de fabrication des composites	23
I.1.5.1. Synthèse chimique	23
I.1.5.2. Extrusion	24
I.1.5.3. Calandrage	25
I.1.6. Interface matrice-renfort dans un matériau composite	26
I.1.7. Modifications des interactions à l'interface	26
I.1.7.1. Modification physique	26
I.1.7.2. Modification chimique	27

Chapitre II. Rappels bibliographiques 28

Chapitre III. Matériaux utilisés et techniques expérimentales

III.1. Matériaux utilisés	39
III.1.1. Polychlorure de vinyle	39
III.1.2. Additifs	40
III.1.2.1. Plastifiant	40
III.1.2.2. Stabilisant thermique	41
III.1.2.3. Lubrifiant	41
III.1.3. Charge	41
III.1.4. Hydroxyde de sodium	42
III.1.5. Peroxyde d'hydrogène	42

III.2. Techniques expérimentales	42
III.2.1. Désencrage du papier journal	42
III.2.2. Préparation des composites	43
III.2.2.1. Formulations	43
III.2.2.2. Mélangeur à cylindres	44
III.2.2.3. Calandrage	44
III.2.2.4. Moulage par compression	46
III.3. Techniques de caractérisation	46
III.3.1. Analyse spectrale (IRTF)	47
III.3.2. Diffraction des rayons X (DRX)	47
III.3.2.1. Méthode de Segal	48
III.3.3. Propriétés physiques	49
III.3.3.1. Détermination de la densité	49
III.3.3.2. Absorption d'eau	49
III.3.4. Caractérisation des propriétés mécaniques	50
III.3.4.1. Test de traction	50
III.3.4.2. Dureté shore D	52
III.3.5. Propriétés thermiques	52
III.3.6. Microscopie électronique à balayage (MEB)	53
III.3.7. Propriétés diélectriques	54
III.3.7.1. Tension de claquage	55
III.3.7.2. Permittivité et facteur de pertes diélectriques	55
III.3.7.3. Calcul de la permittivité et du facteur de pertes diélectriques	56

Chapitre IV. Résultats et Discussion

IV.1. Caractérisation de la fibre	57
IV.1.1. Analyse spectroscopique (IRTF)	58
IV.1.2. Microscopie électronique à balayage	61

IV.1.3. Caractérisation thermique	61
IV.1.3.1. Analyse thermogravimétrique	61
IV.1.3.2. Thermogrammes DTG	63
IV.1.4. Diffraction des rayons X	64
IV.2. Caractérisation des composites	66
IV.2.1. Caractérisation par diffraction de rayons X	66
IV.2.2. Caractérisation physique	70
IV.2.2.1. Test de densité	70
IV.2.2.2. Absorption d'eau	71
a) Effet du taux de la fibre PJB	71
b) Effet du désencrage	73
IV.2.3. Caractérisation morphologique	75
IV.2.4. Caractérisation mécanique	77
IV.2.4.1 Contrainte à la rupture	78
IV.2.4.2. Allongement à la rupture	79
IV.2.4.3. Module d'Young	81
IV.2.4.4. Dureté shore D	82
IV.2.5. Caractérisation thermique	83
IV.2.5.1. Effet du taux de la fibre PJB	84
IV.2.5.1. Effet du désencrage	86
IV.2.6. Caractérisation diélectrique	91
IV.2.6.1. Tension de claquage	91
IV.2.6.2. Permittivité et facteur de pertes diélectriques	92
Conclusion générale	95

Références Bibliographiques

Annexes

INTRODUCTION

GENERALE

Introduction générale

Le développement et les changements rapides des produits, des pratiques technologiques et industrielles sont accompagnés par de nouvelles générations de matériaux. Parmi ces matériaux, les composites ne cessent d'évoluer vers des produits qui sont, soit le moins coûteux possible, soit le plus performant, ou bien les deux à la fois. De plus, dans un souci de protection de l'environnement et de santé publique, les composites tendent à intégrer un caractère écologique (ex : matières recyclées ou biodégradables). En effet dans le souci de préservation des ressources fossiles, et dans un effort de réduction de la pollution, se sont développés, parallèlement, des matériaux composites biodégradables en substitution aux composites traditionnels. Ces nouveaux matériaux présentent un intérêt supplémentaire. Ils sont en effet facilement dégradables donc sans nocivité pour l'environnement.

Il est bien connu que des quantités considérables de papier sont présentes dans les déchets municipaux. Les études montrent que les décharges sont constituées d'environ 32% de papier avec les plus importantes composantes de ces déchets provenant de vieux journaux imprimés **Baroulaki et al. (2006)**. La possibilité d'employer ces déchets de papier dans le développement de composites est très attrayante, particulièrement en ce qui concerne la grande quantité de journal produite. Le renforcement des polymères par les fibres végétales tel que le papier présentent des propriétés mécaniques spécifiques importantes et de nombreux atouts si on s'intéresse aux impacts environnementaux. Ces fibres peuvent se substituer aux fibres de verre dans de nombreux domaines ou permettre d'atteindre de nouveaux marchés. La fibre réutilisée de cellulose de journal renforçant une matrice polymère peut trouver des applications en tant que matériaux structuraux pour l'industrie de bâtiment, tels que les systèmes porteurs de toit, les composants de l'encadrement, des portes, des meubles, et des pièces intérieures des véhicules à moteur qui pourraient être semblables aux composites à base de bois **Huda et al. (2007)**.

Le laboratoire des matériaux organiques de Bejaia, qui possède depuis de nombreuses années des compétences dans le domaine des matériaux polymères, a souhaité développer des travaux sur les polymères renforcés par des fibres de papier journal. Il s'agit ici de caractériser l'influence du désencrage de la fibre de papier journal et l'effet de son incorporation sur les propriétés des matériaux produits. En effet, les rares travaux présentés jusqu'alors sur ce domaine dans la littérature pour des composites PP, PEHD, PEBD/fibre de papier journal **Baroulaki et al. (2006)**, PLA, PP/fibre de papier journal **Huda et al. (2007)** et PS/fibre de papier journal **Nasser et al. (2009)** ont été concentrés sur les propriétés mécaniques des

matériaux, sans intérêt particulier pour le procédé de désencrage. Les performances (mécaniques ou techniques) sont étroitement liées aux propriétés des constituants (renfort et matrice) et aux caractéristiques de l'interface formée lors de leur assemblage. Il s'agira donc de définir des conditions favorables à la dispersion de la fibre de papier journal brute et désencrée dans la matrice et la préparation du matériau composite, puis d'étudier l'influence des conditions de mise en œuvre du calandrage et moulage par compression sur les propriétés d'usage des matériaux produits.

Dans ce contexte, ce manuscrit s'articule autour de quatre chapitres :

Le premier chapitre est une étude bibliographique. Nous présentons des généralités sur les polymères et leurs propriétés. Le chapitre décrit aussi les matériaux composites à charge biodégradable, ainsi que leurs procédés de production.

Le deuxième chapitre consiste à présenter quelques rappels bibliographiques sur des travaux relatifs aux composites polymères /charges naturelles.

Le troisième chapitre présente le dispositif expérimental ainsi qu'une description des matériaux utilisés et les méthodes qui ont permis de caractériser les propriétés des matériaux, à savoir, mécaniques (traction, dureté shore D), morphologique (MEB), physiques (densité, l'absorption d'eau), thermiques (ATG /DTG), diélectrique (tension de claquage, permittivité et facteur de pertes diélectriques), une caractérisation structurale par infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) et par la diffraction des rayons X.

Le quatrième chapitre est consacré à l'impact des fibres de papier sur les propriétés des matériaux composites. Il rassemble les résultats sur la caractérisation des fibres de papier journal (morphologie, structurales etc.) ainsi que l'influence de ces fibres sur les différentes propriétés du polychlorure de vinyle.

Le manuscrit se termine par une conclusion générale rassemblant une synthèse des résultats et une présentation des perspectives à envisager lors d'études complémentaires.

CHAPITRE I
GEBERALITE SUR LES
MATERIAUX COMPOSITES

Chapitre I

Généralités sur les matériaux composites

I.1. Matériaux composites

I.1.1. Généralités

Les polymères comme le montre la figure I.1.1 sont sollicités dans beaucoup de domaines, ils sont recherchés pour leurs propriétés physico-chimiques, mécaniques ou encore optiques, électriques. Cependant, au moment de la conception de l'objet, on se rend souvent compte que les propriétés du polymère seul sont insuffisantes. En effet, la technologie moderne a besoin de matériaux qui allient à la fois une rigidité, une résistance mécanique, une ténacité élevée et une grande légèreté. Aucun matériau simple ne permet de combiner ces caractéristiques physiques ; c'est pourquoi, depuis un certain nombre d'années, on cherche à obtenir des matériaux combinant différentes propriétés : les matériaux composites **Chretien (1986), Daviaud et Filliatre (1985), Gay (1991)**.

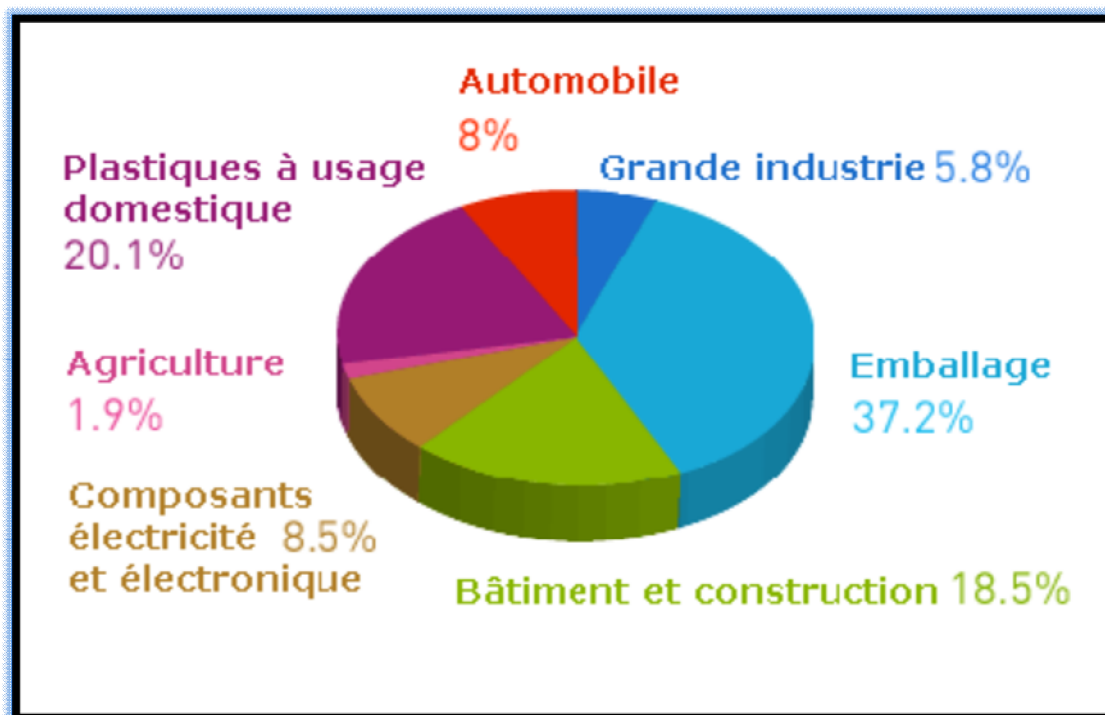


Figure I.1.1. Répartition de la consommation européenne des polymères par domaine industriel¹.

On assiste depuis quelques années à un intérêt grandissant pour l'utilisation des fibres comme élément de renfort de matériaux composites à base de matrices macromoléculaires. La

force motrice de cette activité de recherche réside dans le fait que les composites à base de fibres sont disponibles à travers le monde sous différentes formes et à faible coût.

Un matériau composite est donc constitué de l'assemblage de deux matériaux de nature différente, se complétant et permettant d'aboutir à un matériau dont l'ensemble des performances est supérieur à celui des composants pris séparément. Il est constitué dans le cas le plus général d'une ou de plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. Dans le cas de plusieurs phases discontinues de nature différentes, le composite est dit hybride **Berthelot (2005) ; Bathias (2005)**.

I.1.2. Historique

Historiquement, le concept du renforcement à l'aide de fibres est très ancien, ainsi on retrouve dans les références bibliques des allusions à l'utilisation de briques d'argiles renforcées à la paille en Egypte antique. On retrouve aussi dans *Iliade* d'Homère (vers 486-480) un exemple de composite laminaire que constitue le bouclier d'Achille. En avançant quelques milliers d'années dans l'histoire, le monde se trouve plongé dans la deuxième guerre mondiale et la révolution industrielle. C'est dès ces moments-là qu'on observe l'ouverture du monde des composites accentuée par le développement des polymères. Le fer fut utilisé pour renforcer la maçonnerie et constructions, cela mena à la création du béton armé. Le premier bateau en fibres de verre fut construit en 1942, ceci fut accompagné par l'utilisation de plastiques renforcés dans l'aéronautique et les composants électriques. Les premières fibres de carbone et bore de hautes performances furent introduites dans les années 60. En 1973, Dupont développe les fibres de kevlar. Dès lors, l'utilisation des composites s'étend aux domaines de l'aviation, de la marine, de l'automobile et des accessoires sportifs et les industries biomédicales **Yersin (2006)**.

I.1.3. Constitution d'un matériau composite

Dans un matériau composite 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), répartit les efforts (résistance à la compression ou à la flexion), assure aussi la protection chimique.

Le gain de poids réalisé a été une des principales raisons du développement de ce type de matériau, en permettant par exemple :

- Une consommation moindre de carburant (aviation, automobile) ;
- Une vitesse supérieure ou une portée plus longue (missiles stratégiques, sport de compétition) ;
- Une charge utile plus élevée (transport, application spatiales) **Chrétien (1986)**.

I.1.3.1. Matrice

La matrice a pour principal but de transmettre les efforts mécaniques au renfort. Elle assure aussi la protection du renfort vis à vis des diverses conditions environnementales (abrasion, intempéries, eau, lumière, produits chimiques, chocs, perforations, etc.).

Ainsi différentes notions entrent en jeu. Les propriétés du matériau composite dépendront de la nature, de la texture et de la forme du renfort, de sa quantité introduite, de la qualité de l'interface matrice / renfort et enfin du procédé de mise en œuvre. On peut donc imaginer une infinité de combinaison matrice / charge qui permettrait d'obtenir des matériaux composites. Ces différentes configurations dépendent de l'utilisation finale du matériau et du procédé de mise en œuvre.

Selon la nature de la matrice, les matériaux composites polymères sont classés suivant des composites à matrice thermoplastique, thermodurcissable et élastomère.

a) Thermoplastiques

Les polymères ou les résines thermoplastiques sont des composés, dérivés d'éléments constitutifs organiques se formant naturellement, qui fondent lorsqu'on les chauffe. Ce sont des matières « transformables à l'état fondu », ce qui signifie qu'on peut leur donner des formes utilisables lorsqu'elles sont en phase visqueuse. Dans la plupart des procédés de fabrication, les thermoplastiques sont chauffés, puis formés par moulage par injection, extrusion ou thermoformage, avant d'être refroidis afin que le produit fini conserve sa forme **Vivier (2006)**. La structure des thermoplastiques se présente sous forme de chaînes linéaires, il faut les chauffer pour les mettre en forme (les chaînes se plient alors), et les refroidir pour les fixer (les chaînes se bloquent). Cette opération est réversible.

On trouve aujourd'hui de nombreux types de thermoplastiques offrant une vaste gamme de propriétés intéressantes. On peut les rendre aussi souples que le caoutchouc, aussi rigides que le métal et le béton, ou aussi transparents que le verre, pour un usage dans de

nombreux produits de tuyauterie et autres composants. Certains d'entre eux peuvent supporter des températures atteignant 315 °C. D'autres conservent leurs propriétés jusqu'à -73 °C. Ils ont une haute résistance à la corrosion et sont d'excellents isolants thermiques et électriques.

Les principales familles de thermoplastiques sont les polyoléfines (les polyéthylènes, les polypropylènes), les plastiques à base de polychlorure de vinyle, les acryliques et les polystyrènes. Certains polymères cellulosiques ayant fait l'objet de modification chimique se retrouvent parmi les thermoplastiques comme les acétates de cellulose (tableau I.1.1). La chaîne élémentaire de l'essentiel des thermoplastiques vinyliques est constituée d'un axe carbone-carbone (polymère vinylique) dont les radicaux changent en fonction des différentes familles. Les résines thermoplastiques ont des propriétés mécaniques faibles. Ces résines sont solides et nécessitent une transformation à très haute température **Gornet (2008)**.

Tableau I.1.1. Caractéristiques essentielles des matrices thermoplastiques.

	Résistance à la traction (kg/m ²)	Allongement (%)	Résistance à la compression (Kg/m ²)	Résistance à la flexion (Kg/m ²)	Vitesse de combustion (m/s)	Absorption d'eau (%)	Module de traction (Pa)
PEBD	11- 63	200-800		85-125	0,083-0,087	<0,02	550-2200
PEHD	55-100	700-1000	40-65		0,083-0,087	<0,01	2400-7100
PP	77-100	200-700	100- 145	100- 145	Lent	<0,01	6300-8900
PVC plastifié	27-63	200-450	16-30		Lent	0,15- 0,75	13800-23700
PS	90-215	1-2,5	210- 290	160- 250	Lent	0,03- 0,01	15800-23700
Acétate de cellulose	34-160	6-70	35-645	35-285	Auto extinguible	1,7-7	2800-23700

b) Thermodurcissables

Les thermodurcissables sont formés par réaction chimique entre de grands monomères fonctionnels et de petites molécules de liaison, ce qui développe des liaisons transverses, formant un squelette qui donne à l'ensemble sa rigidité. Ils ne fondent pas, ne se ramollissent pas de façon réversible au chauffage, ils se décomposent. Ils résistent aux solvants, mais doivent être mis en forme impérativement avant la polymérisation. Leur recyclage peut se faire par broyage *Ashby et al.* (2001). Le tableau I.1.2 résume les principaux types de thermodurcissables.

Tableau I.1.2.Caractéristiques essentielles des matrices thermodurcissables **Le (2008).**

polymère	Masse spécifique (Kg/dm ³)	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
Polyuréthane	1,1-1,5	20-50	1	100-120
Epoxyde	1,1-1,4	50-90	3	120-200
Polyimide	1,3-1,4	30-40	4	250-300

Les résines thermoplastiques présentent plusieurs avantages par rapport aux résines thermodurcissables :

- La durée de traitement des thermoplastiques est plus courte, ce qui a comme conséquence un plus grand volume de production;
- Les thermoplastiques sont réformables et soudables : toutes les pièces en thermoplastiques peuvent être remodelées et ainsi de nouveaux produits peuvent être fabriqués à partir des anciens;
- Les procédés de fabrication thermoplastique ne nuisent pas à l'environnement;
- Les thermoplastiques sont plus résistants à l'impact, à la fatigue et à la corrosion, particulièrement à basses températures.

Malgré tous ces avantages, les matériaux thermoplastiques présentent des applications limitées par leur manque de rigidité par rapport aux matériaux thermodurcissables. Cette caractéristique peut cependant être bénéfique dans quelques applications, comme dans les

glissières de sécurité (garde-fou) des routes où la flexibilité de la barrière diminue l'effet de l'impact et par conséquent les dégâts matériels et corporels.

c) Elastomères (caoutchouc)

Les élastomères se placent entre les deux autres catégories. Ils sont moins rigides que les thermodurcissables grâce à un plus faible degré de polymérisation. Les liaisons transverses y sont moins nombreuses. Comme les thermodurcissables ils ne peuvent être fondus **Ashby et al. (2001)**. 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.

Parmi les élastomères on trouve le *polyisoprène* ou caoutchouc naturel, le *polybutadiène*, le *polyisobutylène*, et les *polyuréthanes*.

I.1.3.2. Polychlorure de vinyle (PVC)

a) Généralités

Le PVC compte parmi les matières plastiques les plus importantes de notre société moderne (figure I.1.2). Il est sous forme d'une poudre blanche inodore. Sa teneur en chlore est de 56,7 %. Grâce à la présence de chlore dans sa molécule, le PVC est compatible avec un large éventail de matériaux, ce qui le rend extrêmement polyvalent. Le chlore rend le PVC également difficilement inflammable. En outre, le chlore peut servir de marqueur pour distinguer le PVC dans des systèmes de tri automatique en vue du recyclage. A ce jour, les recherches intensives sur l'environnement n'ont révélé aucun impact négatif significatif directement imputable au PVC. Des directives strictes garantissent la sécurité dans la production et un environnement de travail sain. Le PVC est d'utilisation sûre et est parfaitement recyclable. L'industrie du PVC a confiance dans son produit. Elle continue à investir dans l'optimisation de ses méthodes de production et ses propriétés uniques **Belbachir et al. (2007) ; Farhi et al. (2006)**.

Divers produits sont ajoutés au polychlorure de vinyle, parfois en proportion très importante par rapport au polymère : certains facilitent la mise en œuvre et sont indispensables (stabilisants, lubrifiants) ; d'autres permettent de faire varier les caractéristiques de la résine dans de larges limites (plastifiants, charges, pigments). La plupart des produits commercialisés contiennent déjà tout ou une partie de ces adjuvants, le reste pouvant être ajouté aux divers stades de la transformation.

➤ Stabilisants.

Les stabilisants sont des composés que l'on ajoute à la résine plastifiée ou non, afin de lui conférer une stabilité accrue vis-à-vis de la chaleur et de la lumière (rayonnement ultra-violet). Ils sont employés à raison de quelques % par rapport au poids de la résine en fonction des caractéristiques techniques de l'application à laquelle ce produit est destiné **Farhi et al. (2006)**.

Ce sont généralement :

- Des sels minéraux (carbonates, sulfates, silicates, phosphates) de métaux tels que le plomb ;
- Des sels organiques de métaux : stéarate et phtalate de plomb ; stéarate de calcium ; palmitate de zinc dilaurates, maléates, mercaptides de dibutyl et dioctyl-étain ; heptanoates, hexoates, ricinoléates de cadmium ou de baryum ;
- Des composés organiques : époxydes, phosphites, alphaphénylindole, diphénylthiourée, esters de l'acide amino-crotonique, etc.

➤ Lubrifiants.

Suivant le but recherché qui est, soit d'éviter l'adhérence de la matière plastique sur les parois métalliques des machines de transformation, soit de modifier les propriétés rhéologiques des mélanges fondus, on a recours à des lubrifiants externes ou internes.

Ces lubrifiants sont par exemple des cires, des acides gras (acide stéarique), des alcools gras, des stéarates ou laurates de métaux alcalinoterreux **Farhi et al. (2006)**.

➤ Plastifiants.

Ces produits qui se présentent la plupart du temps sous forme de liquides plus ou moins fluides, à température d'ébullition élevée et faible tension de vapeur, sont ajoutés à la résine à doses variables (de quelques % jusqu'à 50 % du mélange) pour conférer une souplesse permanente aux produits finis.

Ce sont principalement des : Adipates Phosphates, Azélates Phtalates les plus utilisés, Benzoates Sébacates, Citrates Époxyestéarates. Les paraffines chlorées sont utilisées à doses moindres, du fait de leur incompatibilité avec le PVC **Farhi et al. (2006)**.

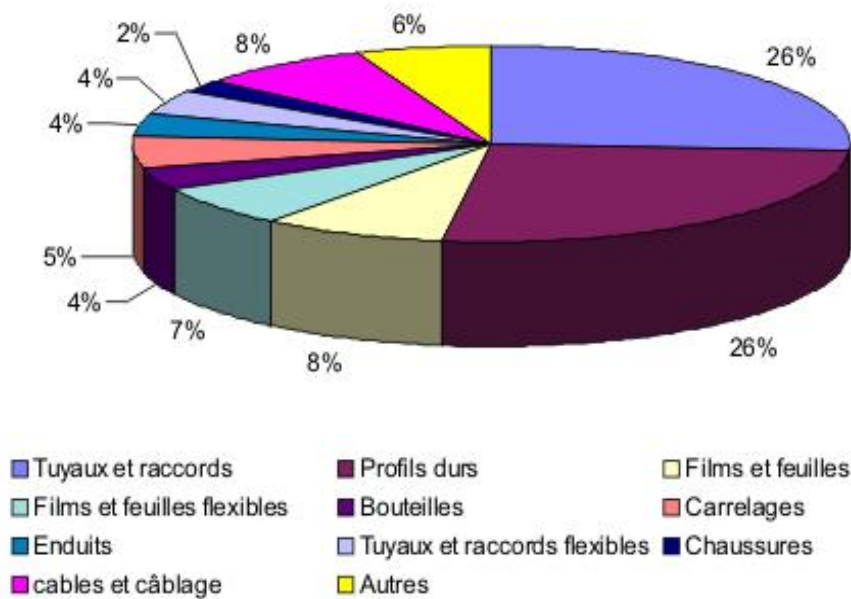


Figure I.1.2. Champs d'application du polychlorure de vinyle **Houtmeyers (2006)**.

b) Procédés de fabrication du PVC

La réaction de polymérisation du monomère chlorure de vinyle 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 monomère chlorure de vinyle

- Polymérisation en masse ;
- Polymérisation en suspension ;
- Polymérisation en émulsion ;
- Polymérisation en solution.

Le procédé de polymérisation en masse est inclus dans la polymérisation en phase gazeuse. Le procédé micro ou suspension est inclus dans le procédé de polymérisation en suspension. Il existe deux types dans les procédés en solution, le premier est un procédé homogène quand le polymère est insoluble dans le solvant et l'autre est un procédé hétérogène quand le polymère est insoluble dans le solvant.

La figure I.1.3 représente un diagramme simplifié des étapes des procédés de polymérisation pour les quatre procédés **Saeki (1994)**.

La production industrielle des polymères se fait en six étapes essentielles :

- La première étape consiste au stockage et ajustement du matériel ;
- La deuxième est l'étape de préparation des catalyseurs où le catalyseur est synthétisé ou préparé ;
- La troisième étape (qui est la plus importante) est l'étape de polymérisation ;
- La quatrième est l'étape de séparation, là où le monomère non réagi est récupéré et le produit est séparé de l'eau ou du solvant ;
- La cinquième étape de rétablissement où le monomère et le solvant non réagis sont récupérés ;
- La dernière étape de finition où le polymère récupéré est séché, emballé et stocké.

Dans le cas de la polymérisation en masse, l'étape de polymérisation est la plus importante à cause de la difficulté de transfert de chaleur. Mais pour ce procédé seul le monomère (chlorure de vinyle) ainsi que le catalyseur sont indispensables, les autres étapes tels que la séparation, le rétablissement et la finition sont très simples. C'est le procédé le plus simple **Saeki et al. (2002) ; Tritignon et al. (1996)**.

D'après le tableau I.1.3 la polymérisation en suspension est le procédé le plus utilisé. Dans ce procédé, l'eau est un milieu permettant le déplacement efficace de la chaleur, donc la polymérisation est plus simple par rapport au procédé précédent. Mais le traitement de l'eau résiduelle ainsi que le séchage sont des étapes nécessaires. Le coût de l'équipement est plus élevé en comparaison avec la polymérisation en masse **Saeki et al. (2002) ; Tritignon et al. (1996)**.

Dans le cas du procédé de polymérisation en émulsion, le monomère chlorure de vinyle liquide est émulsifié dans l'eau sous pression. L'étape de séparation est importante, vu que la séparation du polymère de l'émulsifiant est nécessaire **Saeki et al. (2002) ; Tritignon et al. (1996)**.

Dans le cas de la polymérisation en solution, une certaine quantité de solvant dans lequel le polymère est insoluble est ajoutée au monomère. Le coût de l'équipement de fonctionnement est très élevé **Saeki et al. (2002) ; Tritignon et al. (1996)**.

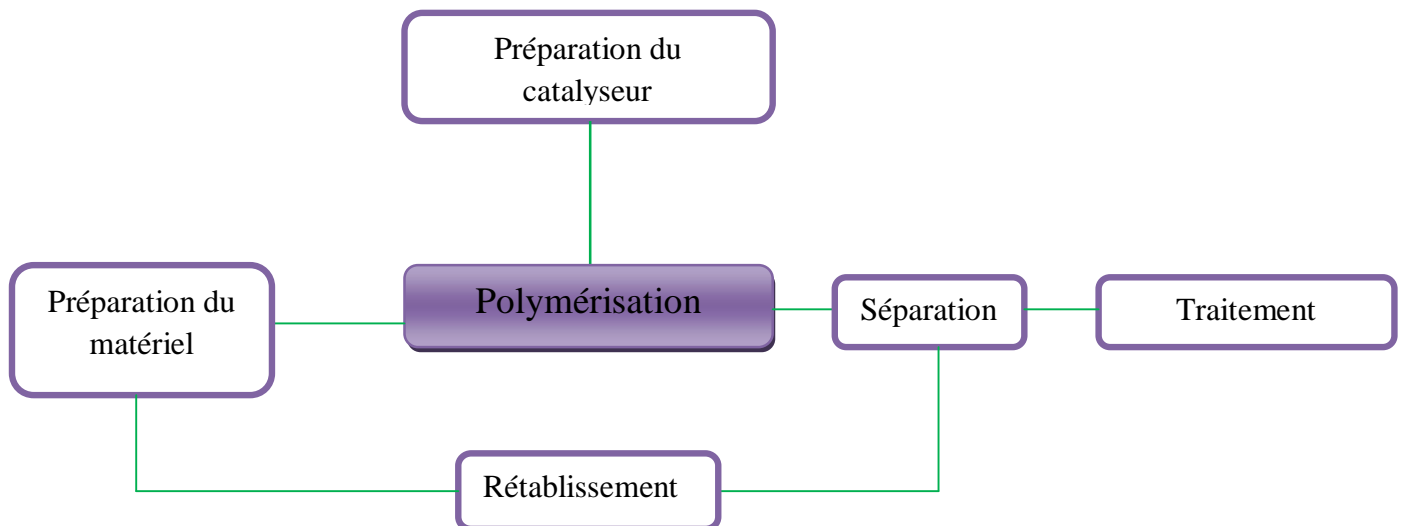


Figure I.1.3. Schéma résumant le principe de la polymérisation du chlorure de vinyle.

Tableau I.1.3. Part des procédés de fabrication de PVC (%) **Saeki *et al.* (2002).**

	Monde (%)	USA (%)	Japan(%)
Suspension	80	75	93
Micro ó suspension	-	3	5
Emulsion	12	12	2
Masse	8	10	0

I.1.4. Renforts et charges

Le renfort est le squelette supportant les efforts mécaniques. Il peut se présenter sous de nombreuses formes : fibres courtes ou fibres continues (tissus ou texture multidirectionnelle) en fonction de l'application envisagée. Les fibres possèdent généralement une bonne résistance à la compression.

Les renforts sont répartis en trois familles qui sont :

- Les charges organiques : ce sont des polymères qui peuvent apporter une bonne tenue mécanique.
- Les charges minérales qui sont souvent utilisées comme additifs et permettent d'améliorer les propriétés mécaniques du composite tout en réduisant son prix de revient.

- Les charges métalliques qui améliorent les propriétés électriques et thermiques du composite.

On peut également les classer selon leurs aspects. On distingue ainsi :

- Les charges particulières renforçantes dont certaines peuvent permettre de modifier la masse volumique du composite, ses propriétés électriques, mécaniques et physicochimiques. Elles sont généralement de petites tailles et peuvent être sphériques, en paillettes, í
- Les charges particulières inertes qui, de par leur faible coût, réduisent le prix du composite. Ce sont essentiellement des minéraux comme le carbonate de calcium, la craie, la silice ou le kaolin. Ce type de charge peut éventuellement augmenter la dureté et la résistance à la rupture du composite **Seyni (2008)**.

I.1.4.1. Fibres naturelles

Ces dernières années, l'utilisation des fibres lignocellulosiques comme remplacement potentiel pour les fibres synthétiques telles que le carbone, l'aramide et les fibres de verre en matières composites ont gagné l'intérêt parmi des chercheurs dans le monde entier (figure I.1.4). Des études étendues qui ont été faites sur les fibres lignocellulosiques telles que le sisal (**Joseph et al. (1999)**) ; le lin textile (**Baiardo et al. (2004)**) ; la noix de coco (**Brahmakumar et al. (2005)**) ; la farine de bois (**Bengtsson et al. (2007)**) ; le papier journal (**Nassar et al. (2005)**) ont prouvé que les fibres lignocellulosiques ont le potentiel d'être un renfort efficace pour les thermoplastiques et matériaux thermodurcissables. L'augmentation continue des cours du pétrole ne fait qu'encourager les efforts de recherche sur cette matière renouvelable **Thielemans et al. (2006)**.

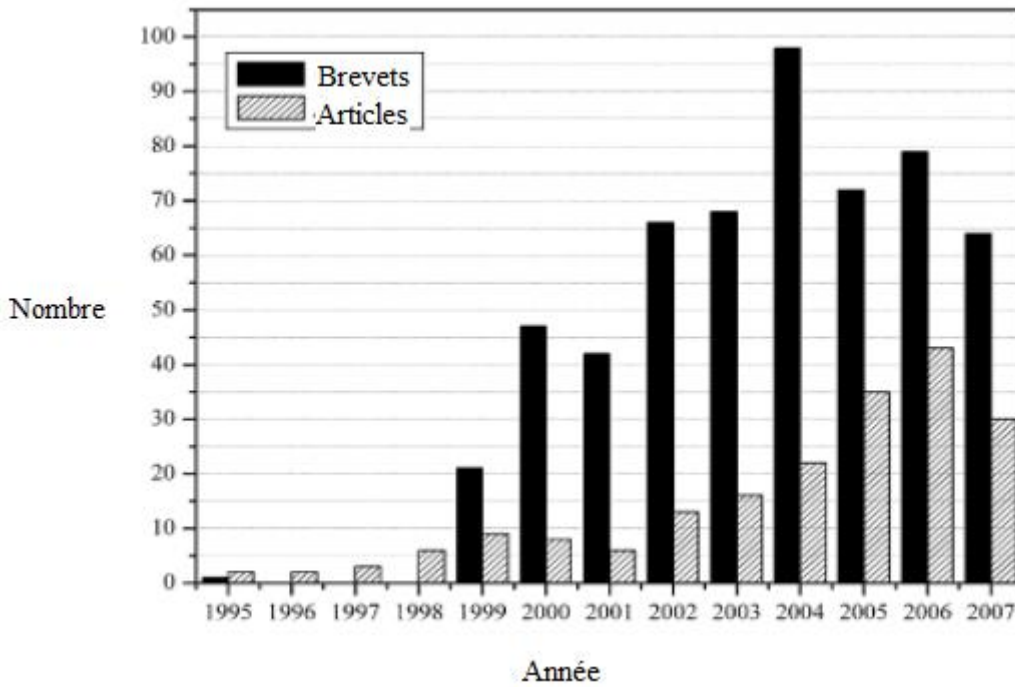


Figure I.1.4. Nombre d'article et de brevets de matériaux composites renforcés par des fibres lignocellulosiques (1995-2007) *Satyanarayana et al. (2009)*.

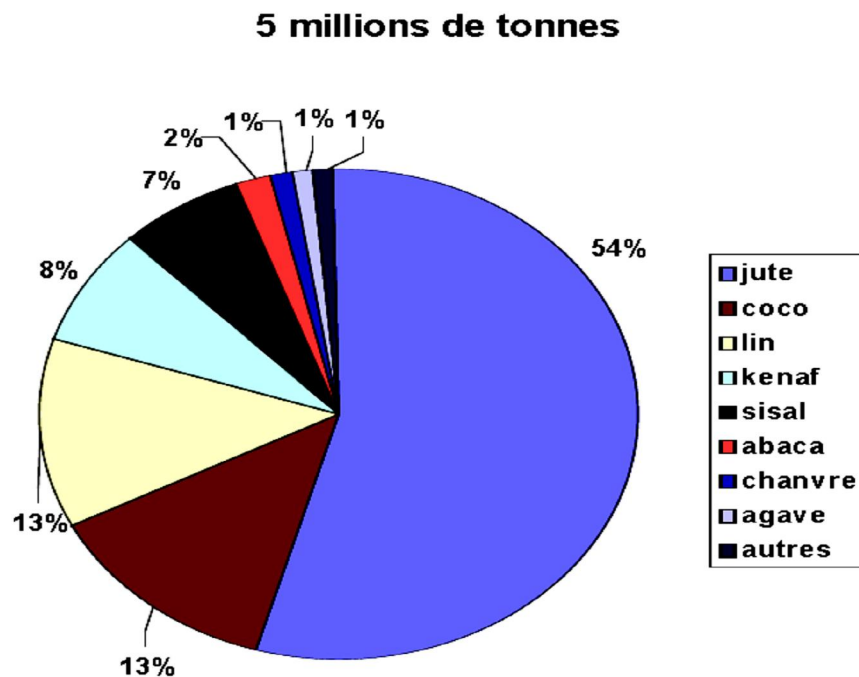
Tableau I.1.4. Comparaison entre les fibres naturelles et les fibres de verre *Wambua et al. (2003) ; Huda et al. (2006)*.

	Fibres naturelles	Fibres de verre
Densité	Faible	Très élevées
Coût	Faible	Faible, mais supérieur à celui des fibres naturelles
Ressource renouvelable	Oui	Non
Recyclage	Oui	Non
Consommation d'énergie	faible	Elevée
Distribution	Large	Large
Abrasion aux machines	Non	Oui
Risque sanitaire une fois inhalé	Non	Oui
Disposition	Biodégradable	Non biodégradable

a) Principaux constituants des fibres naturelles

Les fibres naturelles (figure I.1.5) sont constituées principalement de cellulose, hémicelluloses et lignine. À ces trois constituants, viennent s'ajouter des substances extractibles de nature organique et des substances minérales (cendres).

Pour plusieurs auteurs, les bonnes propriétés mécaniques des fibres cellulosiques proviennent des liaisons hydrogènes qui s'établissent le long et entre les chaînes cellulosiques, et de l'état de cristallinité de la cellulose. Les hémicelluloses, qui constituent un liant amorphe, jouent un rôle déterminant dans les propriétés plastiques de la fibre cellulosique, alors que la lignine a un rôle d'adhésif, de rigidifiant et de durcisseur dans la fibre lignocellulosique **Felby et al. (2002) ; Zhang et al. (2003) ; Bledzki et al. (1999)**.



Figures I.1.5. Principales fibres naturelles **Stauder (2007)**.

➤ Cellulose

La cellulose est le constituant structural principal des parois cellulaires végétales. Elle est constituée par un enchaînement de monomères dont l'unité de base est le glucose ou plus exactement un dimère du glucose, le cellobiose (figure I.1.6). Elle représente un tiers de la matière végétale mondiale et elle est d'un grand intérêt par son utilisation industrielle actuelle : bois, papier, carton, textile etc. Les unités sont liées entre elles par des liaisons $\beta(1-4)$ -glycosidiques (Figure I.1.7).

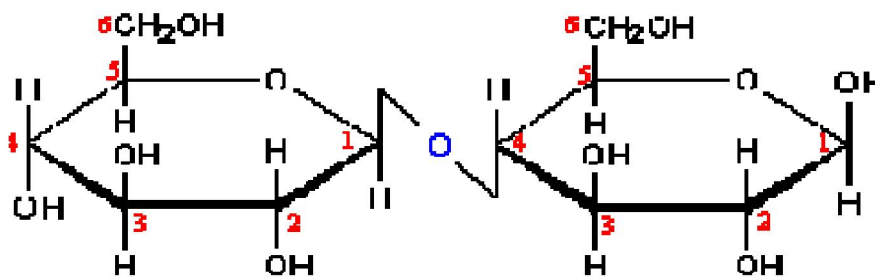


Figure I.1.6. Cellobiose, unité de base de la cellulose.

La cellulose appartient à la famille des polysaccharides et présente une très forte densité de groupes hydroxyles (OH). Ces derniers forment des liaisons hydrogène intramoléculaires à l'origine de la rigidité de la chaîne et des liaisons hydrogène intermoléculaires favorisant l'état solide ordonné de la cellulose. La longueur du motif est d'environ 10,3 Å. Elle possède des hydroxyles (OH) libres sur les positions 2, 3, et 6, une liaison (1 ó 4) et une conformation chaise pour garantir une meilleure stabilité. Les groupements terminaux de la cellulose sont des fonctions alcool et aldéhyde. Le degré de polymérisation (en glucose) peut atteindre 15000 et le degré de cristallinité de la cellulose du bois est de l'ordre de 60 à 70 % **Jerbane (2009) ; Ly (2008) ; Noel (2007).**

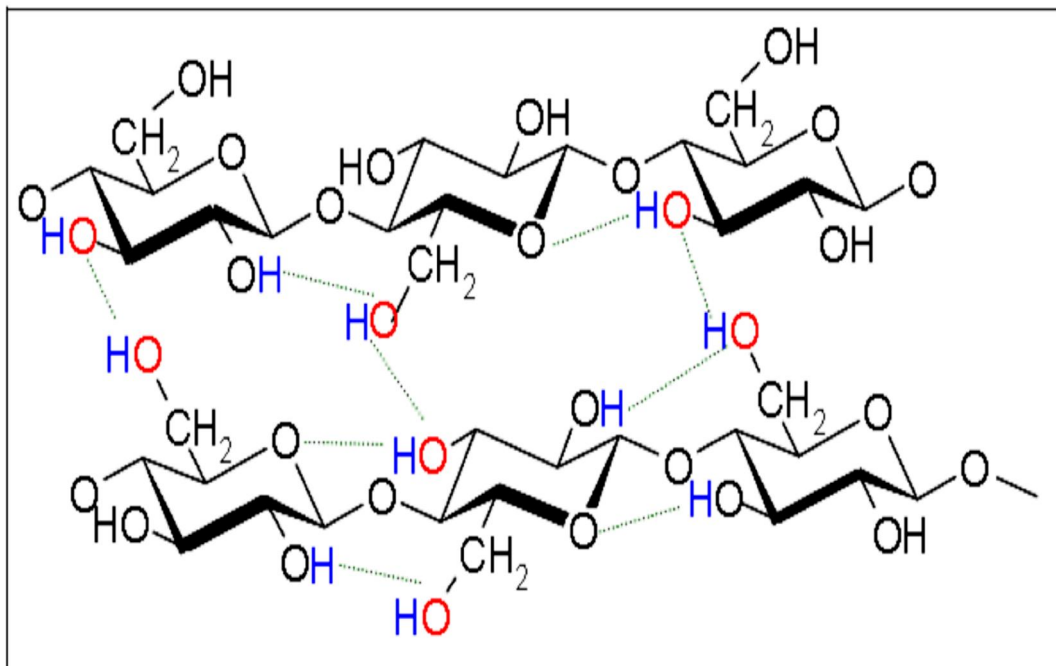


Figure I.1.7. Structure de la cellulose : (1 ó 4) -D-glucopyranose. Les possibilités de liaisons hydrogène sont notées en pointillé **Govin (2004).**

Les macromolécules de cellulose sont assemblées en microfibrilles de diamètre d'environ 50 à 100 Å dont l'agrégation constitue la fibre. À l'intérieur de la fibrille, il y a formation de régions cristallines entrecoupées de régions amorphes. **Kennedy et al. (1987)** ; **Noel (2007)**. Les microfibrilles s'associent pour donner des structures ordonnées de taille plus importante, les fibres. Ces dernières sont composées de plusieurs couches de microfibrilles orientées de manière unique qui dépend de l'origine de la cellulose (Figure I.1.8) **Biganska (2002)**.

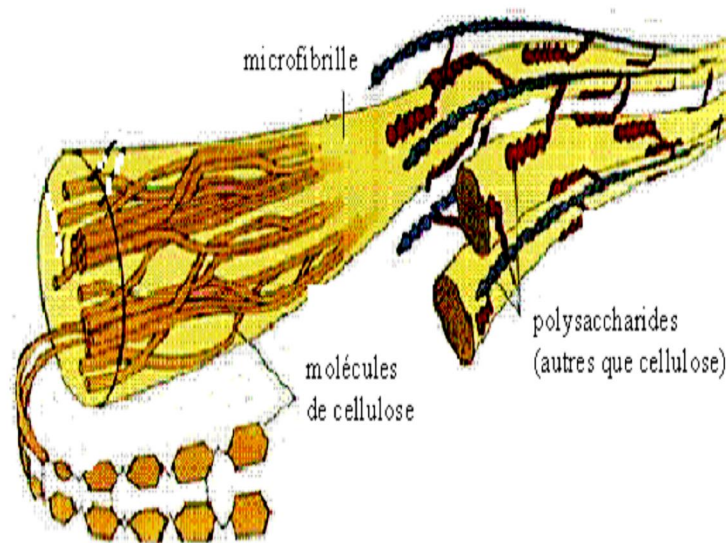


Figure I.1.8. Niveaux d'organisation supramoléculaire de la cellulose du bois.

Les propriétés thermiques de la cellulose sont d'une importance capitale. En effet, la dégradation thermique est un facteur limitant des procédés de fabrication à chaud des matériaux composites à fibre cellulosique. La plupart des fibres naturelles perdent de leur rigidité dès 160°C et on voit la lignine se dégrader aux alentours de 200°C. Les conditions de chauffage sous vapeur peuvent conduire aux mêmes types d'effets. Néanmoins, la destruction de l'ordre cristallin n'apparaît qu'au-dessus de 320°C par agitation thermique des molécules **Michaud (2003)**.

➤ Hémicelluloses

L'hémicellulose est le deuxième polysaccharide naturel abondant après la cellulose, il comporte approximativement un quart à un tiers de la plupart des matières végétales. Les hémicelluloses sont par définition les polysaccharides solubles dans l'eau et pouvant être

extrait de la paroi des cellules végétales par des solutions alcalines. Dans leur état naturel, elles ont un degré de polymérisation compris entre 200 et 300, leur structure dépend de l'espèce végétale et elles sont sous forme amorphe **Sun et al. (2002)**. Ce sont les constituants du bois les plus hydrophiles, qui peuvent gonfler de manière importante en fixant des molécules d'eau **Repellin (2006)**. Parmi les hémicelluloses les plus communes dans la paroi des cellules du bois, se trouvent les familles des xylanes, des mannanes et des galactanes. Ce sont des polysaccharides dont la chaîne principale est constituée respectivement de xylose, de mannose et de galactose. Ces chaînes peuvent être soit ramifiées par le greffage d'autres unités de sucres ou des groupements acétyles, soit entrecoupées par l'incorporation de sucres dans la chaîne linéaire. Elles sont intimement associées à la cellulose par des liaisons hydrogène, alors qu'elles peuvent être liées à la lignine par des liaisons covalentes. Leur nom, « hémicelluloses », traduit l'analogie de structure moléculaire avec la cellulose, en particulier pour les xylanes **Girio et al. (2010)**.

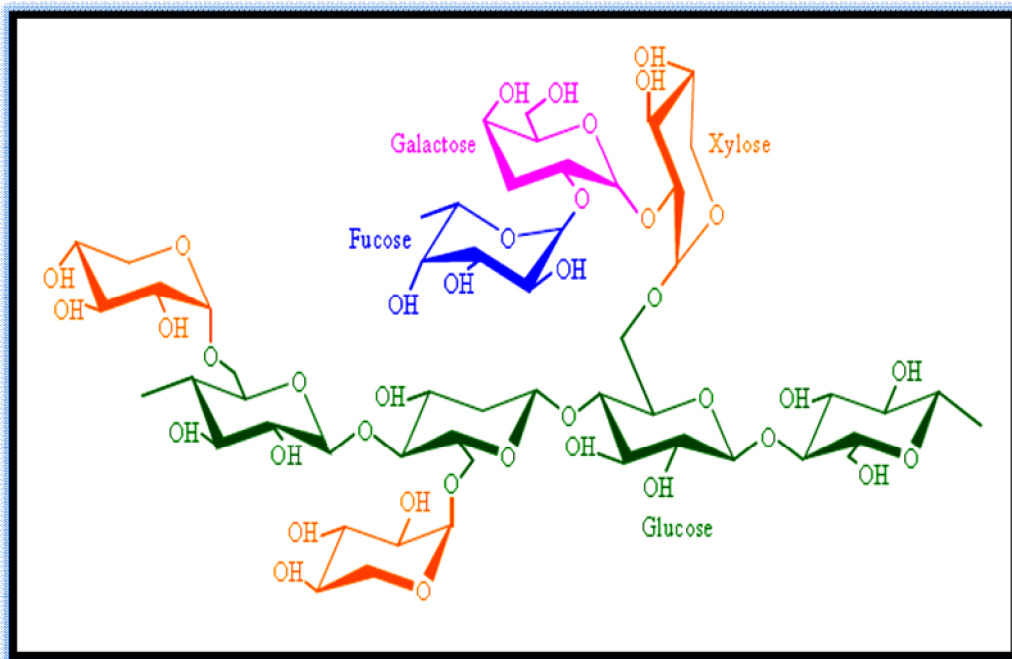


Figure I.1.9. Structure chimique de l'hémicellulose.

➤ Lignines

La lignine, ou plus exactement les lignines sont la famille de biopolymères souvent représentée comme la seconde la plus produite annuellement dans la nature : plus d'un milliard de tonnes par an, pour une proportion moyenne de 20% dans les matières lignocellulosiques. **Pouteau et al. (2004)**. Elles sont des polymères provenant de l'oxydation des alcools coumarylique, coniférylique et sinapylique comme représentés sur la (figure I.1.10). La

lignine contribue à la résistance mécanique des parois des cellules de la plante et confère une résistance aux agents pathogènes. A cause de son caractère plutôt hydrophobe, la lignine entraîne une résistance à l'eau et contrôle aussi le transport des solutions ainsi que la teneur en eau des plantes. Enfin, elle participe à la cohésion des fibres dans la partie boisée.

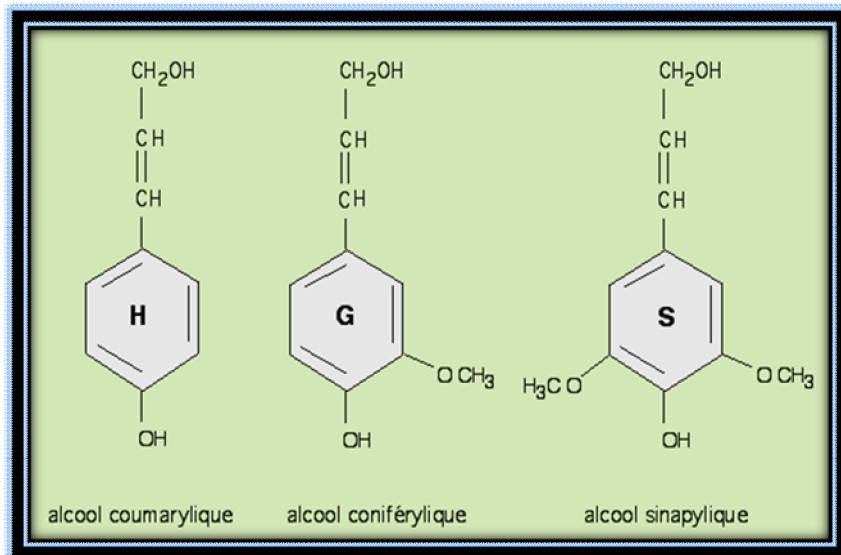


Figure I.1.10. Unités précurseurs de la lignine.

b) Papier

Le papier est indissociable de notre quotidien. Il est tout simplement essentiel, que ce soit en tant que moyen de communication ou matériau d'emballage, à des fins hygiéniques ou techniques. Le papier est principalement composé de bois, lequel doit être abattu en énorme quantité pour sa fabrication. Les étapes ultérieures de ce processus nuisent considérablement, elles aussi, aux êtres vivants et à la nature. Le bois est une ressource naturelle qui peut être épargnée si l'on utilise le papier avec parcimonie, si on le réutilise et si on le recycle. Cela permet aussi d'économiser de l'énergie et de l'eau, d'où une contribution active à la protection de l'environnement.

➤ Généralités

Des matériaux fibreux cellulosiques, c'est sans doute le papier qui a été le plus étudié. Constitué d'un enchevêtrement de fibres couchées dans des plans successifs, le papier est un stratifié à microstructure aléatoire, au sein duquel les interfaces fibreuses sont constituées de liaisons faibles (liaisons hydrogène) fortement dépendantes de l'humidité **Castéra (2002)**.

L'industrie du papier est l'une des cinq activités industrielles les plus consommatrices d'énergie au monde. Elle utilise d'énormes quantités d'eau et, bien sûr, de bois. Pour rappel,

42% du bois exploité commercialement au niveau mondial sert à fabriquer du papier. 17% du bois utilisé provient de forêts vierges **Dupuis (2008)**.

Le papier est né en Chine vers la fin du III^{ème} siècle avant l'ère chrétienne, sous le règne de l'empereur Chiuangdi (dynastie des Qin). Au VIII^{ème} siècle, les arabes apprennent l'art chinois de fabrication du papier, et le transmettent peu à peu à l'occident. Au XV^{ème} siècle, l'invention de la typographie par Gutenberg accroît la consommation de papier. Mais c'est au XIX^{ème} siècle que l'industrie du papier prend réellement son essor. Au siècle suivant, elle devient l'industrie lourde que nous connaissons aujourd'hui. Le papier a toujours accompagné l'activité et le développement de l'homme, assurant par là même l'essor des peuples qui en maîtrisaient la fabrication.

➤ **Fabrication du papier**

Le bois, qui est à l'origine de tout papier ou carton neufs, doit être transformé en une pâte façonnable avant d'être utilisable dans une papeterie. Il existe deux méthodes pour transformer du bois en pâte à papier : le procédé mécanique (pulpe broyée) et le procédé chimique (extraction de cellulose). Mais on peut également fabriquer du papier recyclé à base de vieux papiers.

• **Pâtes mécaniques** : Ce sont des pâtes à hauts rendements (environ 95%), peu onéreuses et aux propriétés mécaniques modestes. Ces procédés de traitements sont principalement utilisés pour les bois résineux qui possèdent des fibres longues (3-4 mm). La séparation des fibres se fait en deux étapes, par un défibrage mécanique (qui peut être facilité par un prétraitement à la vapeur ou par des produits chimiques) suivi du raffinage des fibres. Il s'agit d'un procédé peu onéreux en produits chimiques, mais très consommateur d'énergie. Les pâtes ainsi produites possèdent des propriétés mécaniques et de blancheur (après blanchiment) inférieures à celles des pâtes chimiques.

La pâte mécanique, souvent considérée comme une pâte de remplissage, est essentiellement destinée à la fabrication de produits nécessitant moins de résistance, tels que le papier journal, certains papiers de presse magazine et certains cartons **Stinga (2008)**.

• **Pâtes chimiques** : Le rendement est plus faible (la masse de pâte sèche par rapport à la masse de bois est de l'ordre de 45%), le procédé est plus coûteux mais les propriétés mécaniques obtenues sont supérieures. La séparation des fibres se fait par la

dissolution chimique de la lignine qui, dans le bois, agit comme une sorte de ciment entre les fibres. Cette étape se fait dans un réacteur de cuisson.

Après obtention de la pâte à papier, quatre étapes sont nécessaires pour la fabrication du papier. Il faut :

- Disperser les fibres dans l'eau (suspension de concentration 10 g/l) ;
- Travailler mécaniquement (raffinage) et chimiquement ces pâtes en fonction des propriétés papetières souhaitées ;
- Enchevêtrer et feutrer les fibres. Ces deux opérations se font sur la machine à papier lors de l'égouttage et du pressage du matelas fibreux ;
- Sécher le matelas fibreux **Berlioz (2007)**.

➤ Théorie sur la formation de la feuille de papier

Au fur et à mesure que l'eau est éliminée de la feuille, les fibres qui se trouvent côte à côte ont tendance à venir en contact les unes avec les autres et des liaisons hydrogènes peuvent se développer entre les surfaces de la cellulose. Théoriquement, plusieurs types de liaisons pourraient se former pendant la fabrication de la feuille : enchevêtrement mécanique de fibres, liaisons covalentes, liaisons ioniques, liaisons hydrogènes ou liaisons par les forces de Van der Waals. La théorie la plus acceptée est celle des liaisons hydrogènes. Elles prennent naissance entre les groupements hydroxyles, à la surface des fibres et des fibrilles (Figure I.1.11) **Stinga (2008)**.

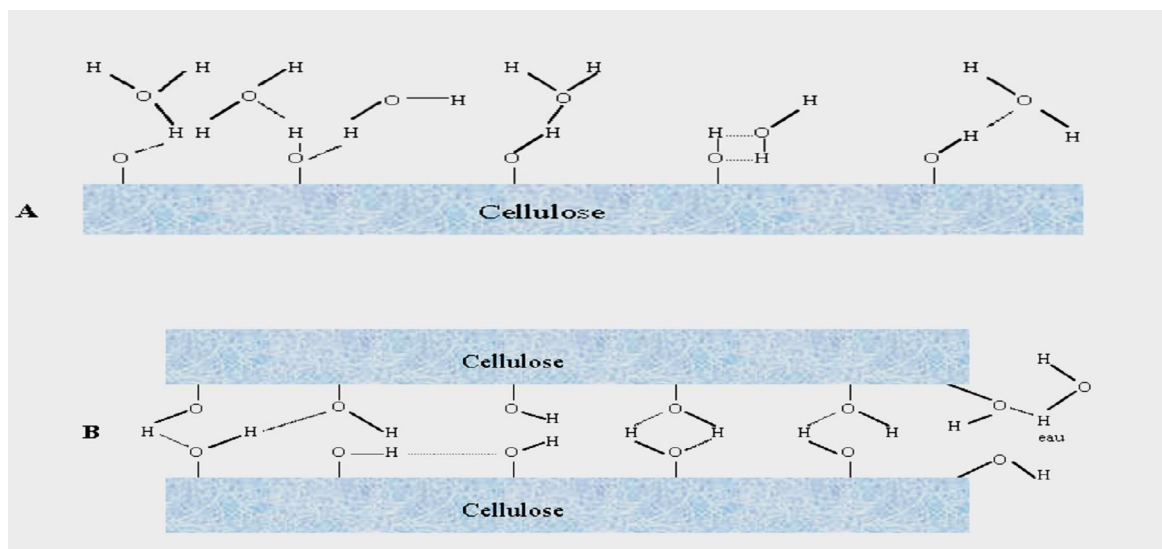


Figure I.1.11. Formation de liaisons hydrogènes entre les fibres : A. fibres raffinées dans l'eau, B. fibres raffinées séchées.

La réputation des papetiers ne s'est pas améliorée au cours de ces dernières décennies. Malgré le développement de certifications environnementales ou d'organismes de gestion durable des forêts, l'industrie papetière conserve une image négative tant sur le plan de la déforestation que celui de la pollution. D'après la figure I.1.12 le papier constitue 32% des déchets solides avec les plus grandes composantes le papier journal. Plusieurs pays ont fait des efforts de résoudre ce problème par l'essai de réutiliser les déchets **Ashori et al. (2009)**.

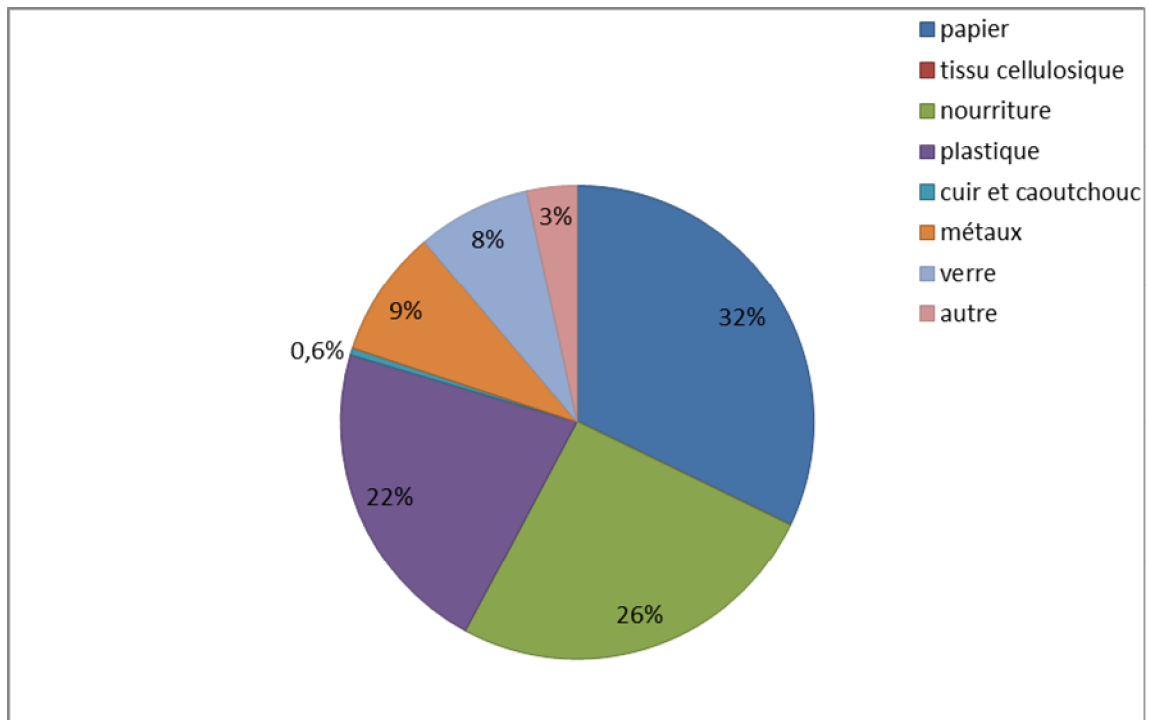


Figure I.1.12. Estimation des déchets municipaux dans le monde **Wu et al. (2003)**.

La consommation du papier journal a doublé ces dernières années, dans un article paru dans le journal hebdomadaire « *le soir d'Algérie* » du 15 janvier 2005 environ 335 000 tonnes de déchets de papier journal sont mises en décharge annuellement et que la capacité de recyclage de l'industrie de papeterie algérienne ne dépasse pas 10% des déchets générés actuellement.

La cellulose peut être obtenue à partir de fibres de bois recyclées, la fibre de cellulose est un produit 100 % naturel. En effet, 80 % de la cellulose provient de papier journal recyclé. Ce produit constitue un excellent moyen pour recycler le papier journal et contribue donc à la sauvegarde de nos ressources naturelles. Contrairement aux autres produits sur le marché, la cellulose ne pollue pas, n'est pas irritante et n'est pas toxique. Ce produit est écologique et procure un environnement sain pour les occupants. Cependant l'utilisation du papier journal

comme fibre dans une matrice polymère nécessite au préalable un processus de désencrage permettant d'extraire l'encre des papiers usagés pour leur redonner leur blancheur d'origine. Cette étape est généralement effectuée par l'addition des produits chimiques dans un milieu alcalin fort afin de favoriser le détachement des particules d'encre **Pelach et al. (2003)**.

Baroulaki et al. (2006) ont procédé à une étude comparative des propriétés mécaniques des matériaux composites à matrice PEBD, PEHD et PP et fibre de papier journal désencrée. Le papier journal a été introduit dans une solution alcaline à 1,2% en masse NaOH, 1,0% en masse H₂O₂, 2,5% en masse waterglass (verre soluble) (33 ó 37% w/w solution de silicate de sodium) et 0,6% d'agent de dispersion (alcool éthoxylé synthétique) à 45°C et sous agitation mécanique. Ils ont constaté une diminution de la contrainte à la rupture ainsi que du module d'Young des composites à matrice PEHD et PP et augmentation de la densité ainsi que de la dureté de ces mêmes matériaux. Tandis que les matériaux composites à matrice PEBD ont subi une augmentation du module d'Young.

Nassar et al. (2009) se sont intéressés à la morphologie ainsi qu'aux propriétés thermiques des composites à matrice PS et fibre de bois ainsi que de la fibre de papier journal désencrée, en présence et en absence d'agents compatibilisants (éthylméthacrylate et butylméthacrylate). Les feuilles de vieux papier journal ont été coupées et incorporées dans l'eau chaude traitée à 2% NaOH pendant 3 h, puis mécaniquement remuée utilisant l'agitateur mécanique (1500 t/mn) pour obtenir une boue de pulpe. La présence de l'agent compatibilisant contribue à l'amélioration l'interface fibre/matrice et de la stabilité thermique des matériaux composites étudiés.

I.1.5. Techniques de fabrication des composites

Les deux procédés les plus connus de production de matériaux composites sont la synthèse chimique et l'extrusion. Nous décrirons rapidement ces deux procédés et en présenterons les inconvénients. Nous nous intéresserons enfin à un troisième procédé le calandrage.

I.1.5.1. Synthèse chimique

Elle consiste à dissoudre la matrice dans un solvant puis à introduire la charge afin de l'activer grâce à un agent, souvent oxydant. L'ensemble subit ensuite une précipitation puis est filtré et séché. On peut aussi disperser la matrice dans un non solvant ou polymériser le

monomère et/ou la charge in situ. Cette méthode a été retenue pour la synthèse de matériaux composites possédant des propriétés électriques **Pouzet et al. (1993)**. Pour ce qui est de la production de matériaux composites à charge dégradable, plusieurs auteurs ont travaillé avec ce procédé : **Nassar et al. (2009)** pour du polystyrène chargé en fibre de papier journal et farine de bois, **De la Orden et al. (2010)** pour incorporer des fibres de papier kraft et eucalyptus dans la matrice PP, **Baroulaki et al. (2009)** pour un système PEHD, PEBD, PP/papier journal. L'inconvénient majeur dans ce type de procédé est la nécessité que les constituants possèdent des propriétés chimiques proches, et, en particulier, qu'ils soient compatibles avec un même solvant. De plus, il convient que le composite résultant soit non soluble dans ce solvant. Enfin, ce genre de réaction s'effectue souvent en milieu agité, et les conditions d'agitation sont parfois difficiles à contrôler dans le cas d'un milieu évolutif. Cela peut alors générer une inhomogénéité des propriétés d'usage du matériau composite.

I.1.5.2. Extrusion

L'extrusion est un procédé de fabrication et de transformation de matières à l'état granulaire ou poudre en un profilé, film **Trotignon et al. (1996)**. Lors de l'extrusion, les fibres sont incorporées au thermoplastique fondu à l'aide d'un système de vis. À la sortie de l'extrudeuse, le mélange est extrudé sous forme d'un profilé ou d'un film. Le système se divise habituellement en trois zones: l'alimentation, la compression et le pompage. La zone d'alimentation permet la plastification du polymère. Ensuite, le matériau va être comprimé dans la deuxième zone. Cette étape assure un dégazage adéquat du fondu. Enfin, le polymère est homogénéisé dans la zone de pompage. La sortie de l'extrudeuse (filière) donnera la forme finale à l'extrudé **Le et al. (2006)**. Plusieurs matériaux composites à charge biodégradables ont été produits par extrusion : **Nygaard et al. (2008)** pour la matrice PP chargé avec des fibres de bois, **Bengtsson et al. (2007)** pour la mise en œuvre de composites PP/papier kraft/farine de bois, **Adhikary et al. (2008)** pour les composites PEHD/Farine de bois et **Mingneault et al. (2009)** pour la pulpe en bois comme charge dans le PEHD.

I.1.5.3. Calandrage

Le calandrage est un procédé réservé au caoutchouc et au PVC. Les opérations successives ont pour but de mélanger le polymère à un certain nombre d'additifs (stabilisants, lubrifiants, charge, etc.), de gélifier progressivement le mélange obtenu en dissipant de l'énergie par cisaillement sans atteindre la température de dégradation, puis de forcer le

polymère entre les cylindres successifs d'une calandre (entre 3 et 5 cylindres selon les cas). La feuille obtenue est étirée puis refroidie avant d'être enroulée **Haudin (2000)**.

Comparativement au procédé d'extrusion à travers une filière plate, qui permettent également de produire des films et des feuilles de matières thermoplastiques, le calandrage se différencie par :

- un niveau d'investissement beaucoup plus important;
- des débits très élevés : de 2 t/h à 6 t/h selon que l'on transforme du PVC rigide ou du PVC plastifié chargé. Ces chiffres sont 3 à 4 fois plus élevés que ceux obtenus par extrusion ;
- des largeurs importantes : 4 000 mm sans étirage pour les feuilles, ou avec étirage pour les films ;
- une très bonne qualité des films et feuilles, c'est-à-dire : planéité, profil, fini de surface, stabilité dimensionnelle ;
- une gamme d'épaisseur plus restreinte (50 μm pour le PVC rigide à 1,3 mm pour le PVC plastifié chargé) qu'en extrusion **Agassant et al. (2001)**.

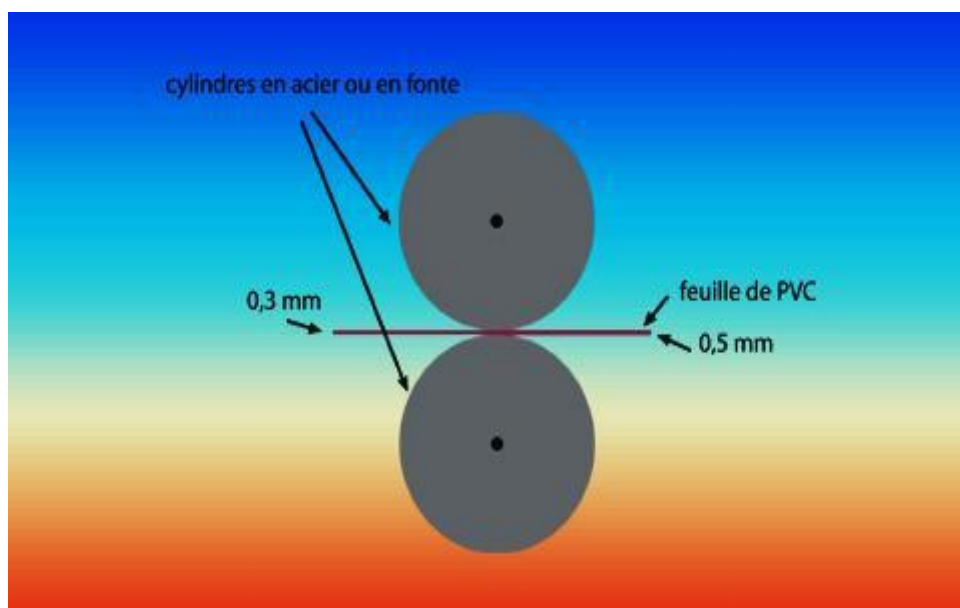


Figure I.1.13. Principe du calandrage **Renoud (1999)**.

I.1.6. Interface matrice ó renfort dans un matériau composite

Il est naturel de penser que les performances des matériaux composites sont fonction des propriétés des constituants de base rentrant dans leur composition. Cependant, ceux-ci n'existeraient pas si les fibres et la matrice ne pouvaient s'associer. L'interface est le siège de cette association et constitue une véritable région stratégique capable d'assurer notamment le

transfert des charges de la matrice aux renforts. Les caractéristiques de l'interface dépendent quant à elles de la qualité de la liaison fibre/matrice ce qui fait appel à la notion d'adhésion. Par définition, l'adhésion est le phénomène qui crée l'adhérence. L'adhérence est l'état d'une chose qui colle, qui tient à une autre. Pratiquement, l'adhésion peut s'expliquer par la physico-chimie tandis que l'adhérence se mesure par des tests **Pisanova et al. (2000)** ; **Dányádi et al. (2007)**.

Ce dernier point est particulièrement délicat pour les renforts d'origine végétale car ils présentent une polarité élevée ce qui les rend peu compatibles avec la plupart des polymères utilisés traditionnellement qui présentent le plus souvent un caractère apolaire. Des modifications chimiques ou physiques sur ces renforts sont donc souvent requises pour obtenir des composites de qualité. Ce sera l'objet du paragraphe suivant.

I.1.7. Modifications des interactions à l'interface

Les modifications ont pour but de rendre compatible les composants des matériaux composites : fibres et matrice. La modification de l'état de surface des fibres naturelles, en général, et des fibres de bois en particulier reste la principale voie pour l'amélioration de l'interface. La modification des fibres de bois a fait l'objet de plusieurs investigations et revues bibliographiques **Dányádi et al. (2010)** ; **Mamun et al. (2010)** ; **Alix et al. (2009)** ; **Hong et al. (2008)** ; **Karmarkar et al. (2007)** ; **Demir et al. (2006)** ; **Panayiotou (2005)**. Plusieurs techniques ont été utilisées, ou au moins testées, afin d'améliorer l'interface.

I.1.7.1. Modification physique

Les méthodes physiques telles que le calandrage, l'étirement, les traitements thermiques induisent un changement des propriétés structurelles et surfaciques de la fibre cellulosique ou de la matrice thermoplastique. Les agents dispersifs et d'autres additifs sont largement utilisés dans les composites à base de bois parce qu'ils agissent sur les propriétés de la surface des composants en déterminant la modification de la tension à l'interface. Les traitements par décharges électriques, très efficaces sur les polymères non actifs comme les polyoléfines, ont été essayés avec succès pour la modification des fibres cellulosiques dans les composites polymère-bois, mais ils représentent une solution coûteuse **Panaitescu et al. (2007)**.

I.1.7.2. Modification chimique

Les traitements chimiques ont certainement été les plus étudiés dans le monde. L'objectif de ce type de traitement est de remplacer les groupements hydroxyles, fortement hydrophiles et responsables du gonflement du bois, par des groupements hydrophobes.

Les modifications chimiques des fibres peuvent également être classées en différentes catégories : le couplage chimique, l'imprégnation des fibres, plastification du bois. Les techniques de couplage chimique qui assurent la formation de ponts chimiques entre les fibres cellulosiques et le polymère thermoplastique sont les plus importantes et utilisent des agents de couplage organiques (isocyanates, anhydride maléique, acide acrylique et métacrylique, triazine et ses dérivés), des agents capable de former des copolymères greffés à l'interface et des agents de couplage inorganiques **Panaïtescu *et al.* (2007)**.

CHAPITRE II

RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES

Chapitre II

Rappels bibliographiques

De nombreux auteurs ont étudié les composites fibres lignocellulosiques/polymères. Chaque composite présente une constitution propre, un objectif de performance propre, et par conséquent il n'est pas toujours aisé de les comparer. En effet, dans les sections précédentes, nous avons vu qu'il y a de nombreux polymères, de nombreux types de fibres et plusieurs façons de les associer ensemble avec ou sans modification de l'interface. Cette diversité se retrouve aussi dans la littérature au niveau du choix des caractéristiques mesurées et des méthodes employées. Compte tenu de ces observations, la présentation de ces travaux sera faite en ayant le souci de regrouper les résultats, selon l'influence que certains facteurs peuvent avoir sur la performance des composites à fibres naturelles.

Sanadi et al. (1994), ont évalué les propriétés des composites PP/fibre de papier journal recyclé. La contrainte à la rupture du composite à 40% de fibres de papier journal recyclées est de 34,1 MPa. De petites quantités de PP-g-MA (anhydride maléique greffé au polypropylène) et d'AAPP (acide acrylique greffé au polypropylène) ont été utilisées pour améliorer l'interaction entre la matrice hydrophobe et la fibre polaire. L'amélioration des propriétés mécaniques des composites contenant le PP-g-MA dépend de la quantité d'anhydride maléique greffé dans le copolymère et de la masse moléculaire du copolymère. La contrainte à la rupture a augmenté de 67% soit une valeur de 57 MPa. Cependant une légère amélioration a été enregistrée lors de l'introduction de l'agent compatibilisant AAPP. Ces résultats ont été confirmés par l'analyse microscopique à balayage ou une bonne adhérence fibre matrice est observée dans le cas de la présence du MAPP.

Sombatsompop et al. (2003) ont étudié l'effet de la sciure de bois non traitée sur les propriétés thermiques, rhéologiques, mécaniques et le gonflement des composites PVC/sciures de bois. L'étude des propriétés mécaniques a montré que le module de traction diminue jusqu'à une teneur de 16,7 % massique de la charge et qu'au-delà, sa valeur n'est pas influencée par la teneur en sciures, alors que les valeurs de la résistance et de l'allongement à la rupture diminuent de 28,6 % puis pour ensuite augmenter de 33,3 % pour ensuite diminuer. La diminution du module de traction est probablement attribuée à la mauvaise dispersion et la rétention d'humidité, interprétation confirmée par les images du MEB qui montrent des

agglomérats de sciures dans la matrice PVC, alors que la diminution de l'allongement est expliquée par le fait que le caractère hydrophile de la fibre conduit à une absorption d'eau, qui conduit à une diminution des propriétés mécaniques d'autant plus que l'humidité joue un rôle de lubrifiant (plastifiant) entre les molécules de PVC et la surface des fibres. En ce qui concerne la résistance à la traction, les auteurs justifient leurs résultats par une mauvaise dispersion, rétention d'humidité, défauts d'interface ou rupture de liens entre la fibre non traitées et la matrice. Pour ce qui est du module et de la résistance à la flexion et au choc, mis à part une augmentation du module de 33,3 % massique en sciures, la tendance est à la diminution. L'analyse mécanique dynamique a montré une augmentation du pic de $\tan \delta$ et de la température de transition vitreuse due probablement à la reformation de liaisons hydrogènes entre la sciure et le PVC.

Huda et al. (2004) ont réalisé une étude comparative des propriétés des composites PLA/ papier journal désencré et non désencré et PP/papier journal désencré (TC 2500) et non désencré (TC 1004). La présence des fibres cellulosiques (TC 2500) a permis l'amélioration de la contrainte à la rupture et du module d'Young du PLA, tandis que la contrainte à la rupture du PP a subi une détérioration liée à la faible adhésion interfaciale entre les fibres de papier journal et la matrice PP, cependant le module d'Young augmente avec l'augmentation du taux de charge qui est probablement due à une rigidité importante des fibres cellulosiques. La présence de la fibre TC 1004 a permis l'augmentation du module d'Young des différents composites tandis que la contrainte à la rupture a diminué, cela peut être basé sur le fait qu'une bonne dispersion des fibres n'est pas encore optimisée afin d'avoir davantage d'amélioration des propriétés mécaniques, le traitement chimique ou la présence d'agents compatibilisants semble nécessaire pour voir améliorer l'adhésion interfaciale.

Herrera-Franco et al. (2004) ont étudié des composites à base de polyéthylène haute densité (PEHD) renforcés par des fibres de chanvre. La modification de surface des fibres a été étudiée en utilisant le traitement alcalin et une préimpregnation de matrice en utilisant un organofonctionnel silane comme agent de couplage. Selon eux, l'interaction interfaciale PEHD-chanvre a été améliorée avec la modification chimique des fibres et en employant des concentrations élevées en silane. Par contre, ils ont également constaté que les propriétés mécaniques des composites et spécifiquement la résistance à la traction et au fluage ne se sont pas améliorées de manière significative. Cependant, l'augmentation des propriétés mécaniques s'est étendue entre 3 et 43 % pour la résistance à la traction et au fluage

longitudinal et une augmentation de 33,9 % en valeur de rigidité par rapport à la rigidité de la matrice PEHD. La contribution des fibres de chanvre à la rigidité des composites dans la direction longitudinale était inférieure à celle calculée par la loi des mélanges. Alors que, la modification de surface des fibres a un effet notable sur les propriétés des composites dans la direction perpendiculaire aux fibres où les améliorations étaient au-dessus de 50 % par rapport aux composites non traités.

Yang *et al.* (2006) ont muni une étude sur certaines propriétés physiques et mécaniques des composites PP/farine de bois et PP/farine de riz. Les résultats révèlent une légère augmentation dans le taux d'absorption d'eau, avec l'augmentation de taux de farine mais jusqu'à un degré négligeable par rapport aux composés à base de bois tandis que la contrainte à la rupture a subi une forte détérioration avec l'augmentation du taux de charge. Ces résultats sont liés à une faible adhésion interfaciale entre la fibre et la matrice qui est probablement due à une augmentation des micros vides causant ainsi une augmentation de l'absorption d'eau. Avec l'addition de l'agent compatibilisant, les liaisons entre les fibres et la matrice ont été considérablement améliorées, ayant pour résultat l'amélioration de la stabilité dimensionnelle et le comportement d'absorption d'eau.

Bullions *et al.* (2006) se sont intéressés à l'étude des propriétés mécaniques des matériaux composites PP/ fibre de papier kraft recyclé mélangé à des fibres de papier journal recyclé ou fibres de kéraf. La substitution de 10% des fibres de papier journal avec les fibres de kéraf n'a aucune influence sur la contrainte à la rupture des composites. Cependant une substitution complète des fibres de papier kraft par les fibres de papier journal recyclé a causé une diminution de 7% de la contrainte à la rupture, ce phénomène est aussi observé lorsque deux tiers de la fibre de papier kraft recyclé sont remplacé par la fibre de papier journal, ce résultats est due à la forte résistance des fibres de papier kraft comparée avec celle de la fibre de papier journal. Cependant il s'est avéré que l'incorporation de la fibre de papier journal améliore les propriétés de flexion du polypropylène.

Mondragon *et al.* (2006) se sont intéressés à l'effet des traitements de fibre de lin sur la stabilité thermique et la cristallisation des composés polypropylène / fibre de lin. Les fibres de lin ont été traitées en utilisant l'anhydride maléique, PP-g-MA, le vinyltriméthoxy-silane et un traitement alcalin. Les résultats ont prouvé que tous les traitements ont amélioré la stabilité thermique des fibres de lin. Le taux de cristallisation, a été mesuré par trois techniques, à savoir l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC), mesures de la pression

volume-température (PVT) et l'analyse microscopie optique polarisée (POM). Toutes les techniques ont prouvé que l'addition de la fibre de lin textile a augmenté le taux de cristallisation. En outre, le taux de cristallisation est fortement influencé par la température de cristallisation, l'addition de fibre, le traitement extérieur de fibre et la pression appliquée, par ailleurs l'hygroscopicité des fibres traitées a diminué d'environ 8 à 40% en fonction du traitement utilisé.

Huda et al. (2006), ont fait une étude comparative sur les propriétés des composites PLA/ fibre de papier journal recyclé, PLA/ fibre de verre et PP/ fibre de papier journal recyclée, PP/ fibre de verre. Concernant les propriétés mécaniques, une amélioration de la contrainte à la rupture des composites à matrice PLA. La rigidité du PLA a augmenté de 3,3 à 5,4 GPa pour les composites à fibre cellulosique. Cependant les fibres de verre ont permis une amélioration de 27% de cette propriété. Diminution de la contrainte à la rupture des composites PP/ fibre de papier journal due à la mauvaise adhésion fibre ó matrice et une augmentation du module de Young des composites due à la grande rigidité des fibres cellulosiques utilisés.

La présence des fibres cellulosiques a induit à l'amélioration de la stabilité thermique où un gain de 20°C dans la température de début de décomposition est enregistré pour les composites à fibres cellulosiques.

Le taux de cristallinité mesuré par la DSC, a subi une détérioration d'environ 6°C, ce qui signifie que les fibres de cellulose gênent la migration et la diffusion des chaînes moléculaires de PLA sur la surface du noyau dans les composites.

Smita et al. (2006) se sont intéressés aux comportements mécaniques et thermiques des composites PEHD /Jute, traités par le PE-g-MA. Ils ont constaté que les résistances à la traction et au fluage augmentent avec l'augmentation de la teneur en fibres jusqu'à 30%, au-delà de cette valeur la résistance se détériore. Cette augmentation de la résistance mécanique est principalement attribuée à l'effet de renforcement de la fibre, ce qui a permis une distribution uniforme du polymère dans la phase dispersée de la fibre. Au-delà de 30%, la formation des agrégats a été favorisée à l'intérieure de la matrice, ce qui a provoqué un transfert de tension non uniforme, et par conséquent une diminution de la résistance à la traction.

Crespo et al. (2007) ont étudié la morphologie ainsi que les propriétés mécaniques du PVC plastifié renforcés par différents types de charges cellulosiques qui sont la cosse d'amarante, la sciure et le riz. L'addition des différents renforts cellulosiques cause une diminution considérable des propriétés mécaniques liées à la mauvaise adhésion interfaciale, telle que la résistance à la traction et l'élongation à la rupture. D'une part, elle favorise une augmentation de la rigidité, du module élastique et de la dureté. Ces résultats sont confirmés par microscopie électronique à balayage où une agglomération des particules cellulosiques a été observée.

Beldzki et al. (2007) ont étudié les composites en polypropylène renforcés par les fibres d'abaca et les comparer avec les composites PP/fibre de jute et PP/fibre de lin. Ils ont utilisé différents taux de charge (20, 30, 40, 50 % en poids). Après examen des propriétés mécaniques des différents composites élaborés, pour un taux de charge inférieure à 40 % la résistance de traction et de flexion augmentent. Au-delà de ce taux l'effet inverse a été constaté. Les essais de choc ont été également effectués et la même tendance a été observée. Après incorporation d'un agent de couplage (PP-g-MA) aux différents composites, les résistances à la traction et de flexion augmentent de 30 % à 80% pour les différents taux de charge et cela est dû à une amélioration de l'adhésion interfaciale entre les différentes fibres et la matrice PP. Ils ont constaté aussi que les composites PP/fibre de jute fournissent de meilleurs résultats en termes de résistance à la traction et de flexion, par contre le composite PP/fibre d'abaca a révélé de meilleures résistances au choc comparé aux composites PP/jute et PP/lin.

Dányádi et al. (2007) ont étudié l'effet de l'agent compatibilisant sur les différentes propriétés des composites à base de polypropylène chargé avec de la farine de bois. A cet effet, ils ont utilisé le PP-g-MA à différents poids moléculaires, un taux de charge de la farine variant de 0 à 70 % en poids et un rapport PP-g-MA/FB d'environ 0-0,25. Après examen de différentes analyses effectuées, ils ont pu conclure que les phénomènes structuraux les plus importants, déterminants les propriétés des composites sont l'orientation anisotrope des particules de la FB et leurs agrégations. Ils affirment aussi que l'efficacité de l'agent compatibilisant est optimale aux environs de 0,05 à 0,1 (PP-g-MA/FB). De plus, l'ajout du PP-g-MA dont le poids moléculaire élevé est plus avantageux dans l'amélioration de la résistance des composites (contrainte de déformation très importante), parce qu'il peut former un plus grand nombre d'enchevêtrements par molécule que le PP-g-MA à faible poids

moléculaire. L'agent compatibilisant à faible poids moléculaire diminue la viscosité et améliore considérablement la processabilité.

L'étude menée par **Djidjelli et al. (2007)** sur les propriétés mécaniques, thermiques et diélectriques des composites à matrice PVC chargée avec la FGO modifiée chimiquement par benzylation a montré une amélioration de l'allongement et de la contrainte à la rupture pour les composites traités ce qui est due probablement au caractère thermoplastique de la FGO après benzylation, par conséquent une bonne adhérence interfaciale. Un gain de 12°C dans la température de début de décomposition est enregistré pour les composites traités (F25B) par rapport à ceux non traités (F25), une perte diélectrique moins importante est enregistrée pour les composites traités (F25B), dans l'intervalle (0 à 70°C). La diminution de la concentration des hydroxyles après traitement, a été mise en évidence par l'analyse IRTF, indiquant clairement que la réaction de mono substitution des ions de sodium par des groupements benzyliques a vraiment eu lieu.

Liu et al. (2007) se sont intéressés à l'étude des propriétés micromécaniques des composites PP/fibre de jute, la surface des fibres a été modifiée avec un traitement alcalin, aux silanes et un traitement alcalin plus le PP-g-MA en émulsion. Les modifications de la surface extérieure des fibres de jute se sont avérées très efficaces dans l'amélioration de l'adhérence fibre-matrice. Il a été démontré que le traitement avec NaOH enlève les cires et les substances grasses et apporte un changement et une amélioration non seulement de la topographie extérieure mais également de la distribution du diamètre. En conséquence, les propriétés mécaniques telles que les résistances à la traction, au cisaillement, et à la flexion des composés ont augmenté après traitement, tandis que la résistance au choc a légèrement diminué.

Kaci et al. (2007) ont étudié l'effet du traitement de la FGO et le compatibilisant EBAGMA sur la morphologie et les propriétés mécaniques des composites PEBD/FGO.

Pour résoudre le problème d'incompatibilité ils ont utilisé deux modes de traitement : La modification chimique de la FGO avec l'AM basée sur une réaction d'estérification et utilisation de l'EBAGMA comme agent compatibilisant. L'analyse IRTF montre une diminution de la bande d'absorption correspondant aux groupements hydroxydes ce qui signifie que la réaction d'estérification a eu lieu. L'analyse MEB a révélé qu'une meilleure dispersion de la charge a été observée pour les composites traités par l'EBAGMA.

Zheng et al. (2007) ont évalué l'effet de la teneur en fibres de bagasse modifiées avec l'acide benzoïque et la température de broyage de la fibre traitée (140, 150, 160°C) sur les propriétés mécaniques du PVC (rigide)/fibre de bagasse. Les résultats du test de traction ont montré que la teneur en acide benzoïque, et en fibre ont une influence sur la résistance à la traction, la résistance a augmenté avec la teneur en fibre et en acide, indiquant de ce fait que les groupes hydroxyles de la fibre ont réagi avec l'acide, amenant à une meilleur adhésion interfaciale et dispersion de la bagasse dans la matrice PVC. Comme exemple, la valeur de la résistance du PVC/fibre non traitée avec une teneur de 25% massique est de 38,53 MPa, alors que la valeur minimale du composite contenant la fibre traitée est de 42,3 MPa, tandis que la valeur maximale de 52 MPa est enregistrée pour une teneur de 35% massique en fibre traitée avec 10% massique en acide benzoïque.

Vilaseca et al. (2008) ont mené une étude sur l'effet de l'incorporation du papier kraft recyclé sur les propriétés du polypropylène. Les fibres cellulosiques ont contribué à l'amélioration de la contrainte à la rupture, par exemple pour un taux de charge de 40% ils ont enregistré une amélioration de l'ordre de 24% de cette propriété. Cependant la présence d'un agent compatibilisant (PP-g-MA) a permis d'avoir de bien meilleur résultats. Ces résultats ont été confirmés par le MEB.

Wang et al. (2008) ont étudié l'influence de la teneur en humidité et la taille des particules de bamboo sur la stabilité dimensionnelle et les propriétés mécaniques (module de traction, résistance à la traction) du composite bamboo/PVC. Les résultats montrent que la densité du composite avec 50 % massique est de 943 Kg/m³, valeur supérieure à celle du composite à 70 % massique dont la densité est de 714 Kg/m³, 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 lié aux groupes hydroxyles présents dans les régions amorphes de la cellulose et hémicelluloses de la fibre accessibles à l'eau, ainsi que les défauts à l'interface fibre/matrice.

Ashori et al. (2009) ont fait une étude comparative sur les matériaux composites à matrice PP et PEHD recyclés et fibres de papier journal recyclées. Les performances mécaniques des composites à matrice PEHD était meilleur par rapport à ceux à base de PP, à l'exception de ceux avec un taux de charge de 70%. L'incorporation de la fibre cellulosique a provoqué la détérioration de la contrainte à la rupture des composites, mais en revanche le

module de Young a subit une augmentation. Afin de procéder à l'amélioration des propriétés interfaciales fibre ó matrice, des agents compatibilisant ont été incorporés. Les propriétés mécaniques augmente avec l'augmentation de la quantité de l'agent compatibilisant ajoutée.

Shakeri et al. (2009) ont étudié le test d'absorption d'eau des composites PP/ mélange de fibres de verre et fibres de papier journal recyclées. Le taux d'absorption d'eau augmente avec l'augmentation de la fibre cellulosique et le même résultat est constaté lors de l'introduction des fibres de verre aux composites PP/ fibre cellulosique. Ce résultat suggère que l'absorption d'eau diminue avec l'augmentation du taux des fibres de verre. Le caractère hydrophile des fibres de papier journal est responsable de la forte absorption d'eau des composites. Quand la quantité de fibre augmente dans le composite, le nombre de groupements OH libre de la fibre cellulosique augmente et par conséquent l'absorption d'eau augmente.

Nourbakhsh et al. (2010) ont procédé à une étude sur les propriétés mécaniques, morphologiques et thermiques des composites PP/cellulose microcristalline/farine de bois, en présence d'un agent compatibilisant (PP-g-MA). Les résultats suivants ont été tirés de cette étude :

Les propriétés mécaniques des composites contenant l'agent compatibilisant sont supérieur à celles des composites non traitées, cela est due aux fortes liaisons interfaciales entre la fibre cellulosique et la matrice polymère.

L'analyse morphologique a également montré une bonne adhésion interfaciale entre les fibres et la matrice en présence de l'agent compatibilisant.

La stabilité thermique des composites était remarquablement amélioré par rapport au PP vierge. En effet la température de début de dégradation thermique a augmenté en présence de l'agent compatibilisant.

Wang et al. (2010) ont étudié l'influence du traitement chimique des particules lignocellulosiques sur l'absorption d'eau des composites PVC/bambou. L'effet de différents traitements chimiques tels que : l'hydroxyde de sodium, silicate de sodium (agent de silicate) et bisulfite de sodium (agent d'oxydant) sur la surface de particules ont été réalisés. La concentration et les valeurs du pH des solutés ont été analysées et leurs rapports avec l'absorption d'eau, le rapport de porosité, la propriété thermique, la microstructure et le

contenu d'hémicelluloses ont été évalués. Les résultats ont révélé que les valeurs du pH des solutés ont eu peu d'impact sur l'absorption d'eau des composites tandis que les types de traitement ont un grand effet. L'alcalisation a abaissé le contenu des hémicelluloses dans les particules de bambou et a ainsi réduit l'absorption d'eau.

La résistance au choc diminue avec la teneur en fibre, ce qui est attribuée à la réduction de la mobilité par l'introduction de la fibre cellulosique, tandis que la teneur en acide n'affecte pas la résistance au choc.

L'allongement à la rupture diminue avec l'augmentation de la teneur en fibre indiquant une fragilisation du matériau. Le traitement n'apporte pas de changement significatif à l'allongement qui est de 3,5% pour la fibre non traitée et de 5,8% pour celle qui est traitée. Pour ce qui est du module, le traitement apporte une amélioration jusqu'à une teneur de 5% en acide puis diminue.

La microscopie électronique à balayage a montré que le composite à fibres non traitées présente une mauvaise adhésion interfaciale. Alors que le traitement conduit à une bonne adhésion entre la fibre et la matrice.

L'absorption d'eau ainsi que le comportement de gonflement d'épaisseur des composites PP/fibre de papier journal recyclé et PP/ farine de bois ont été étudié par **Ashori et al. (2010)**. Le PP-g-MA a été utilisé comme agent compatibilisant; les résultats obtenus sont :

Les composites à fibre de papier journal présente une forte teneur d'absorption d'eau comparé avec ceux à fibre de farine de bois.

Les composites à de quantités élevées en fibre de farine de bois ont montré un faible pourcentage en absorption d'eau et en gonflement d'épaisseur. Ceci peut être attribué au fait que la farine de bois contient peu d'holocellulose (cellulose hémicellulose) et en revanche est riche en lignine.

La présence de PP-g-MA à améliorer la qualité de l'adhésion interfaciale entre la matrice et les fibres cellulosiques, et a permis de réduire les cavités dans les régions interfaciales et de bloquer les groupes hydrophiles.

Islam et al. (2010) se sont intéressé à l'effet de la modification chimique de la fibre de coco par le sel o-hydroxybenzene diazonium sur les propriétés des composites à matrice polypropylène. Les propriétés mécaniques des composites à fibres traitées semble meilleur

comparés à celle des composites à fibres non traitées. La résistance à la traction des composites étudiés a montré une détérioration avec l'augmentation du taux de charge; une augmentation des taux de charge provoque une augmentation de la surface interfaciale et affaiblissement des interactions fibre ó matrice, ce qui induit à une diminution de la résistance à la traction.

L'incorporation des fibres cellulosiques à la matrice polymère (PP) a permis de manière significative d'augmenté le module de Young en fonction du taux de charge. En effet, la incorporation de cette fibre a amélioré la rigidité du matériau.

La dureté des matériaux augment proportionnellement au taux de charge. Les composites à fibres traitées montrent de meilleur résultats comparés aux composites à fibres non traitées.

L'absorption d'eau des composites a augmenté avec l'augmentation des taux de charge, cela est due à l'augmentation des groupements hydroxyles des fibres cellulosiques.

L'analyse morphologique a montré une meilleur adhésion interfaciale fibre ó matrice et absence d'agglomérats dans le cas où les fibres sont traitées chimiquement.

Ashori et al. (2010) ont étudié l'effet de la composition chimique ainsi que de la taille des fibres cellulosiques sur les propriétés mécaniques des composites PP/Pin et PP/Chêne. La contrainte à la rupture des composites étudiées semble augmenté avec l'augmentation du taux de charge. Les composites PP/Chêne ont montré une contrainte faible par rapport aux composites PP/Pin.

Les composites PP/Pin montrent un module de Young important d'une valeur de 2613 Pa soit une amélioration de 210 % par rapport à la matrice PP.

L'absorption d'eau augmente dans tous les cas avec l'augmentation du taux de charge due à la présence des groupements hydroxyles dans les fibres cellulosiques.

L'agent compatibilisant (PP-g-MA) a permis la réduction de la teneur d'eau absorbée et a contribué à l'amélioration des propriétés mécaniques due à une meilleur dispersion des fibres cellulosiques dans la matrice polymère.

Mano et al. (2010) se sont intéressés à l'effet des vitesses de rotation d'une extrudeuse sur les propriétés des composites à fibres naturelles. Pour cela des composés à base de

polypropylène (PP) et de polyéthylène haute densité (PEHD) renforcé avec 20 wt.% de fibres de curaua ont été préparés utilisant une extrudeuse bi-vis et l'effet de la vitesse de rotation de vis (SRS) a été évalué en mesurant le rendement, les propriétés mécaniques des composites, la morphologie et les dimensions de fibre. L'augmentation de SRS cause une diminution de longueur, de diamètre et d'allongement des fibres dans les deux types de composites, dû aux forces de cisaillement élevées agissant sur le polymère fondu et transférées aux fibres. En conséquence, l'effet de renfort des fibres a diminué, comme démontré par les propriétés mécaniques de flexion et de tension des composites. En plus, les matrices polymères subissent la dégradation thermomécanique pendant le traitement, ceci également a contribué aux changements des propriétés mécaniques. La comparaison entre les matrices a prouvé que des composites à matrice PP sont moins affectés par des changements de SRS, souffrant moins de changements dans des paramètres dimensionnels de fibre et des propriétés mécaniques que les composites à matrice PEHD.

CHAPITRE III

MATÉRIAUX UTILISÉS ET TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

Chapitre III

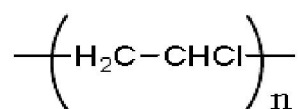
Matériaux Utilisés et Techniques Expérimentales

Les propriétés d'un matériau composite sont plus avantageuses que la somme de celles des parties qui le composent. Toutefois, il est indispensable comme nous l'avons vu au chapitre précédent de bien connaître ces différentes parties et l'histoire de leur assemblage pour espérer comprendre, interpréter et éventuellement optimiser le comportement du composite. C'est dans cette optique que nous décrivons dans ce chapitre les matériaux et techniques expérimentales utilisés.

III.1. Matériaux utilisés

III.1.1. Polychlorure de vinyle

Le polychlorure de vinyle (PVC) est un polymère très présent dans notre vie quotidienne. Il couvre tous les secteurs de l'activité économique. Ceci est dû à l'ensemble de ses propriétés mécaniques et physiques et son adaptation à être modifié. C'est pour ce là que nous nous sommes intéressés plus particulièrement à ce matériau à savoir à son utilisation comme matrice dans la conception d'un matériau composite à fibre cellulosique.



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

Tableau III.1.1. Propriétés physico-chimiques de la résine polychlorure de vinyle (PVC).

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

III.1.2. Additifs

Les additifs utilisés lors de la mise en œuvre des différentes formulations sont :

III.1.2.1. Plastifiant

Le plastifiant ajouté au PVC est le dioctylphthalate (DOP) dont la formule chimique et les spécifications physico-chimiques sont présentées dans la figure II.2.1 et le tableau III.2 respectivement :

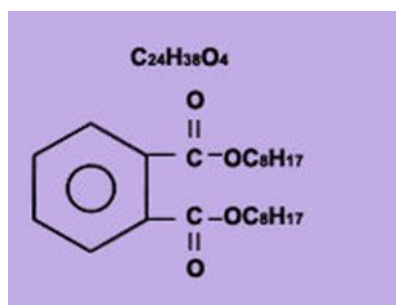


Figure III.2.1. Formule chimique du DOP.

Tableau III.1.2. Propriétés physico-chimiques du DOP.

Caractéristiques	Méthodes	Unités	Valeurs
Aspect			Liquide huileux limpide
Masse moléculaire		g/mol	390,6
Densité à 20° C	ASTM D 1298-90	g/cm ³	0,982-0,986
Acidité	ASTM D1045-86	mg KOH/g	<0,1
Couleur	ASTM D1045-86		Max 40
Viscosité à 20° C	ASTM D 445-88	Cst	75 ó 85
Viscosité à 25° C	ASTM D 445-88	Cst	57-61
Teneur en ester	Chromatographie	%	99 ó 99,8
Point d'inflammabilité	ASTM D93 - 90	°C	>190
Teneur en eau	ASTM E 203 ó 92	ppm	Ö1000
Indice de réfraction			
ND 20	ASTM D-1045		1,485-1,487

III.1.2.2. Stabilisant thermique Ca/ Zn

Le stabilisant utilisé est le Ca/Zn dont les caractéristiques sont représentées dans le tableau suivant :

Tableau III.1.3. Propriétés physiques du Ca/Zn.

Caractéristiques	Unités	Valeurs
Densité	g/cm ³	0,37
Apparence	-	Poudre blanche
Teneur en Zn	%	2,25

III.1.2.3. Lubrifiant

Le lubrifiant utilisé est l'acide stéarique (lubrifiant interne C₁₇H₃₅COOH) dont les caractéristiques sont représentées dans le tableau suivant :

Tableau III.1.4. Propriétés physiques du lubrifiant.

Caractéristiques	Spécifications	Unités
Nom commercial	EDENOR STB	-
Indice de saponification	54-55	mg KOH/g
Point d'inflammabilité	>100	°C
Indice d'acide	207-201	-
Indice d'ode	<01	-

III.1.3. Charge

La composition chimique de la fibre de papier journal a été tirée des travaux de Cheng *et al.* (2002) et Kuhad *et al.* (2010) les résultats sont résumés dans le tableau ci-dessous :

Tableau III.1.5. Principales caractéristiques de la fibre papier journal.

Molécule	Composition (%)
Cellulose	40 - 55
Lignine	25 - 40
Hémicellulose	18 - 30

III.1.4. Hydroxyde de sodium

L'hydroxyde de sodium utilisé a été produit par « *BIOCHEM Chemopharma Analytical Reagent* » dont les principales caractéristiques sont résumées dans le tableau ci-dessous :

Tableau III.1.6. Principales caractéristiques de l'hydroxyde de sodium.

Formule chimique	Masse moléculaire	Pureté
NaOH	40 g/mole	98%

III.1.5. Peroxyde d'hydrogène

Le peroxyde d'hydrogène utilisé a été produit par « *BIOCHEM Chemopharma Laboratory Reagent* » dont les principales caractéristiques sont résumées dans le tableau ci-dessous :

Tableau III.1.7. Principales caractéristiques du peroxyde d'hydrogène.

Formule chimique	Masse moléculaire	Pureté
H ₂ O ₂	34,02 g/mole	30%

III.2. Techniques expérimentales

III.2.1. Désencrage du papier journal

Le désencrage de la fibre de papier journal a été effectué selon le protocole expérimental suivant :

En premier lieu, le papier journal a été coupé en de petits carrés d'environ 5mm de longueur puis une quantité de 10g ont été pesées et incorporées dans de l'eau distillée pendant 24h. Après filtration le PJ a été imprégné dans une solution aqueuse à :

- 2% massique en NaOH ;
- 1% massique en H₂O₂ ;
- 0,6% massique d'un détergent.

Cette solution a été introduite dans un bécher et mise sur une plaque chauffante à 45°C et sous agitation magnétique pendant 3h. Le mélange a été lavé ensuite avec de l'eau distillée, séché à l'air libre pour être enfin broyé.

Les montages du désencrage et de la filtration du papier journal sont illustrés sur la figure III.2.2:

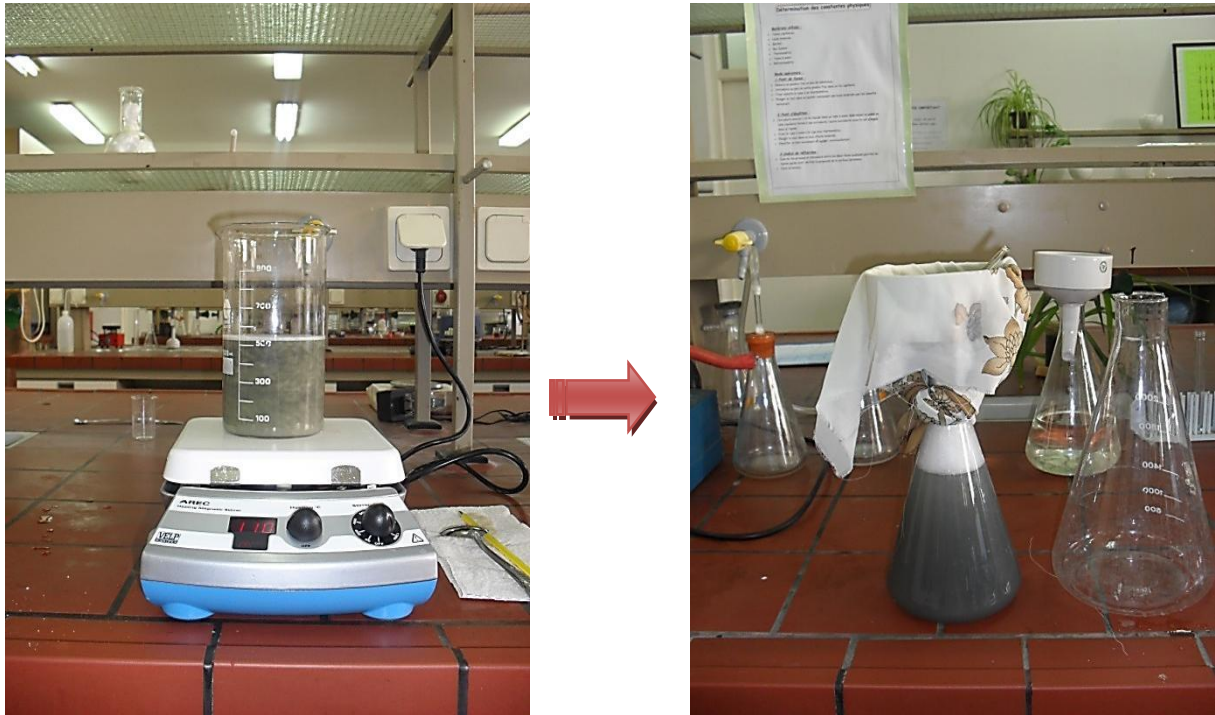


Figure III.2.2. Photo du protocole expérimentale utilisé lors du procédé de désencrage.

III.2.2. Préparation des composites PVC/fibre de papier journal (PJ)

III.2.2.1. Formulations

Différentes formulations à base de PVC/PJ brut et désencré ont été préparées 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 chaque constituant dans le mélange sont rapportées dans le tableau suivant :

Tableau III.2.1. Composition des différentes formulations.

Formulations	Vierge	PVC/PJB				PVC/PJD			
	F ₀ (%)	F ₁₀ (%)	F ₂₀ (%)	F ₃₀ (%)	F ₄₀ (%)	F ₁₀ (%)	F ₂₀ (%)	F ₃₀ (%)	F ₄₀ (%)
Produits									
PVC	100	90	80	70	60	90	80	70	60
DOP	30	30	30	30	30	30	30	30	30
Ca/Zn	4	4	4	4	4	4	4	4	4
Acide stéarique	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0,5	0,5	0,5	0,5
PJND	0	10	20	30	40	0	0	0	0
PJD	0	0	0	0	0	10	20	30	40

PJB : papier journal brut.

PJD : papier journal désancré.

III.2.2.2. 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 2000 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 III.2.3. Photo du Turbo mélangeur.

III.2.2.3. 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 et 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 introduit le mélange jusqu'au ramollissement, par la suite, on ajoute la charge à des fractions différentes de 10, 20, 30 et 40% massique. Pour une meilleure homogénéisation, des morceaux de matière sont coupés puis réintroduits dans l'entrefer entre les deux cylindres.



Figure III.2.4. Photo de la calandre utilisée.

III.2.2.4. Moulage par compression

Le mélange obtenu par calandrage est introduit entre les plateaux de la presse de table de model TONTIJNE de type TP400 de marque FONTUME HOLLAND chauffés à une température de 170 °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'air, un dégazage est effectué avant l'application de la pression finale. Des plaques de dimensions de 250×250×2 mm³ sont obtenues et refroidies à température ambiante, qui serviront pour le découpage d'échantillons sous forme d'altères, granulés et de carrés qui serviront dans les différents tests de caractérisation.

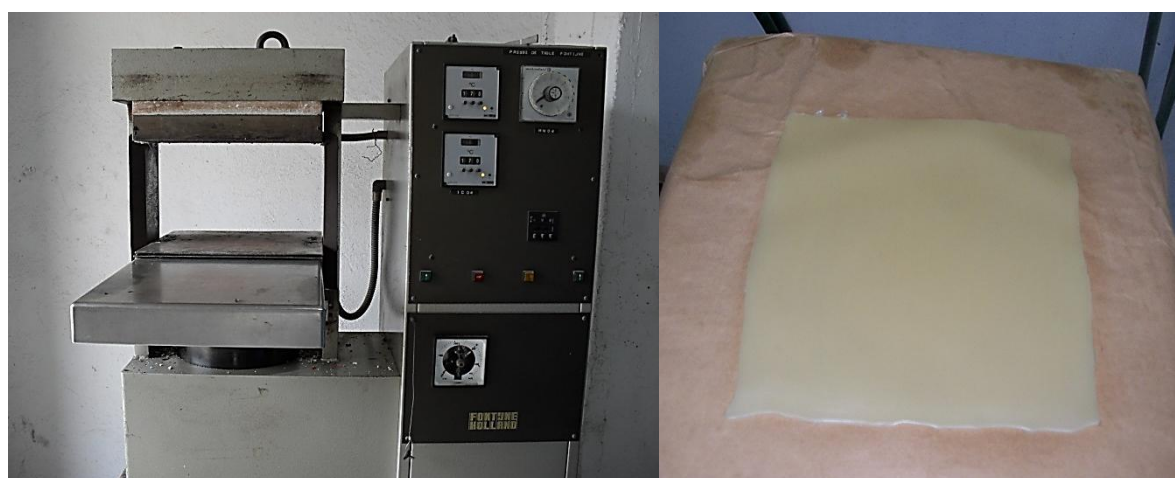


Figure III.2.5. Photo de la presse à table utilisée.

III.3. Techniques de caractérisation

Différentes techniques sont utilisées pour caractériser les propriétés des produits avant et après le calandrage et le moulage par compression. Ainsi Cette partie est consacré à la description des différentes méthodes d'analyse et de caractérisation des échantillons telles que :

- L'analyse spectrale par Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) ;
- L'analyse par diffraction de rayons X (DRX) ;
- Propriétés physiques: densité et absorption d'eau ;
- Propriétés mécaniques : Test de traction et dureté shore D ;
- Propriétés morphologiques: Microscopie électronique à balayage (MEB).
- Propriétés thermiques : Analyse thermogravimétrique (ATG) et stabilité thermique;
- Propriétés diélectriques : le claquage et la permittivité.

III.3.1. Analyse spectrale par IRTF

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (ou FTIR, Fourier Transformed Infra Red spectroscopy) est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. L'interprétation des fonctions chimiques présentes dans le matériau s'effectue via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques. Le domaine infrarouge, entre 4000 cm^{-1} et 400 cm^{-1} , correspond au domaine de l'énergie de vibration des molécules. Lorsque l'énergie apportée par le faisceau infrarouge est voisine de l'énergie de vibration de la molécule, cette dernière absorbe le rayonnement et la diminution de l'intensité réfléchie ou transmise sera alors enregistrée. Toutefois l'absorption du rayonnement IR dépend aussi de la géométrie de la molécule et en particulier de sa symétrie. Par conséquent, à une molécule de composition chimique donnée correspond une bande d'absorption caractéristique permettant de l'identifier. L'ensemble des bandes d'absorption forme le spectre d'absorption d'un matériau donné. Les informations tirées des spectres sont généralement qualitatives. En effet, elles permettent l'identification des longueurs d'onde auxquelles l'échantillon absorbe qui sont caractéristiques des groupes chimiques présents dans le matériau analysé **Bouafif (2009)**.

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 cm^{-1} . Des pastilles de mélange KBr- PJ de proportions de 39 et 1 mg respectivement, ont été analysées dans le but vérifier l'élimination de l'encre par le procédé de désencrage.

III.3.2. Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X est une technique de choix pour élucider la structure cristalline de composés organiques. Lorsqu'un faisceau de photons X interagit avec un échantillon cristallin, une partie du rayonnement est diffractée selon des angles bien définis, dont les valeurs sont directement reliées aux distances d entre plans atomiques par la formule de Bragg :

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta \quad \text{III.3.1}$$

Où λ est la longueur d'onde du rayonnement incident et n un nombre entier.

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

Le taux de cristallinité (T_c), permet d'apprécier la quantité de cellulose cristalline. Il a été déterminé par la méthode de Segal.

III.3.2.1. Méthode de Segal

De nombreuses études citent la méthode de Segal afin d'estimer le taux de cristallinité des fibres naturelles **Tserki *et al.* (2005)** ; **Mulinari *et al.* (2009)**. Ce taux T_c , est déterminé d'après l'équation (1), en utilisant les intensités des raies 002 (I_{002} , $2\theta = 22,4^\circ$), et 110 (I_{AM} , $2\theta = 18^\circ$) (figure III.3.1). I_{002} représente à la fois le matériau amorphe et cristallin alors que I_{AM} représente seulement la partie amorphe.

$$T_c = \frac{I_{002} - I_{AM}}{I_{002}} \times 100$$

III.3.2

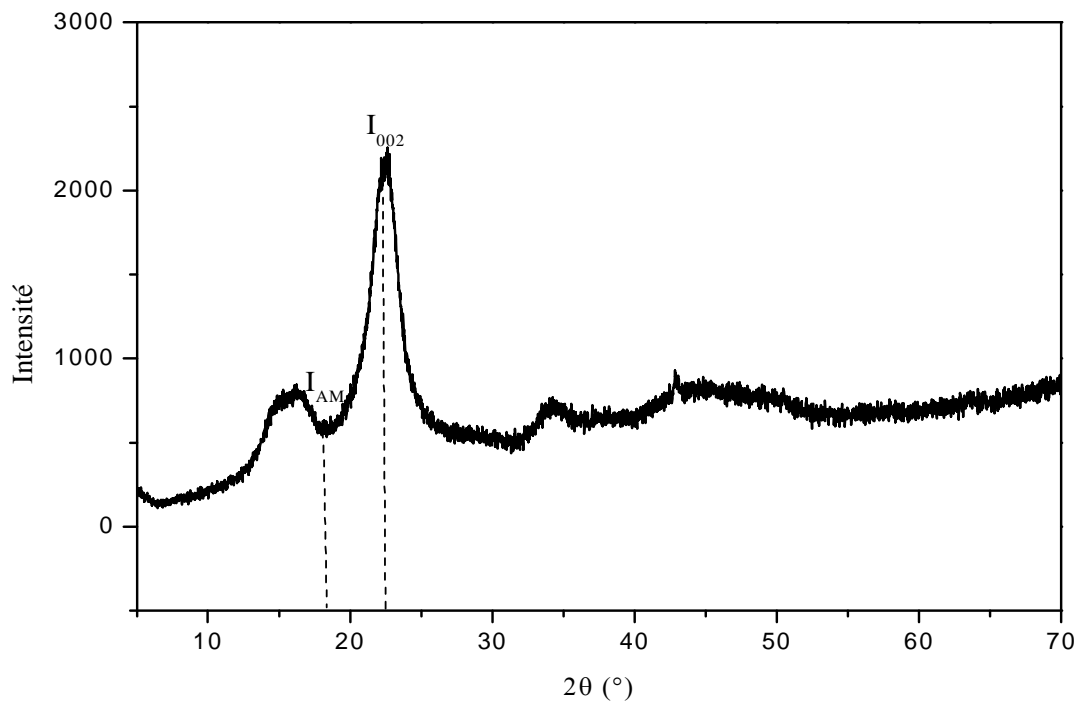


Figure III.3.1. Diffractogramme type de la fibre de papier journal désancrée entre 10 et 70°.

I_{am} correspond à l'intensité diffractée à $2\theta = 18^\circ$; I_{002} est l'intensité diffractée à $2\theta = 22,4^\circ$.

III.3.3. Propriétés physiques

III.3.3.1. Détermination de la densité

L'essai consiste à immerger une plaque dans un b cher au $\frac{3}{4}$ plein d'eau distill e   20  C. L'essai de densit  est effectu  sur un densim tre selon la norme (MTD, DSM) sur des plaques carr es environ $10 \times 10 \times 2 \text{ cm}^3$. La photo du densim tre est illustr e sur la figure II.3.3.

III.3.3.2. Absorption d'eau

Les polym res, en fonction de leur nature, peuvent plus ou moins absorber l'eau de leur environnement. Cette eau peut diffuser dans un polym re et y provoquer un gonflement qui interagit avec les contraintes appliqu es   celui-ci **Durier et al. (2007)**. Ce test consiste    valuer la quantit  d'eau que l' chantillon peut absorber selon la norme NF 51-022. La photo du test est repr sent e sur la figure III.3.2.



Figure III.3.2. Photo du test d'absorption d'eau.

III.3.4. Caractérisation des propriétés mécaniques.

La caractérisation des matériaux passe par la détermination de leurs propriétés d'usage. L'introduction d'une charge au sein d'une matrice polymère permet, suivant la nature de la charge introduite, d'améliorer ou de réduire leurs propriétés mécaniques. Différents paramètres peuvent décrire le comportement d'un matériau soumis à une contrainte. Ainsi, le module de Young, autrement appelé module d'élasticité, représente l'énergie élastique stockée et restituée lorsque le matériau est soumis à une sollicitation dynamique. D'autres paramètres qui sont la contrainte à la rupture, l'allongement à la rupture et la dureté shore D.

III.3.4.1. 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 moires 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.

La figure III.3.3 présente un exemple de comportement d'un matériau polymère soumis à une contrainte de traction. On y distingue trois zones :

La zone 1 de la courbe contrainte σ élongation est linéaire et correspond à une déformation élastique. Le matériau s'allonge sous l'action de la traction et reprend sa forme et ses dimensions initiales lorsque la contrainte est interrompue. Le coefficient de proportionnalité est appelé module de Young ou module d'élasticité (**E**).

La zone 2 est appelée zone de déformation plastique. La déformation est toujours élastique, mais la variation contrainte-déformation n'est plus linéaire. Cette zone présente un maximum au-delà duquel le matériau subit une déformation irréversible. A l'arrêt de la contrainte, le matériau ne retrouve pas sa forme initiale : il existe une déformation résiduelle permanente.

Au-delà d'une déformation critique, une contraction du matériau s'opère en un point donné jusqu'à rupture. On aborde alors la zone 3 de la courbe, dite zone de rupture.

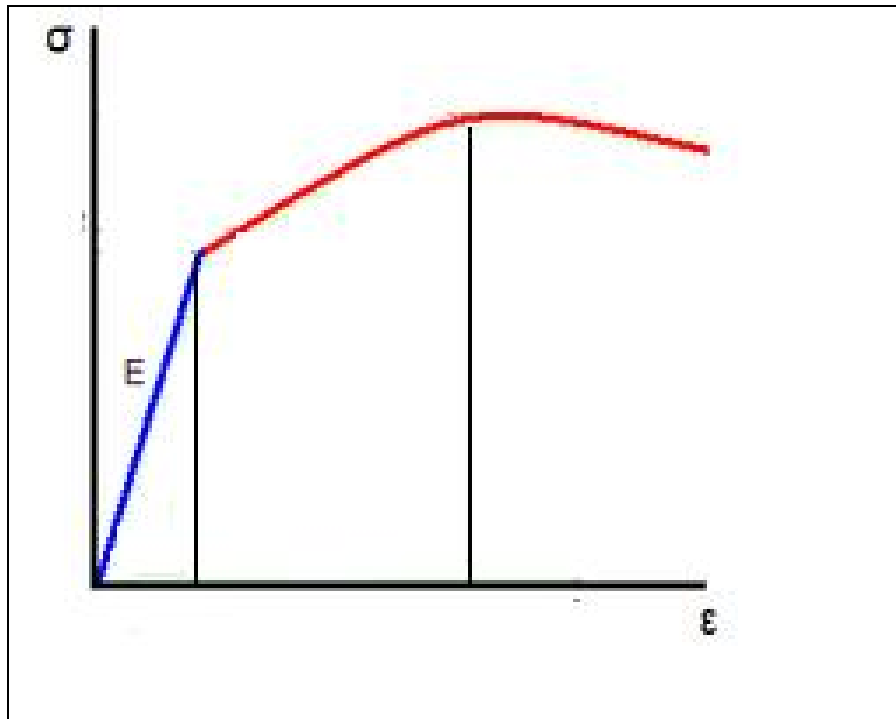


Figure III.3.3. Représentation schématique d'une courbe contrainte/déformation d'un essai uniaxial.

On appelle **loi de Hooke** la relation :

$$\sigma_{\text{élastique}} = E * \epsilon_{\text{élastique}} \quad \text{III.3.3}$$

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

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad \text{III.3.4}$$

Avec :

- σ : Contrainte à la rupture ;
- S : Section de l'éprouvette ;
- F : La force de étirement.

Le pourcentage de la déformation à la rupture (%) est calculé à l'aide de la relation (1) et une moyenne de cinq essais a été réalisée pour chaque échantillon.

$$r = \frac{(L-L_0)}{L_0} \times 100 \quad \text{III.3.5}$$

Où :

L_0 et L sont respectivement les longueurs initiale et à la rupture (mm) de l'éprouvette

La photo de la machine de traction utilisée est illustrée sur la figure III.3.4.

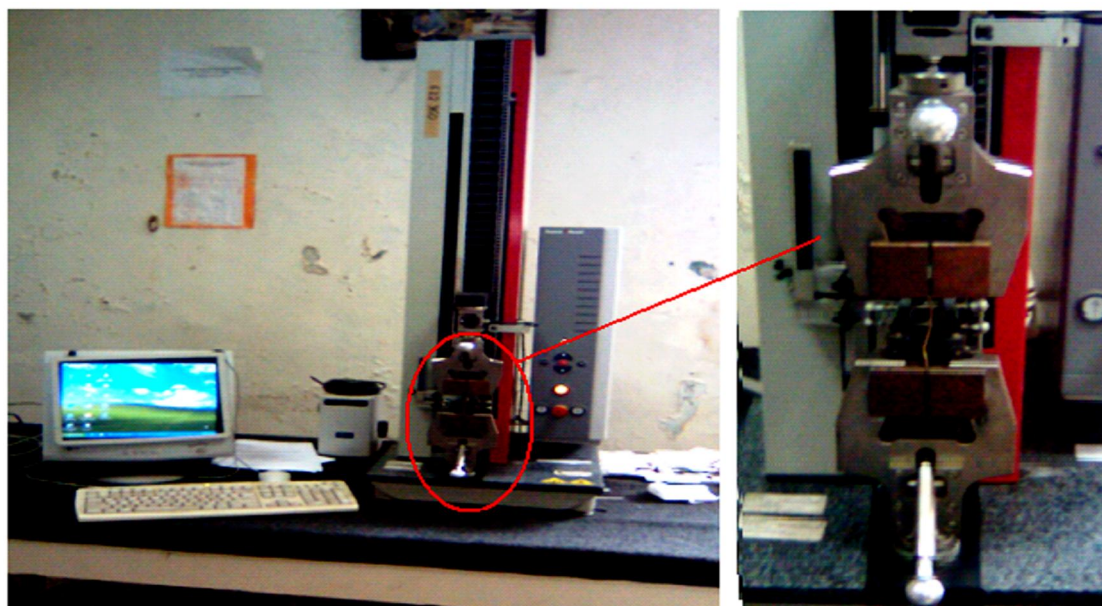


Figure III.3.4. Photo de la machine de traction.

III.3.4.2. Dureté shore D

La mesure de la dureté Shore D a été réalisée au niveau du laboratoire de « *CABEL* », à Alger. L'essai consiste à appliquer un effort tendant à enfoncer l'aiguille d'un duromètre Shore D suivant la norme *NFISO T 51-123*, sur des plaques de $5 \times 5 \text{ cm}^2$. La lecture se fait directement sur le duromètre après la pénétration de 15 secondes.

III.3.5. Propriétés thermiques (ATG)

Parce que les fibres de bois et les polymères synthétiques peuvent subir une dégradation de leurs propriétés mécaniques sous l'influence d'une augmentation excessive de la température, l'optimisation de la température lors de la mise en forme du composites est ainsi indispensable. La méthode thermogravimétrique (TGA) est une technique de routine dans ce genre d'analyse. Le principe consiste à mesurer la masse d'un échantillon en fonction d'un gradient ascendant de température. Ce principe est couramment utilisé pour la détermination

des températures de décomposition, mais aussi dans l'objectif de tester la stabilité thermique des fibres de bois utilisées comme renfort pour des matrices thermoplastiques **Wielage et al. (1993); Jakab et al. (2000).**

L'appareillage utilisé (figure III.3.5) est de type SETARAM 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°C à 900°C .



Figure III.3.5. Photo du four de l'appareillage de l'analyse thermogravimétrique.

III.3.6. Microscopie électronique à balayage (MEB)

Étant donnée sa forte susceptibilité à la dégradation sous l'influence de la température et des contraintes de cisaillement générées lors du procédé de mise en forme des composites fibres cellulosiques-thermoplastique, la détermination de la distribution des longueurs de fibres est importante pour déduire la relation entre la performance mécanique du composite et les conditions opératoires utilisées.

La microscopie électronique à balayage (MEB) consiste à balayer la surface d'un échantillon par un faisceau focalisé d'électrons accélérés à des tensions de 5 à 30 kV. Ces

électrons vont interagir avec la surface de l'échantillon. Les deux principaux types d'électrons réémis par la surface sont:

- les électrons rétrodiffusés, renvoyés par l'échantillon après des chocs élastiques avec la cible. Leur énergie est à peu près égale à celle des électrons incidents.
- les électrons secondaires, émis après des interactions de la cible avec des électrons incidents ou rétrodiffusés. Ils sont de faible énergie (typiquement 5 à 50 eV). Le signal émis en chaque point de la surface de l'objet est capté et amplifié par différents types de détecteurs. Le balayage du faisceau est synchronisé avec celui d'un écran vidéo, permettant la formation d'une image composite modulée par l'intensité du signal détecté. Les images contiennent des informations sur la topographie de la surface ainsi que ses variations de composition **Berlioz (2007)**.

Les échantillons ont été mis dans de l'azote liquide puis ont été fracturé, l'analyse a été effectuée par un microscope électronique à balayage de marque FEI CONTA 200 (figure III.3.6) à l'université de Béjaia.



Figure III.3.6. Photo de l'appareillage MEB.

III.3.7. Propriétés diélectriques

Les procédés de préparation des plaques ont été effectués au sein de l'entreprise privée des câbles électriques « CABEL » à Alger.

III.3.7.1. 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 III.3.7.



Figure III.3.7. Appareillage de mesure de la tension de claquage.

III.3.7.2. Permittivité et pertes diélectriques

La mesure des propriétés diélectriques du matériau (la permittivité et le facteur de perte $\tan \delta$) en fonction de la teneur en charge a été effectuée 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. Les caractéristiques de cet appareillage sont résumées dans le tableau III.3.1.

Tableau III.3.1. Caractéristique de l'appareillage.

Diamètre des électrodes	49,5 mm
Surface des électrodes	20 cm²
Pression des électrodes	Min. 20 g/cm ²
	Max. 1000 g/cm ²
Tension maximum de mesure	2000 V

La cellule de mesure comprend deux plaques chauffantes permettant de la chauffer jusqu'à 150°C figure III.3.8.



Figure III.3.8. Photo de la cellule de mesure des propriétés diélectriques.

III.3.7. 3. Calcul de la constante diélectrique (ϵ_r) et du facteur de pertes diélectriques \tan

$$\epsilon_r = \frac{C \times d \times 4\pi \times 0,99989}{F} = c \times d \times 0,5647 \quad \text{III.3.6}$$

Avec : C : Capacité exprimée en pF, mesurée avec la cellule ;

d : Epaisseur de la plaque en cm ;

F : Surface des plaques en cm², soit 20 cm².

CHAPITRE IV

RESULTAS ET DISCUSSION

Chapitre IV

Résultats et Discussion

Dans ce chapitre, nous allons présenter les résultats obtenus avec le système constitué de polychlorure de vinyle compound comme matrice et de papier journal comme charge. L'objectif de cette partie de notre travail est de montrer la faisabilité d'incorporer une charge biodégradable et d'étudier l'incidence sur les propriétés d'usage du composite obtenu.

Dans un premier temps, nous étudierons l'effet du procédé de désencrage sur le papier journal qui a été caractérisé par thermogravimétrie, spectroscopie infrarouge (IR), diffraction de rayons X (DRX) et microscopie électronique à balayage (MEB) puis du composite obtenu par calandrage et moulage par compression. Nous suivrons pour cela l'effet du taux de charge. Dans un second temps, nous analyserons les modifications induites par le procédé de désencrage sur certaines propriétés d'usage des matériaux composites formés: propriétés mécanique, propriétés physiques, propriétés thermique et propriétés diélectriques.

IV.1. Caractérisation de la fibre

La figure IV.1.1 représente une photo des fibres de papier journal brut et désencré après broyage, il peut être remarqué que le procédé de désencrage effectué a permis l'élimination d'une certaine quantité de cendre et ce résultat est confirmé par spectroscopie infrarouge.

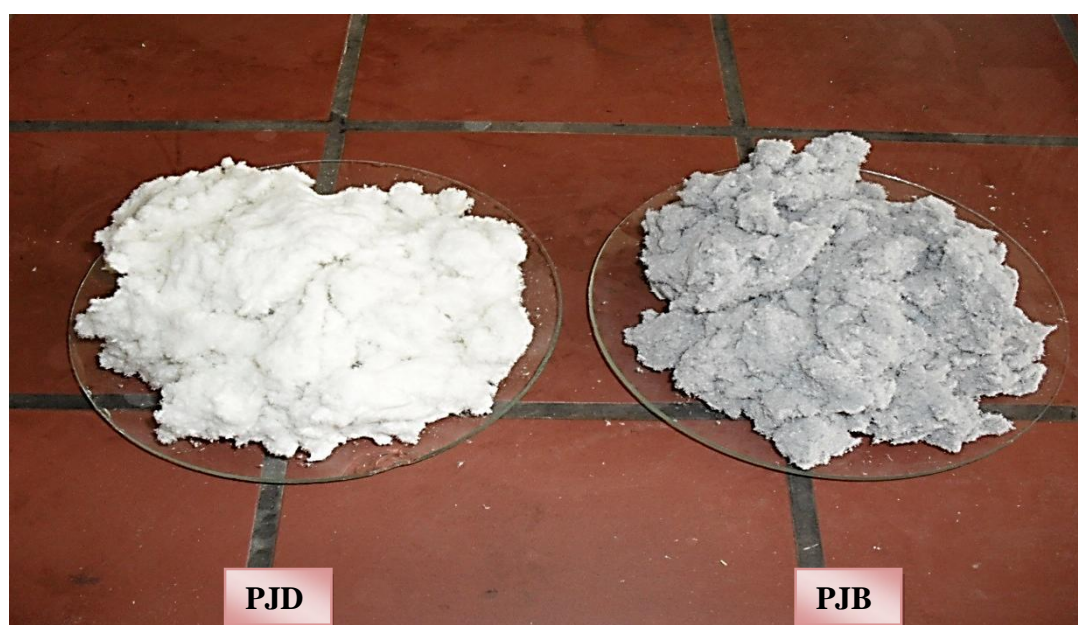


Figure IV.1.1. Photo de la fibre de papier journal brute et désencrée après broyage.

IV.1.1. Analyse spectroscopique (IRTF)

Le spectre infrarouge de la cellulose non traitée (CNT) est présenté dans la figure IV.1.2. Ce spectre sera utilisé comme référence. Dans, ce spectre on trouve toutes les bandes caractéristiques relatives aux macromolécules de cellulose.

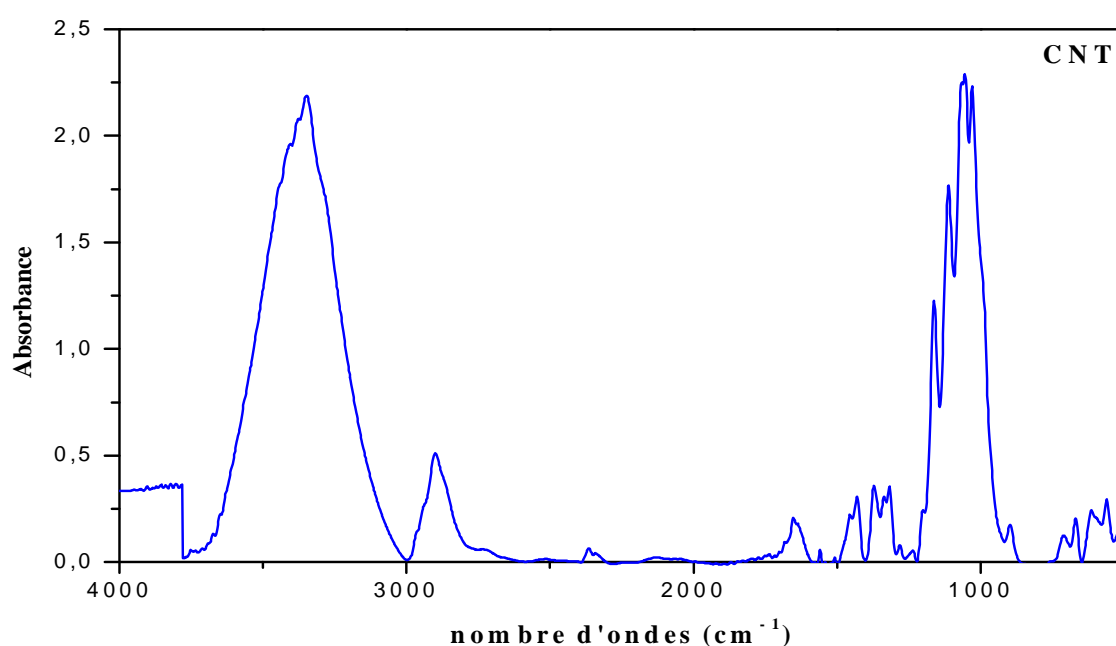


Figure IV.1.2. Spectre IR de la cellulose non traitée.

L'attribution des différentes bandes des spectres de cellulose a fait l'objet de nombreuses études **Berlioz (2007)**. Dans le cadre de ce chapitre, seules les bandes présentant un intérêt pour notre étude seront citées.

Le spectre FTIR de la cellulose peut être décomposé suivant les fonctions qui la constituent :

➤ **Les alcools :**

- 3000 à 3600 cm^{-1} , on trouve principalement les vibrations élongationnelles des liaisons O-H des fonctions alcools.
- Les bandes situées à 1317, 1337, 1430 et 1456 cm^{-1} représentent les vibrations de déformation dans le plan des fonctions O-H des groupes alcools.
- Entre 897 et 1200 cm^{-1} apparaissent les bandes de vibrations des liaisons C-O des groupes alcools. De façon plus précise, les bandes à 1113, 1064 et 1035 cm^{-1} ont

été attribuées respectivement aux vibrations de la liaison C-O des carbones 2, 3 et 6 de la cellulose.

- Les vibrations observées à 668 et 713 cm^{-1} correspondent aux vibrations de déformations hors du plan des fonctions OH des groupes alcools.
 - Les groupements aliphatiques : La bande aux environs de 2900 cm^{-1} correspond aux vibrations d'élongations de la liaison CH_2 .
 - La bande à 1164 cm^{-1} correspond aux vibrations d'élongation anti-symétrique de la liaison glycosidique C-O-C.
 - La bande peu intense à 1651 cm^{-1} ainsi que les bandes larges dans la région de 500-668 cm^{-1} sont dues à de l'eau résiduelle dans la cellulose.

Afin d'illustrer la modification spectrale accompagnant la réaction de désencrage, une série représentative de spectres de la fibre de papier journal brut, désencré ainsi que celui de l'encre récupéré lors du procédé de désencrage sont illustrés sur la figure IV.1.3.

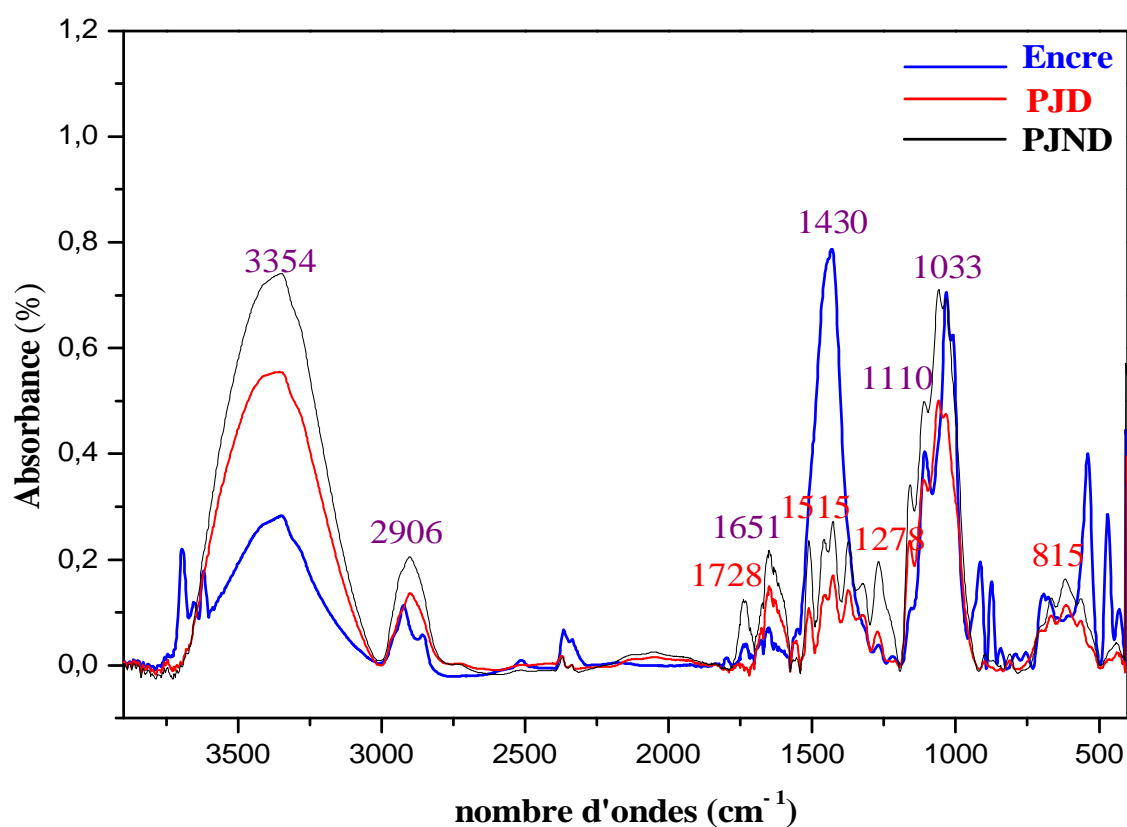


Figure IV.1.3. Spectres (IRTF) de la fibre de papier journal brut et désencré.

L'avancement de la réaction de désencrage se traduit sur les spectres par la modification de plusieurs bandes :

➤ Une diminution de la bande 3354 cm^{-1} caractéristique des fonctions hydroxyles. La diminution des groupements alcools se manifeste également dans la zone $1000\text{-}1500\text{ cm}^{-1}$. C'est le cas de la bande 1430 cm^{-1} caractéristique des déformations dans le plan des liaisons C-O-H, notamment des bandes 1110 , 1059 et 1033 cm^{-1} représentant respectivement les vibrations de la liaison C-O des alcools liés aux carbones 2,3 et 6.

Il est intéressant de noter que la baisse d'intensité des bandes citées peut être liée au fait qu'elles sont aussi caractéristiques de l'encre contenue dans le papier journal, ce qui permet d'émettre l'hypothèse que le procédé de désencrage utilisé est efficace et a permis d'éliminer une certaine quantité d'encre. **Senvaitiene et al. (2004)** ont travaillé sur la caractérisation de l'encre noire par spectroscopie infrarouge, ils ont remarqué :

➤ la présence d'un large pic entre $3000\text{-}3700\text{ cm}^{-1}$ et $1670\text{-}1620\text{ cm}^{-1}$ qu'ils expliquent par la tendance qu'ont les molécules de l'encre à absorber de l'eau ;

➤ une bande entre $2965\text{-}2880$ attribuée à la présence de groupements CH_3 et CH_2 ;

➤ $1415\text{-}1380$: pic intense des groupements CH_2OH .

Quant à **Ferrer et al. (2006)** ils ont procédé à une étude de l'encre contenue dans un timbre imprimé entre 1841 et 1880, ils ont constaté la présence d'un pic intense aux environs de 3346 cm^{-1} qu'ils estiment appartenir aux fibres cellulosiques issues du procédé de désencrage.

Cependant, d'après **Meireles et al. (2010)** le traitement alcalin engendre la diminution de la quantité de lignine contenue dans le papier journal, en effet d'après les résultats obtenus le papier journal contient 25,5% de lignine qui est réduite après traitement à 15,5%.

Ces auteurs estiment que l'avancement de la réaction se traduit par la diminution des bandes d'absorption suivantes caractéristiques de la structure de la lignine :

- 1728 cm^{-1} : attribuée à la liaison non conjuguée C=O dans le groupement aromatique ;
- 1515 cm^{-1} : attribuée aux liaisons conjuguées C-C dans le groupement aromatique ;
- 1278 et 810 cm^{-1} : caractéristique de la liaison C-O des fonctions guaiacyle de la lignine.

IV.1.2. Microscopie électronique à balayage

La figure IV.1.4 illustre les photos MEB des fibres de papier journal brut et désencré avec un grossissement de 200×, il peut être remarqué une orientation aléatoire des fibres ainsi qu'une longueur qui est assez importante, cela peut conférer au matériau composite une bonne rigidité et résistance. On peut observer que les fibres de papier journal brutes ont tendance à s'agglomérer tandis que les fibres de papier journal désencrées sont bien dispersées.

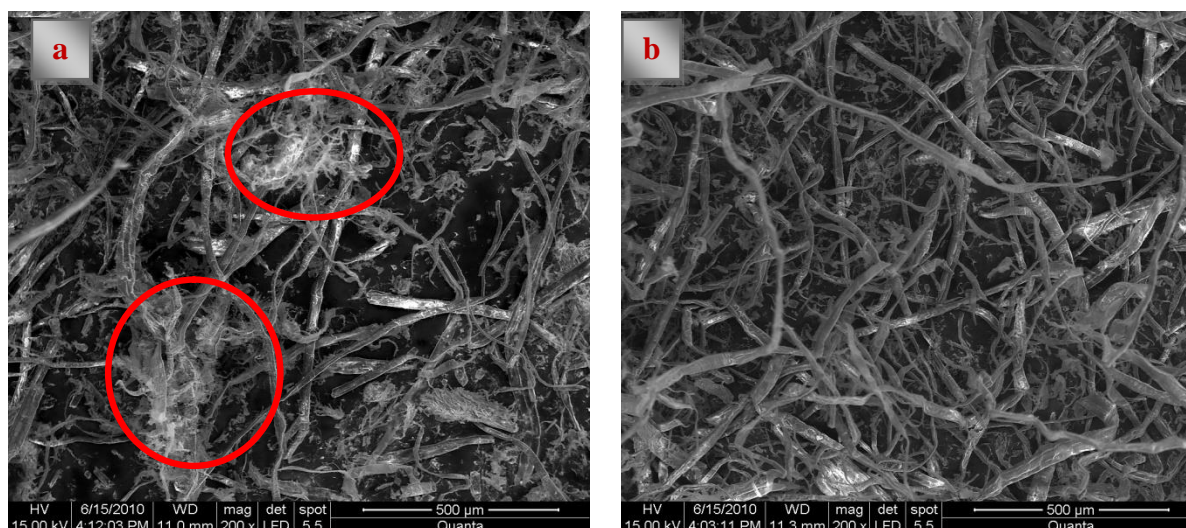


Figure IV.1.4. Microscopie en MEB des fibres de papier journal a) brut, b) désencré.

Les résultats trouvés sont en accord avec le travail de recherche de **Huda *et al.* (2005)** qui se sont intéressés à la caractérisation morphologique de la fibre de papier journal recyclée, ils ont montré que la longueur des fibres était de 850µm et la largeur d'environ 20µm. Par ailleurs, **Ashori *et al.* (2009)** ont caractérisé la fibre de papier journal et ont trouvé que la longueur des fibres était de 0,92 mm et leur largeur d'environ 26,9µm.

IV.1.3. Caractérisation thermique d PJB et PJD

IV.1.3.1. Analyse thermogravimétrique ATG

La figure IV.1.5 représente les thermogrammes d'analyses thermogravimétriques (TG) des échantillons de papier journal. Elles montrent l'évolution de la perte de masse en pourcentage des échantillons de la fibre avec ou sans désencrage respectivement et ce en fonction de l'évolution de la température. Ces thermogrammes présentent tous les deux les mêmes tendances de perte de masse en fonction de l'augmentation de la température. En effet, les courbes de l'ATG des échantillons montrent trois phases principales dans l'évolution de la pyrolyse. Chaque phase est caractérisée par une vitesse de perte de masse spécifique.

La première phase, se situe dans la plage de températures allant de 40 à 200 °C correspond à une perte de masse d'environ 1% attribuée essentiellement à la déshydratation des échantillons **Bledzki et al. (2010)**.

La deuxième phase, plus marquée que la première, se situe dans la gamme de température allant de 200 °C à 350 °C. Les courbes sont caractérisées par des pentes très fortes correspondant à des pertes de masse plus importantes. Cette deuxième phase, correspond à la décomposition et à l'oxydation pyrolytiques du matériel végétal sec (cellulose). La masse de l'échantillon chute de 90% à 30%. Selon **Yang et al. (2005)**, les fibres lignocellulosiques se décomposent dans un intervalle de température de 150 à 500°C. La température de destruction de la cellulose se situe entre 275 et 350°C, celle de l'hémicellulose se situe entre 150 et 350°C et celle de la destruction de la lignine se situe entre 250 et 500 °C. La troisième phase au-delà de 500°C, correspond à la destruction pyrolytique du reste de la matière organique transformée pour la plupart en produits carbonisés au cours de la deuxième phase. Cette phase se caractérise par une diminution de la vitesse de perte de masse.

La température de début de décomposition pour la fibre de papier journal brut, est enregistrée à environ 230,8°C, cependant pour la fibre de papier journal désencré elle est de 206,1°C, cette différence peut être attribuée à la lignine, en effet d'après **Filho et al. (2008)** la lignine présente une grande quantité de groupes hydroxyles phénoliques dans sa structure, ces groupements aide la fibre à se comporter comme une macromolécule rigide donc la stabilité thermique doit être plus élevée dans l'échantillon contenant une grande quantité de lignine comme dans le cas du PJB, car le désencrage de la fibre de papier journal par une solution à pH élevée a provoqué la diminution de la lignine comme il a été constaté par l'analyse infrarouge.

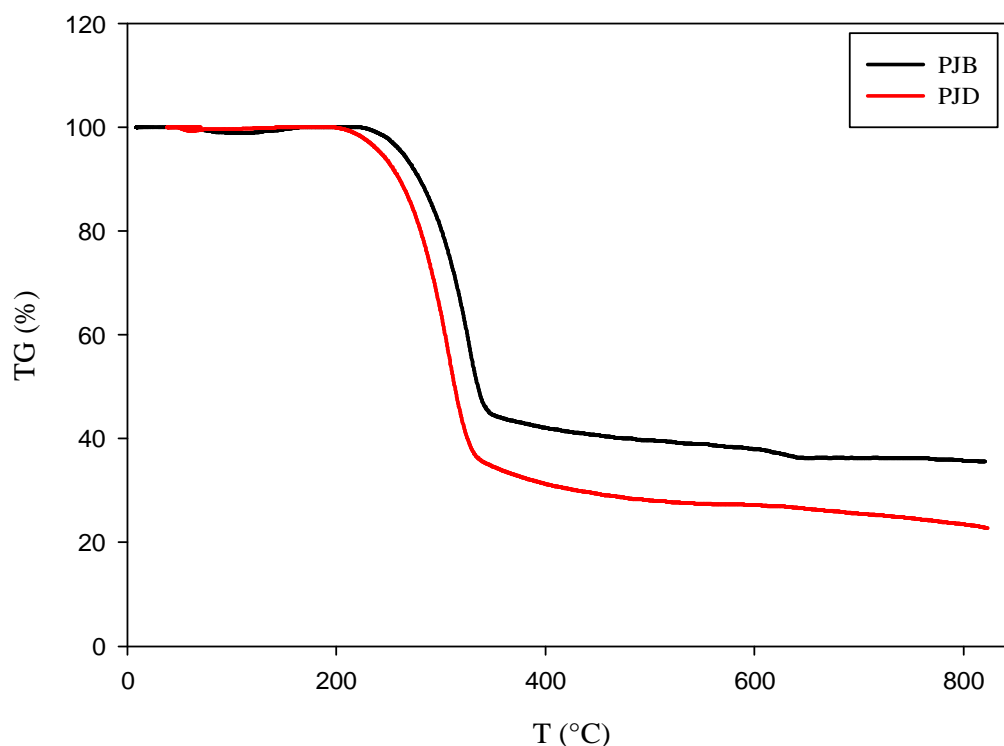


Figure IV.1.5. Thermogramme TG de la fibre de papier journal brut et désencré

IV.1.3.2. Thermogrammes DTG

Les thermogrammes DTG des fibres de papier journal brut et désencré enregistrés sont représentés sur la figure IV.1.6. Les résultats montrent la présence de deux pics endothermique le premier est localisé aux environs de 100°C il est attribué à l'évaporation de l'eau. Il peut être remarqué que ce pic est plus intense dans le cas de la fibre de papier journal brut. Un deuxième pic apparaît aux alentours de 322,8 °C avec une vitesse maximale de décomposition de 9,5281 %/min pour la fibre de papier journal brute et à 307,2 °C avec une vitesse de décomposition de 10,2895 %/min pour la fibre de papier journal désencré. Cette dégradation peut être attribuée à la décomposition des liaisons glycédiqes de la cellulose.

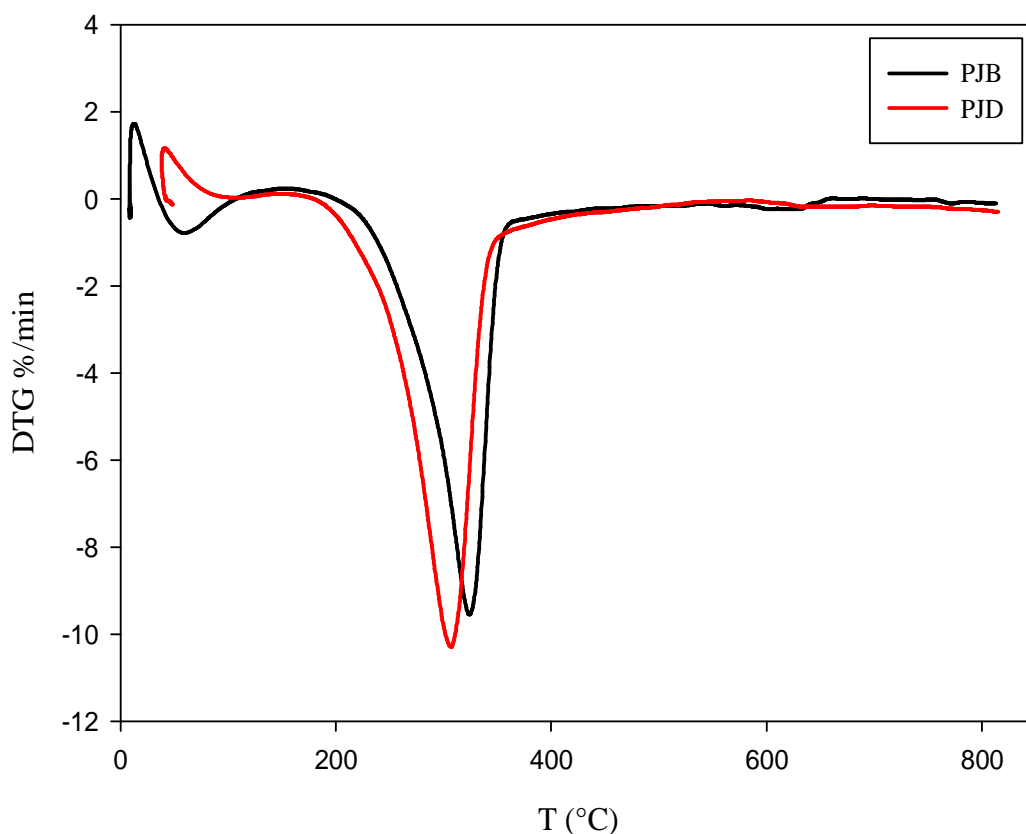


Figure IV.1.6. Thermogramme DTG de la fibre de papier journal brut et désancré

IV.1.4. Diffraction de rayons X

Des clichés de diffraction des rayons X ont été réalisés sur les fibres de papier journal brut et désancré. L'examen des diffractogrammes présentés sur la figure IV.1.7 indique que la structure cristalline du papier journal est identique à celle de la cellulose microcristalline. La cellulose existe sous plusieurs états polymorphiques, le plus connu étant la cellulose I encore appelée cellulose native, constituant la partie cristalline de la cellulose **Van de Weyenberg et al. (2006)**. Les différents diffractogrammes des fibres de papier journal brut et désancré présentent tous un pic cristallin majeur pour un angle 2θ compris entre 22° et 23° , qui correspond au plan cristallographique (002) de la cellulose I. Les deux autres pics présents à $2\theta = 14,7^\circ$ et $2\theta = 16,4^\circ$ correspondent respectivement aux plans cristallographiques (110 $\bar{1}$) et (110). Pour un pourcentage élevé en cellulose I (forte cristallinité), ces deux pics sont assez marqués et distincts l'un de l'autre. A l'inverse, lorsque les fibres contiennent un pourcentage élevé de matériaux amorphes (lignines, pectines, hémicelluloses et cellulose amorphe), ils ne forment plus qu'un seul **Zafeiropoulos et al. (2005)** ; **Stark et al. (2004)** ainsi que **Panayiotou et al. (2005)** ont rapporté dans leurs études que les diffractogrammes de la

plupart des fibres celluloses montrent des pics de forte intensité localisés aux alentours de 14° , 16° , 22° et $34,4^\circ$ correspondant aux plans cristallographiques 110^- , 110 , 002 et 004 respectivement.

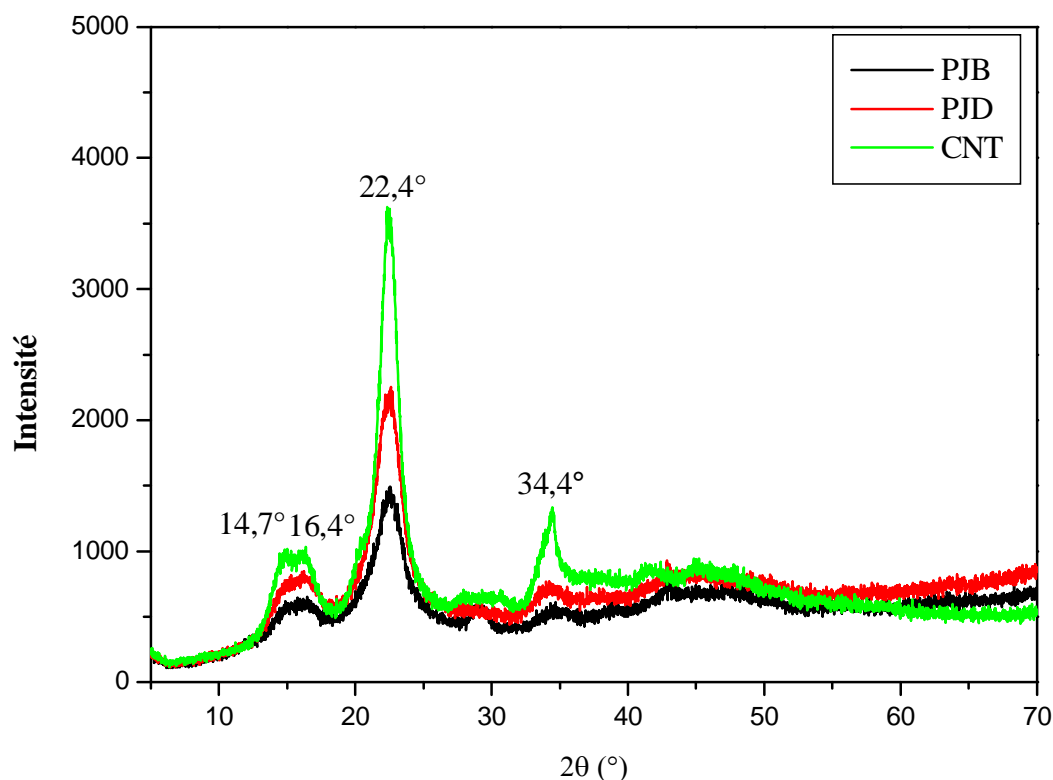
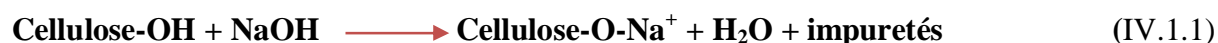


Figure IV.1.7. Spectre DRX de la fibre de papier journal brut et désencré.

La réaction entre la cellulose et la soude est décrite par la réaction IV.1.1 **Mwaikambo et al. (1999)** :



Selon **Van de Weyenberg et al. (2006)**, les ions sodium Na^+ se placent dans l'unité cellulaire de la cellulose, ce qui pourrait augmenter ainsi les paramètres de maille. Le désencrage par la soude, par son pH élevé, va permettre de réduire la quantité de matériaux amorphes présent dans les fibres, ce qui va également augmenter le taux de cristallinité qui passe de 65% à 73% pour les fibres de papier journal brutes et désencrées respectivement calculés en utilisant la méthode de Segal. D'après la littérature, de plus fortes concentrations

en soude induisent une transformation de cellulose I en cellulose II amorphe, et réduisent ainsi la cristallinité des fibres **Oujai et al. (2005)**.

Plusieurs hypothèses permettent d'expliquer l'effet de la soude **Govin et al. (2006)** :

- Le traitement alcalin hydrolyse les parties amorphes de la cellulose présentes dans les fibres, et augmente ainsi la quantité de cellulose cristalline.
- Le milieu alcalin dépolymérise la cellulose. La cellulose résiduelle est alors constituée de chaînes plus courtes. Ces dernières, plus mobiles, se réarrangent plus facilement.

IV.2. Caractérisation des composites

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

La figure IV.2.1 représente les spectres de la DRX des différents composites PVC/fibres de papier journal brutes.

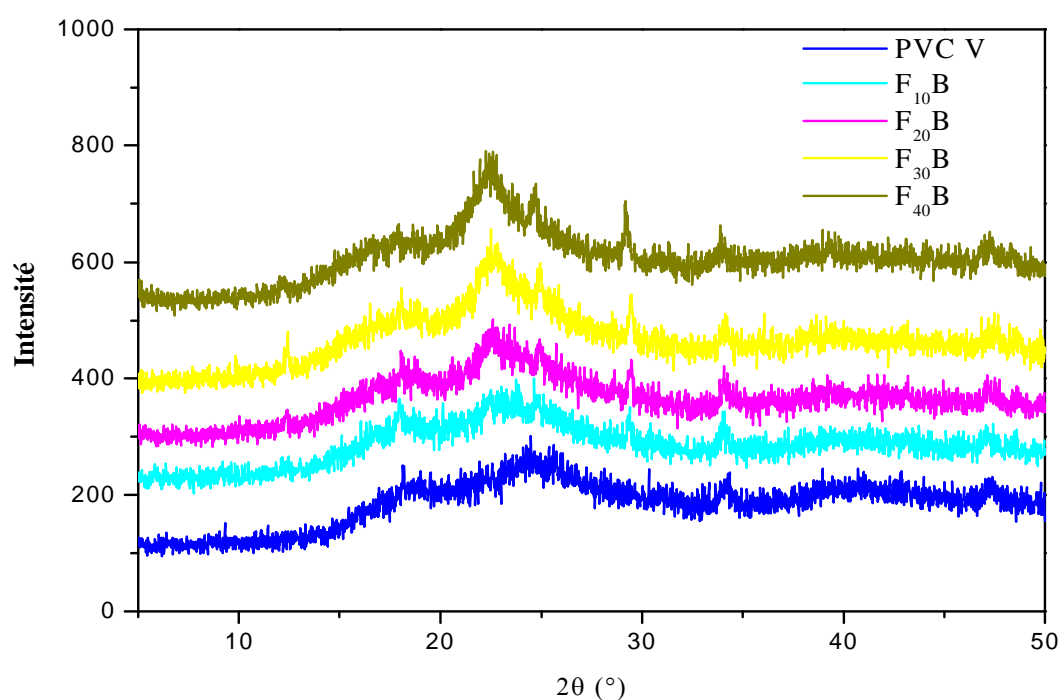


Figure IV.2.1. Spectre DRX du PVC vierge et des composites PVC/PJB à différents taux de charge de la fibre brute.

Les résultats montrent qu'à fur et à mesure que le taux de charge augmente l'intensité du pic attribuée à la cristallinité de la cellulose à $2\theta = 22,4^\circ$ augmente. En accord avec le travail de recherche de **Amash et al. (2000)** l'addition de la fibre améliorerait la cristallinité d'une matrice polymère. En effet **Ma et al. (2005)** ont remarqué l'augmentation de l'intensité du pic à $2\theta = 22,5^\circ$ avec l'augmentation du taux de charge pour les composites à matrice thermoplastique renforcés avec la fécule de maïs. Quant à **Suryanegara et al. (2009)** lors de leur étude sur quelques propriétés des composites PLA/microfibrilles de cellulose ont constaté que le PLA n'exhibait aucun pic caractéristique montrant une nature amorphe, cependant l'incorporation de 10 % de la fibre cellulosique, l'analyse par DRX a révélé la présence d'un pic entre 16 et 19° indiquant une structure cristalline provoquée par l'ajout de la fibre cellulosique.

Les figures IV.2.2, IV.2.3, IV.2.4 et IV.2.5 présentent les clichés de diffraction obtenus pour différents taux de charge des fibres de papier journal brut et désencré.

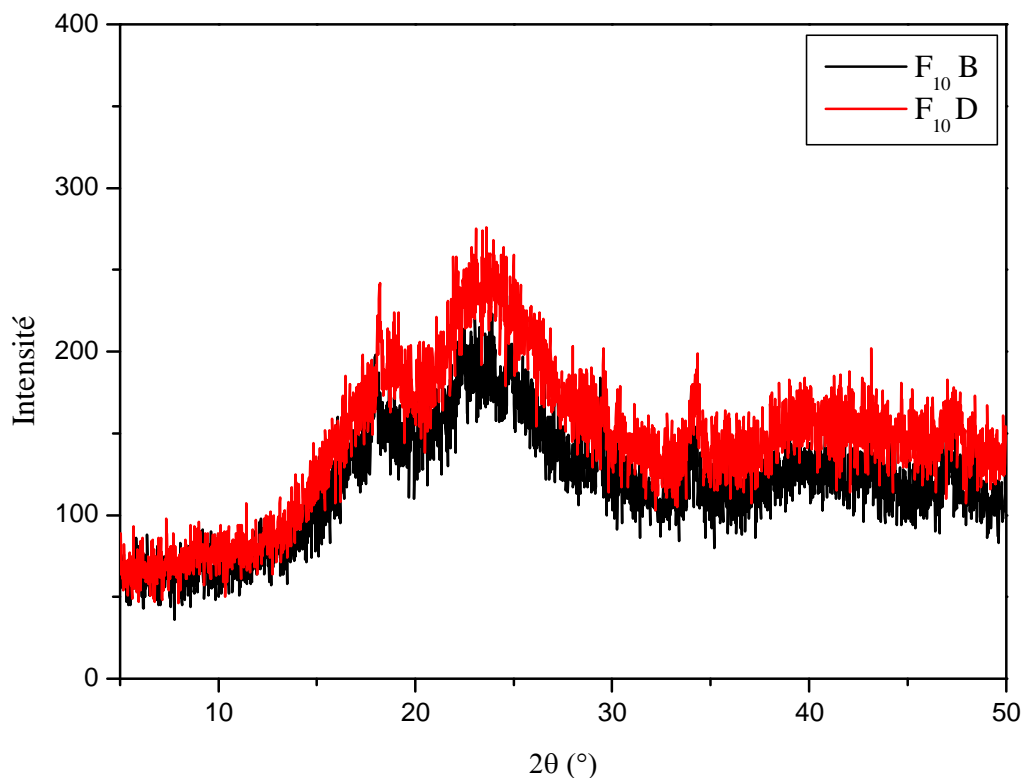


Figure IV.2.2. Spectre DRX des composites PVC/PJ brut et désencré avec 10% de charge.

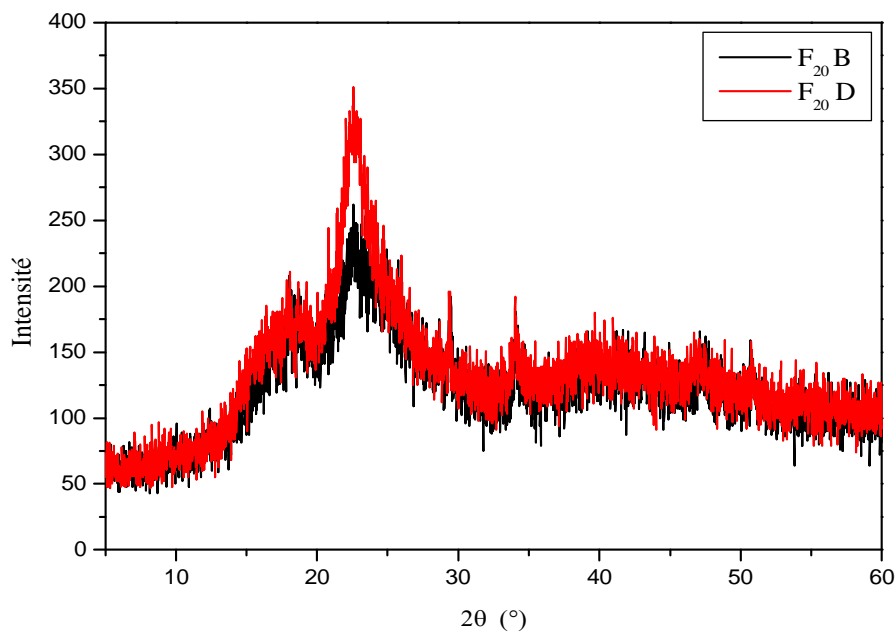


Figure IV.2.3. Spectre DRX des composites PVC/PJ brut et désencré avec 20% de charge.

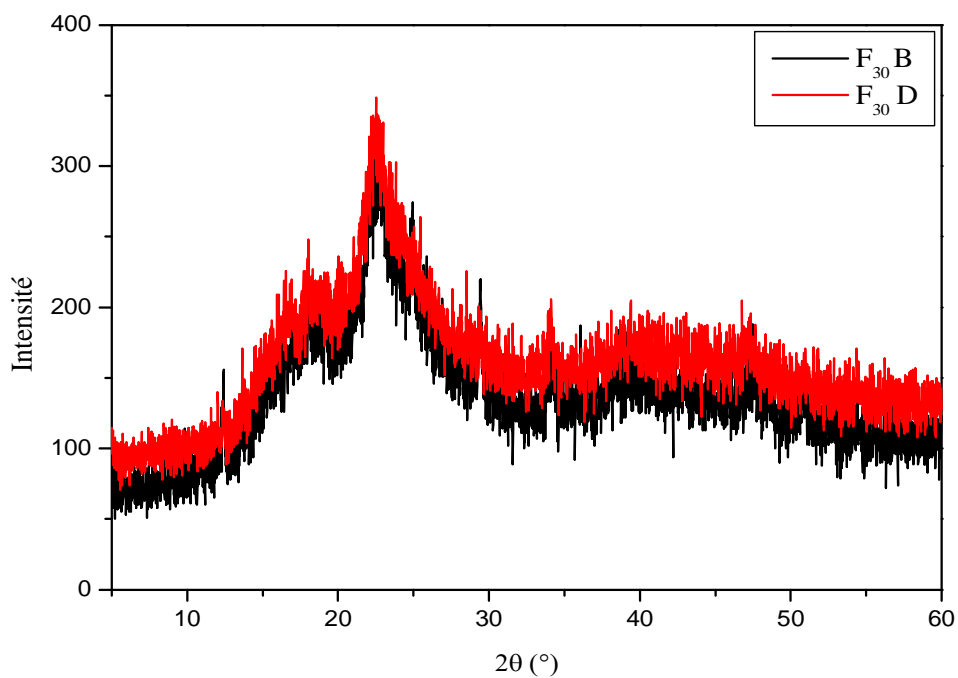


Figure IV.2.4. Spectre DRX des composites PVC/PJ brut et désencré avec 30% de charge.

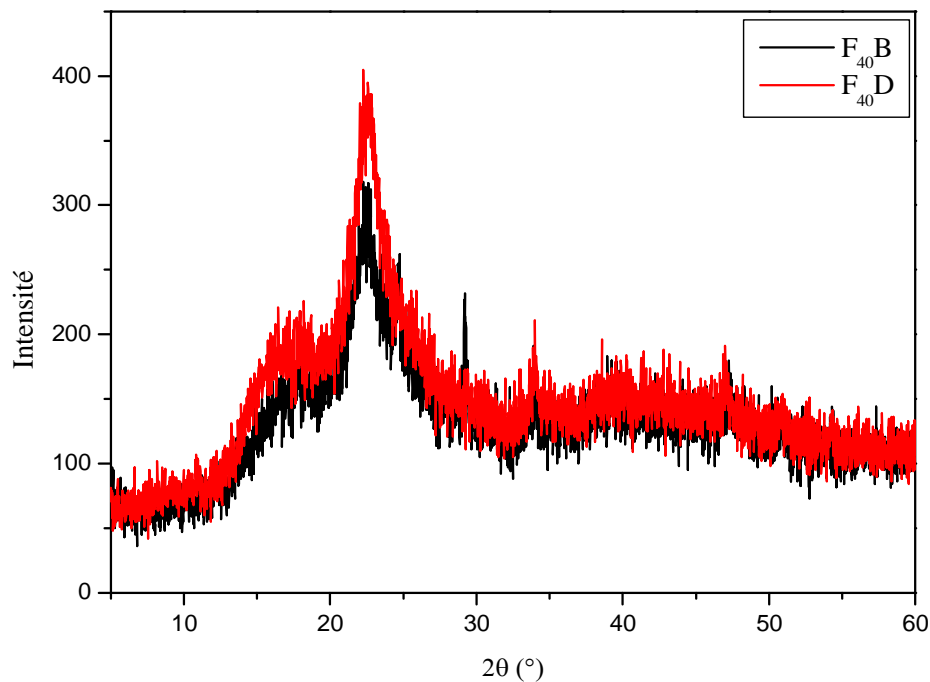


Figure IV.2.5. Spectre DRX des composites PVC/PJ brut et désencré avec 40% de charge.

Le traitement de ces spectres de diffraction des rayons X, nous a permis de déterminer le taux de cristallinité des différents composites élaborés par la méthode empirique de Segal. L'ensemble des résultats sont résumé dans le tableau IV.2.1.

Tableau IV.2.1. Valeurs du taux de cristallinité des différentes formulations

Formulations	F ₀	F ₁₀ B	F ₂₀ B	F ₃₀ B	F ₄₀ B	F ₁₀ D	F ₂₀ D	F ₃₀ D	F ₄₀ D
Taux de cristallinité (%)	3,9	9,9	20,8	30,6	44,5	22,7	36,5	41,7	48,3

La figure IV.2.6 représente les histogrammes du taux de cristallinité des différents composites en fonction du taux des fibres de papier journal brut et désencré. D'après cette figure, nous remarquerons que le taux de cristallinité augmente au fur et à mesure que l'on augmente le taux de la fibre de papier journal brut. Cependant l'introduction de la fibre de papier journal désencré semble favoriser la cristallisation, elles peuvent générer au niveau de l'interface des sites sur lesquels vont pouvoir soutenir la cristallisation : ce phénomène de

nucléation hétérogène permet d'avoir une meilleure organisation des fibres dans la matrice polymère qui se traduit par un meilleur taux de cristallinité.

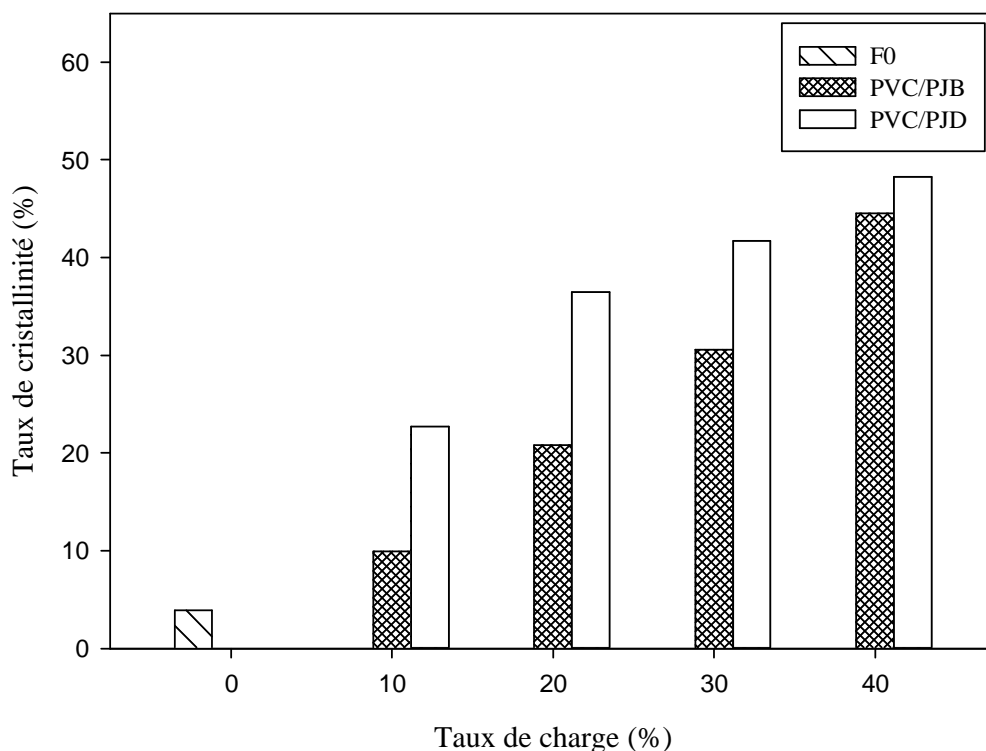


Figure IV.2.6. Evolution du taux de cristallinité des composites PVC/PJ brut et désencré en fonction du taux de la fibre de papier journal

IV.2.2. Caractérisation physique

IV.2.2.1. Test de densité

L'évolution de la densité en fonction du taux de charge en fibres de papier journal brut et désencré pour les différents composites est illustrée en figure IV.2.7. On constate une légère augmentation de la densité des composites PVC /PJB comparée à celle du PVC vierge. Cependant le désencrage a permis de réduire la densité du matériau, **Bledzki et al. (2007)** attribue cette diminution à une amélioration de l'adhésion interfaciale entre la matrice PVC et la fibre cellulosique, ce qui engendre la diminution des microvides, cependant la densité demeure constante pour les différents taux de charge. **Baroulaki et al. (2006)** ont étudié la densité des composites PEHD, PEBD, PP/fibre de papier journal, ils ont remarqué une augmentation de la densité avec l'augmentation du taux de charge. A titre d'exemple la

densité passe de 0,9593, 0,9289 et 0,9122 pour les matrices PEHD, PEBD, PP à 1,0953, 1,0816 et 1,0953 respectivement pour un taux de charge de 40% en fibre de papier journal.

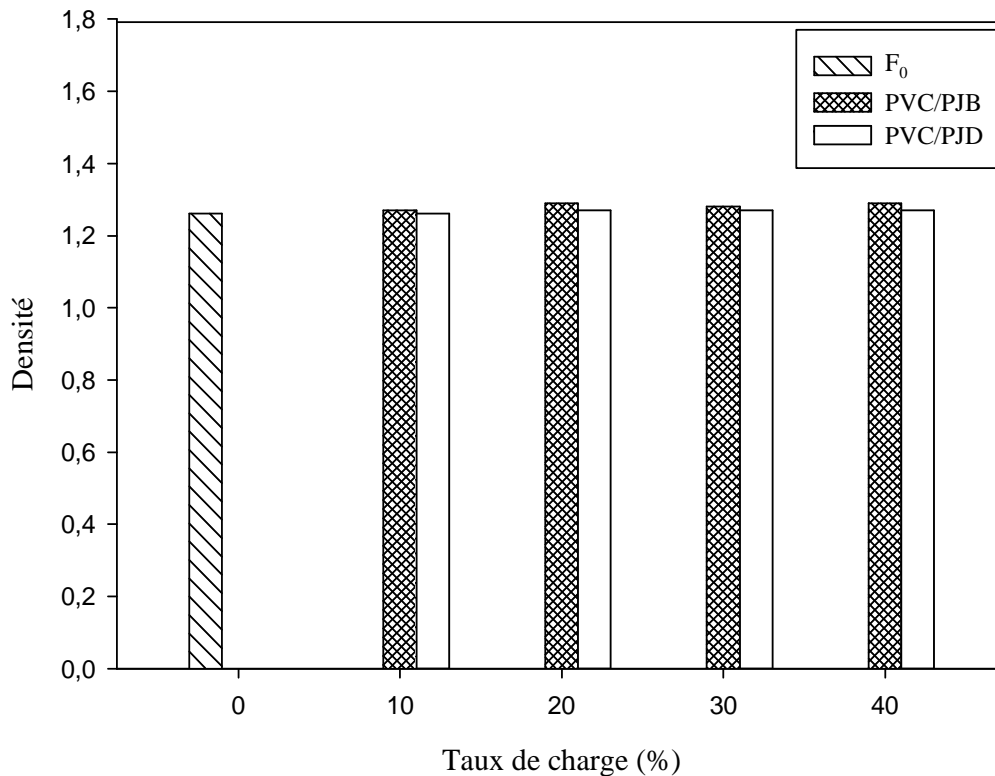


Figure IV.2.7. Evolution de la densité PVC/papier journal en fonction du taux de la fibre de papier journal brut et désencré.

IV.2.2.2. Absorption d'eau

Les fibres lignocellulosiques présentent une affinité pour l'eau. De nombreux sites hydroxyle permettent aux molécules d'eau de venir se fixer à leur structure. Lorsque la quantité d'eau fixée s'accroît, le volume de la paroi cellulaire augmente. Il est généralement admis que l'eau ne pénètre pas dans les fractions cristallines de la cellulose et que les lignines sont susceptibles de fixer une quantité d'eau moins importante que la cellulose amorphe.

a) Effet du taux de la fibre PJB

L'évolution de l'absorption de l'eau des composites PVC/PJB en fonction du temps est illustrée en figure IV.2.8. Nous pouvons constater que l'augmentation du taux de la fibre PJB engendre un accroissement du taux d'absorption d'eau, nous avons enregistré un taux

l'absorption de 4, 7, 16 et 19% pour les formulations F₁₀, F₂₀, F₃₀ et F₄₀ respectivement au bout de 56 jours (1400 h) d'immersion. Ce résultat est lié d'une part au caractère hydrophile de la fibre de papier journal. En effet quand le taux de charge augmente dans les composites le nombre de OH libres augmentent et par conséquent le taux d'absorption devient plus important. D'une autre part, une augmentation du degré de cristallinité de la fibre de papier journal au cours du procédé de désencrage réduirait les zones amorphes servant d'espace à l'infiltration d'eau. Pour le PVC vierge, on enregistre une très faible absorption d'eau ne dépassant pas 0,0985% en 15 jours d'immersion due à la nature apolaire de ce polymère qui lui confère le caractère hydrophobe. Nos résultats sont en accord avec beaucoup d'auteurs, **Shakeri et al. (2009)** pour les composites PP/fibre de papier journal recyclée ont remarqué que le taux d'absorption d'eau avait atteint 15,92 et 10,37% pour un taux de charge de 50 et 40% respectivement au bout de 1800 h d'immersion; quant à **Bledzki et al. (2010)**, ils ont constaté que pour un taux de charge de 40% en fibres de bois, cosse de blé et cosse de seigle, le taux d'absorption d'eau avait atteint 18, 20 et 23% respectivement au bout de 55 jours d'immersion.

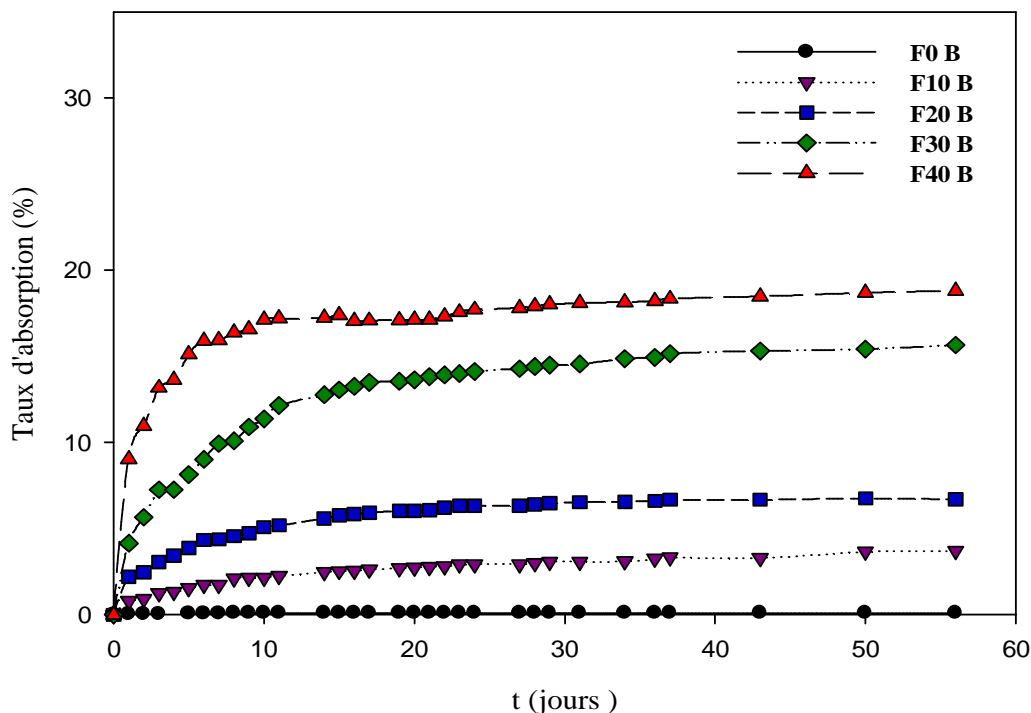


Figure IV.2.8. Evolution du taux d'absorption d'eau du composite PVC/PJB en fonction du temps d'immersion.

b) Effet du désencrage sur le taux d'absorption d'eau

Les figures IV.2.9, IV.2.10, IV.2.11 et IV.2.12 montrent l'effet du désencrage sur le taux d'absorption d'eau pour les formulations F₁₀, F₂₀, F₃₀ et F₄₀ respectivement. Les composites à fibres de papier journal désencré montrent un taux d'absorption faible comparé avec ceux à fibres brutes. Ce résultat est dû à la diminution des groupements hydroxyles comme il a été constaté par l'analyse infrarouge.

Le désencrage 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 interfaciaux, et par voie de conséquence une diminution du taux d'absorption d'eau.

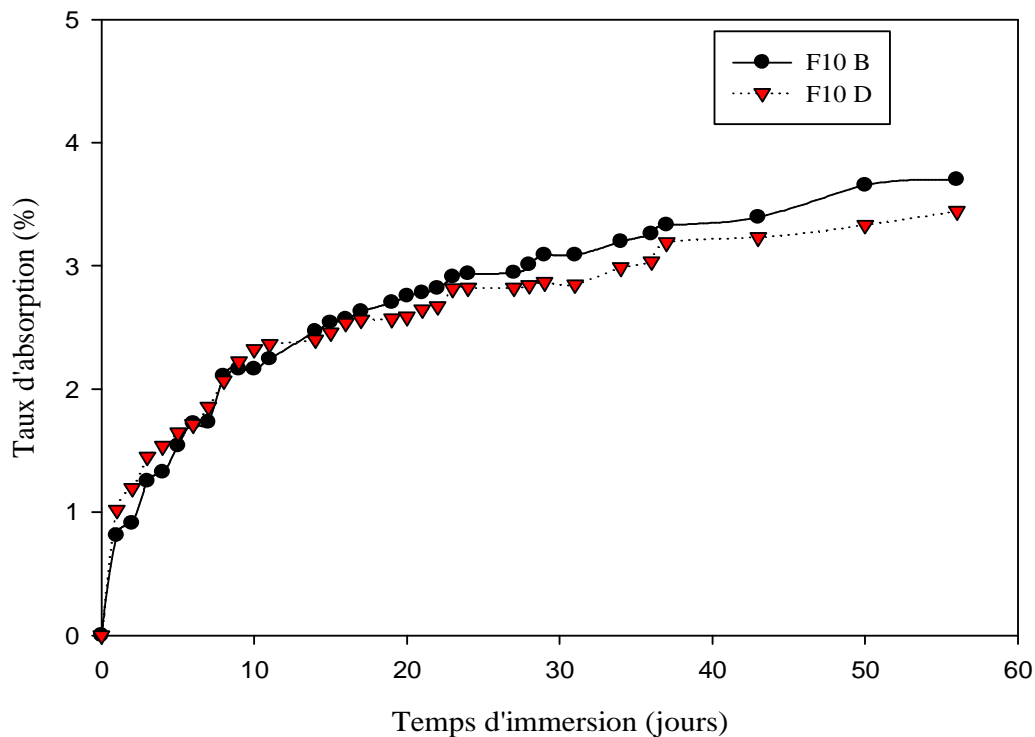


Figure IV.2.9. Evolution du taux d'absorption d'eau pour un taux de charge de 10% en fibres de papier journal brut et désencré

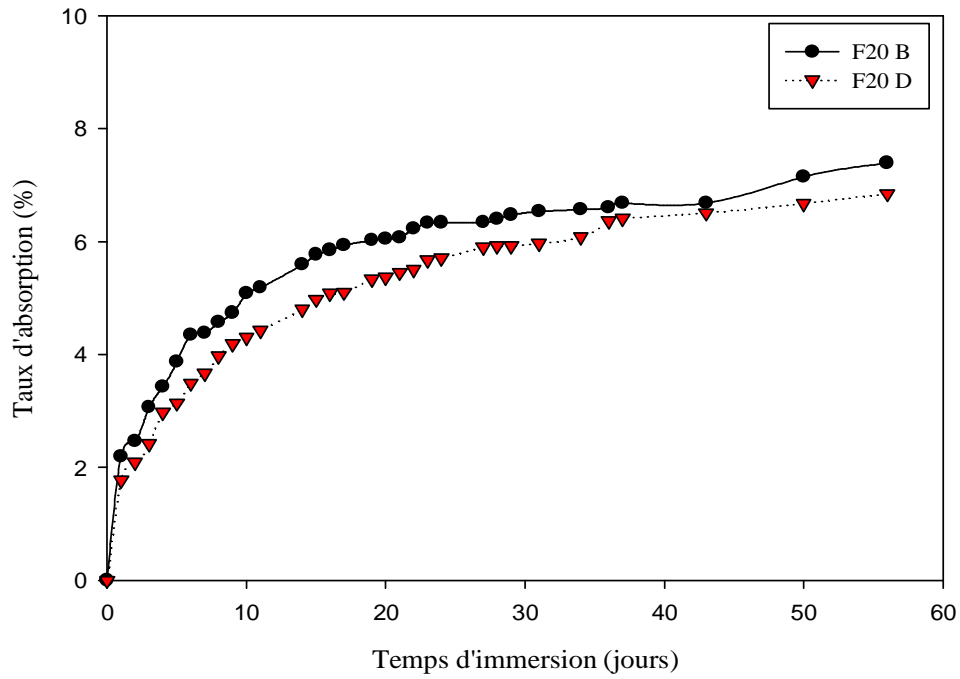


Figure IV.2.10. Evolution du taux d'absorption d'eau pour un taux de charge de 20% en fibres de papier journal brut et désencré

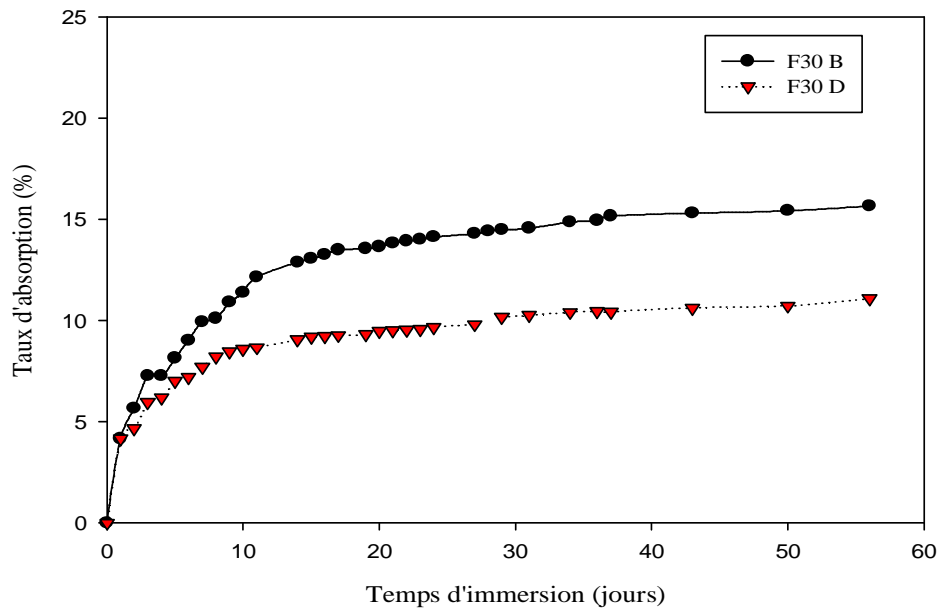


Figure IV.2.11. Evolution du taux d'absorption pour un taux de charge de 30% en fibres de papier journal brut et désencré

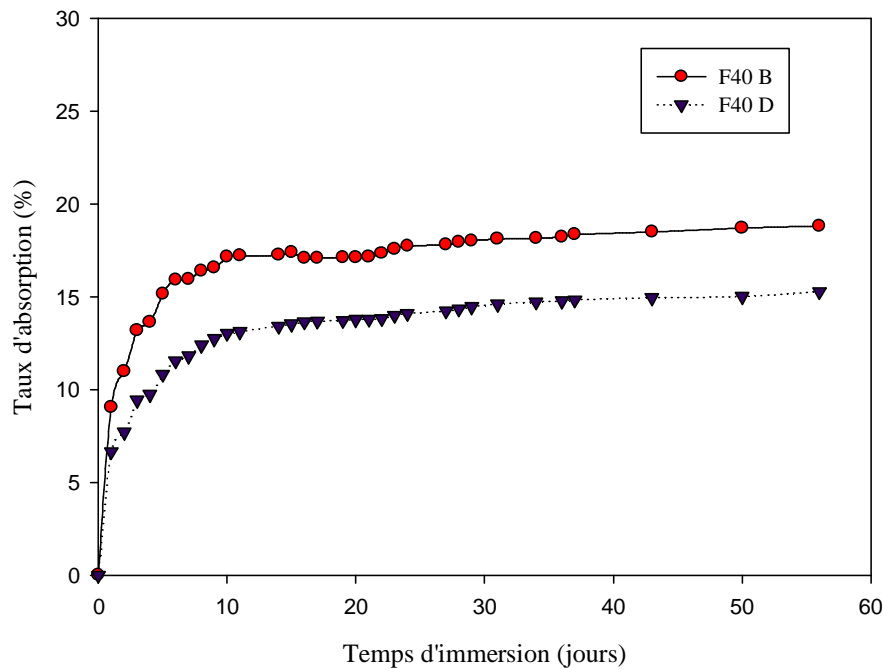


Figure IV.2.12. Evolution du temps d'absorption d'eau des composites à fibre de papier journal brut désencré à 40% de taux de charge

IV.2.3. Caractérisation morphologique

Afin d'évaluer la dispersion des fibres et leur alignement, nous avons analysé la structure des composites PVC/PJ à l'aide de la microscopie électronique.

Les figures IV.2.13 (a, b, c, d) présentent les micrographies MEB réalisées sur les faciès de rupture des matériaux composites à base de PVC. Les matériaux renforcés par des fibres de papier journal brut ou désencré ont été étudiés. Les micrographies MEB pour les composites à base de fibres brutes, présentées sur les figures IV.16 (a, b, c, d), indiquent clairement que l'adhésion entre les fibres lignocellulosiques et la matrice polymère est faible. Ceci est clairement mis en évidence par l'absence de tout contact physique entre les deux composants **Bendahou et al. (2009)**. La rupture des échantillons n'a pas permis de casser les fibres papier journal. On observe aussi l'apparition de microvides dû au déchaussement des fibres de la matrice qui tendent à s'accroître au fur et à mesure que le taux de fibre augmente. La faible polarité des matrices thermoplastiques et l'énergie de surface élevée des fibres celluloses sont responsables du manque de compatibilité et du manque de contact entre la matrice et le renfort.

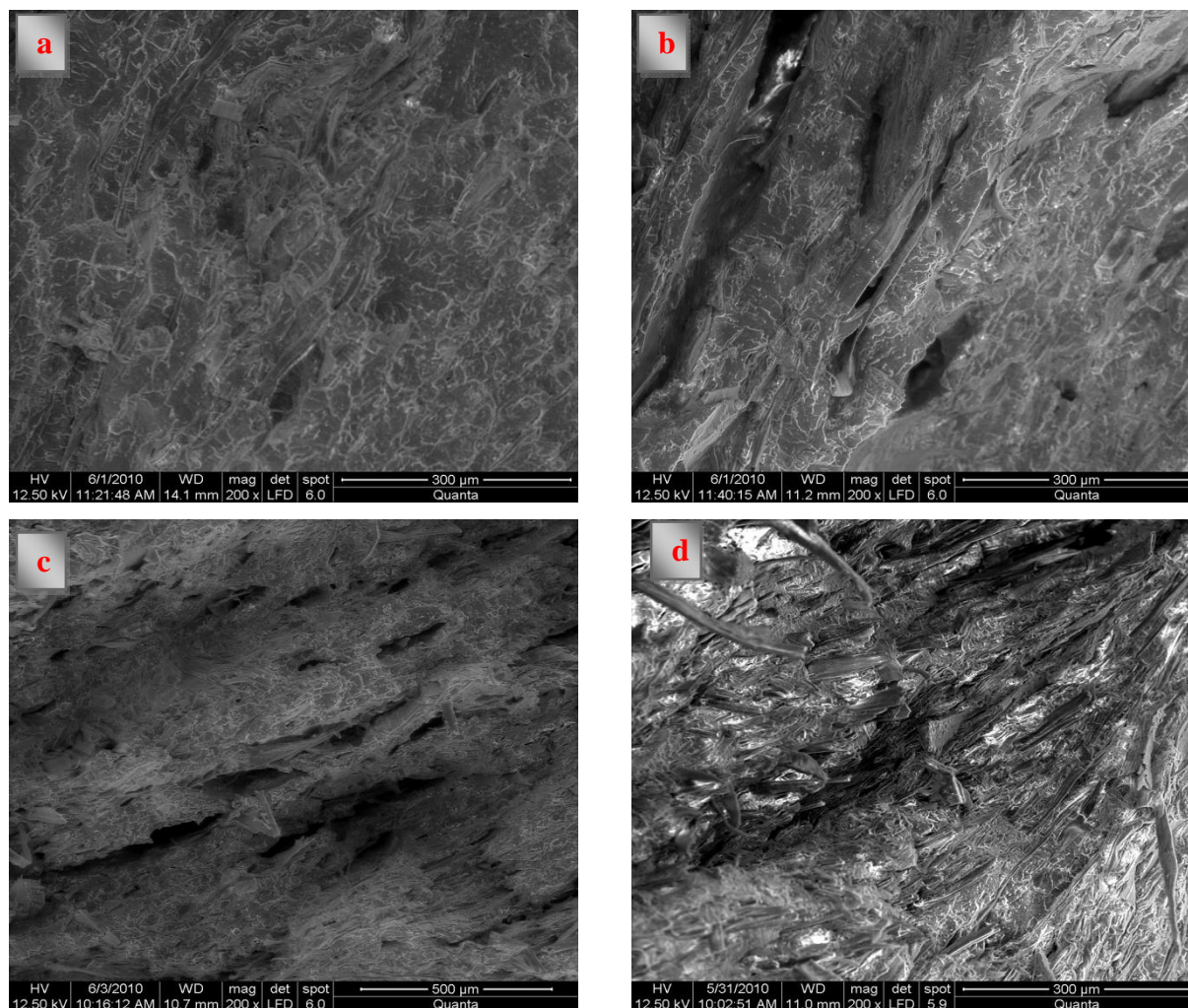


Figure IV.2.13. Images du microscope électronique à balayage des composites * 200.

a) 10% PJB b) 20% PJB, c) 30% PJB et d) 40% PJB.

Au contraire, pour les composite à fibres de papier journal désencré les analyses par MEB montrent que le désencrage améliore l'adhésion entre la matrice polymère et les fibres de papier journal figure IV.2.14 (a, b, c). Cependant pour un taux de charge de 40% on remarque la présence de microvides à la surface de rupture due à l'agglomération des fibres.

Ces observations visuelles peuvent aussi être faites à l'œil nu, car les composites avec une mauvaise dispersion des fibres ont de petites sphères blanchâtres de papier en surface.

D'après, ces observations par MEB, il est prévisible d'obtenir des meilleures propriétés mécaniques pour les composites à fibres de papier journal désencrées.

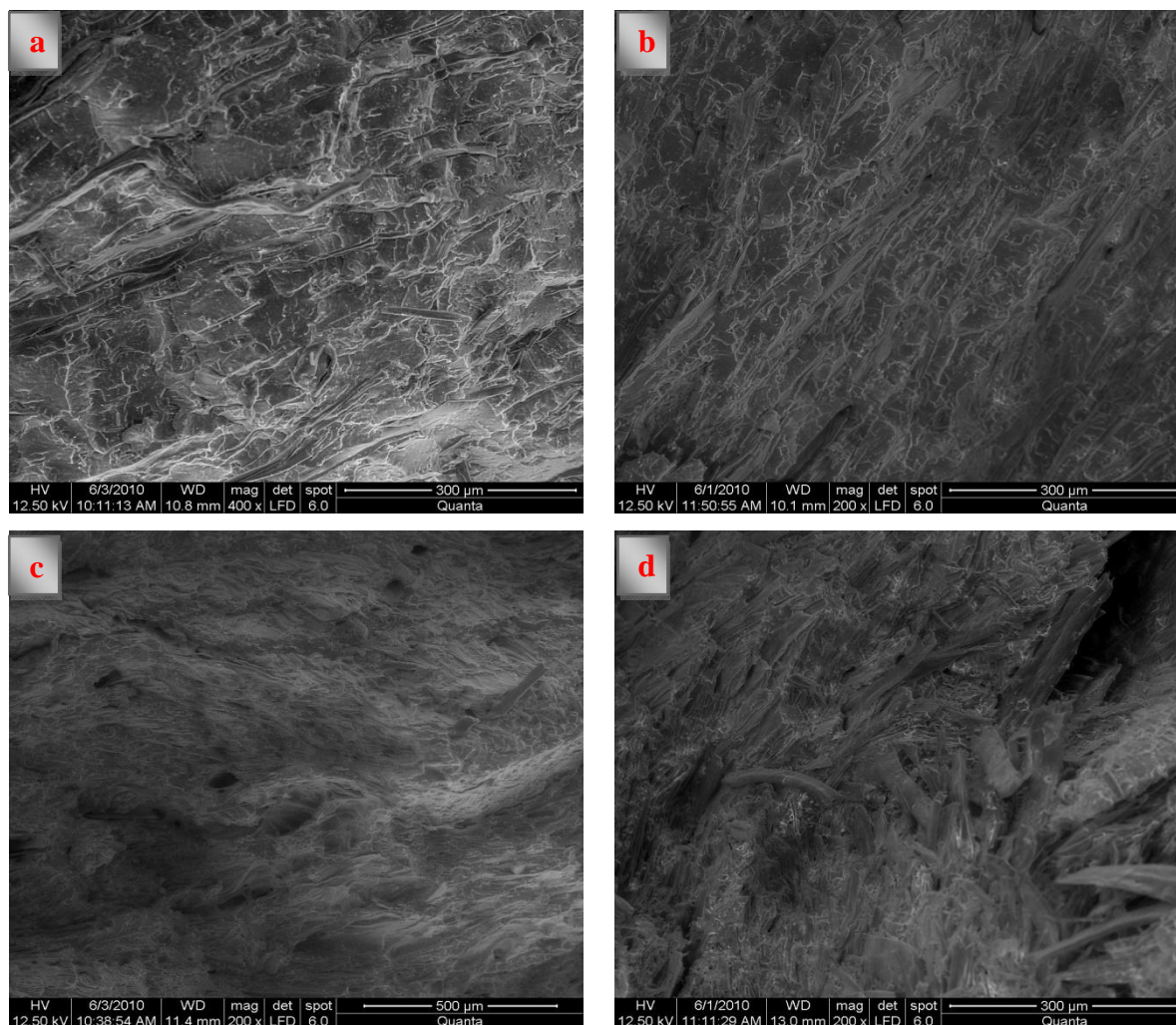


Figure IV.2.14. Images du microscope électronique à balayage des composites * 200.

a) 10% PJD b) 20% PJD, c) 30% PJD et d) 40% PJD.

IV.2.4. Caractérisation mécanique

Les propriétés mécaniques ont été étudiées moyennant des essais mécaniques en traction appliqués sur les composites en fonction du taux de fibres. Une simple observation visuelle des éprouvettes correspondant aux différents composites après traction permet d'estimer la fragilité du matériau. La figure IV.2.15 regroupe les photos d'éprouvettes après essais de traction pour les différents composites étudiés. Une différence fondamentale en termes de ténacité entre les différents composites est observée.

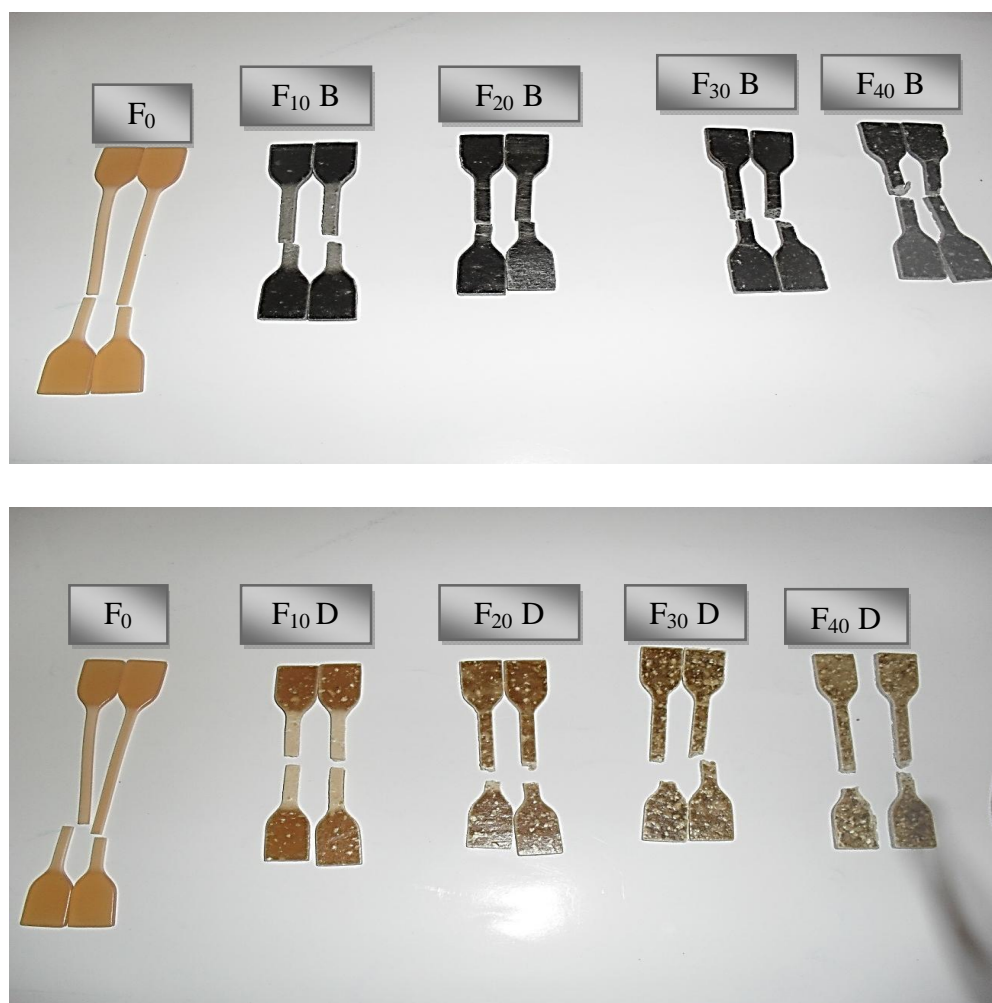


Figure VI.2.15. Photos des éprouvettes après traction pour des composites présentant différents taux de fibres de papier journal brut et désencré.

IV.2.4.1. Contrainte à la rupture

La figure IV.2.16 illustre l'évolution de la contrainte à la rupture des composites en fonction du taux de la fibre de papier journal brut et désencré. Pour les matériaux à base de PVC, ce paramètre tend à diminuer en ajoutant les fibres de papier journal brut et désencré. Cette baisse est évaluée dans le cas des composites à fibres brutes à 41, 42, 43 et 64% pour les formulations F₁₀, F₂₀, F₃₀ et F₄₀ respectivement. Cette perte de propriétés mécaniques est en bon accord avec l'analyse microscopique qui a montré un manque flagrant d'adhésion entre la matrice de PVC et les fibres de papier journal brut. En effet, de nombreux travaux de recherche ont confirmé ce résultat. **Crespo et al. (2007)** durant leur étude sur les propriétés mécaniques des composites PVC/cosses d'œuf ont montré une diminution de 55, 63, 71 et 79% de la contrainte à la rupture pour un taux de charge de 10, 20, 30, et 40% respectivement. Ces résultats sont très faibles comparés aux résultats obtenus avec le système PVC/fibre de

papier journal. Quant à **Baroulaki et al. (2006)**, ils ont remarqué une diminution de 26, 21, 48, et 31% toujours pour un taux de charge variant de 10 à 40% respectivement pour un système PEHD/fibre de papier journal. En effet la contrainte à la rupture est fortement liée à l'adhésion interfaciale développée entre la charge cellulosique et la matrice polymère. A de fortes concentrations une diminution des interactions entre la fibre et le polymère et une agglomération des fibres provoquent une diminution de cette propriété.

Comme prévu lors des observations par MEB, l'introduction de la fibre de papier journal désencré dans les différentes formulations entraîne une légère amélioration de la contrainte à la rupture. Cette amélioration est attribuée à la meilleure adhésion obtenue qui se traduit par un meilleur transfert de contrainte entre la matrice PVC et le renfort.

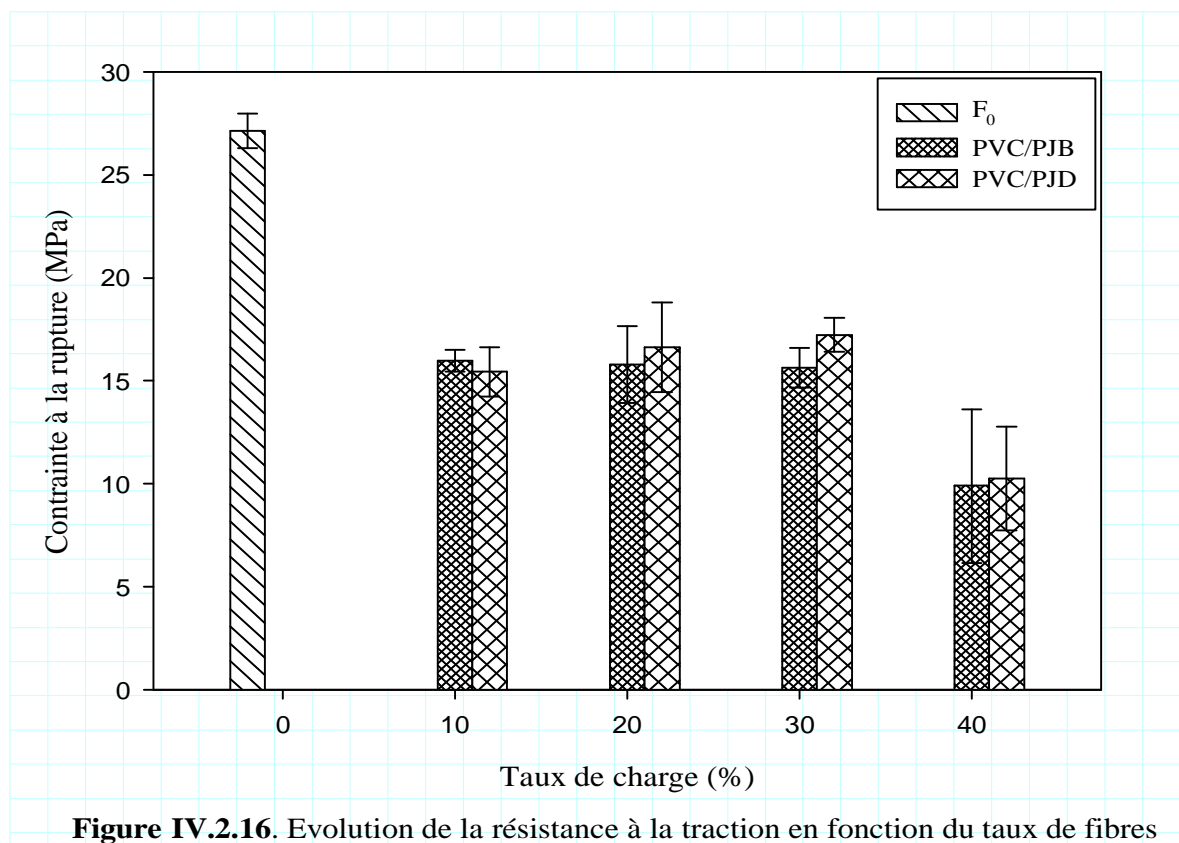


Figure IV.2.16. Evolution de la résistance à la traction en fonction du taux de fibres incorporées

IV.2.4.2. Allongement à la rupture

L'évolution de l'allongement à la rupture des composites en fonction du taux de la fibre de papier journal brut et désencré est illustrée sur la figure IV.2.17. L'ajout des fibres de papier journal brut ont tendance à diminuer l'allongement à la rupture des composites au fur et à mesure que le taux de charge augmente. Ces dernières observations sont en accord avec le manque d'adhésion entre la matrice et les renforts comme montré dans l'analyse du MEB. En

effet les fibres forment des agrégats rigides qui vont être le lieu de concentrations de contraintes et d'initiation de fissures qui vont provoquer la rupture prématurée du matériau. Beaucoup de chercheurs ont remarqué que les fibres cellulosiques provoquent une diminution de l'allongement à la rupture des composites. **Selke et al. (2004)** ont enregistré une forte diminution de cette propriété pour les composites PEHD/Fibre de bois au fur et à mesure que le taux de charge augmente qu'ils ont attribué à l'incompatibilité entre la matrice polymère et la fibre cellulose ; il a affirmé que le même résultat est obtenu dans le cas où le fibre de bois est remplacé par la fibre de papier journal recyclé. **Zheng et al. (2007)** ont remarqué que l'incorporation des fibres de bagasse dans une matrice PVC provoquait une détérioration de l'allongement à la rupture. D'après eux ce résultat est dû à une fragilisation du matériau causée par la présence des fibres cellulosiques.

La présence des fibres de papier journal désencré ont permis un léger gain pour les formulations à faible taux de charge par comparaison aux composites élaborés avec la fibre de papier journal brute mais qui reste toujours insuffisant comparée à la matrice PVC. Il peut être conclu que le désencrage n'a pas un grand effet sur l'allongement à la rupture des composites.

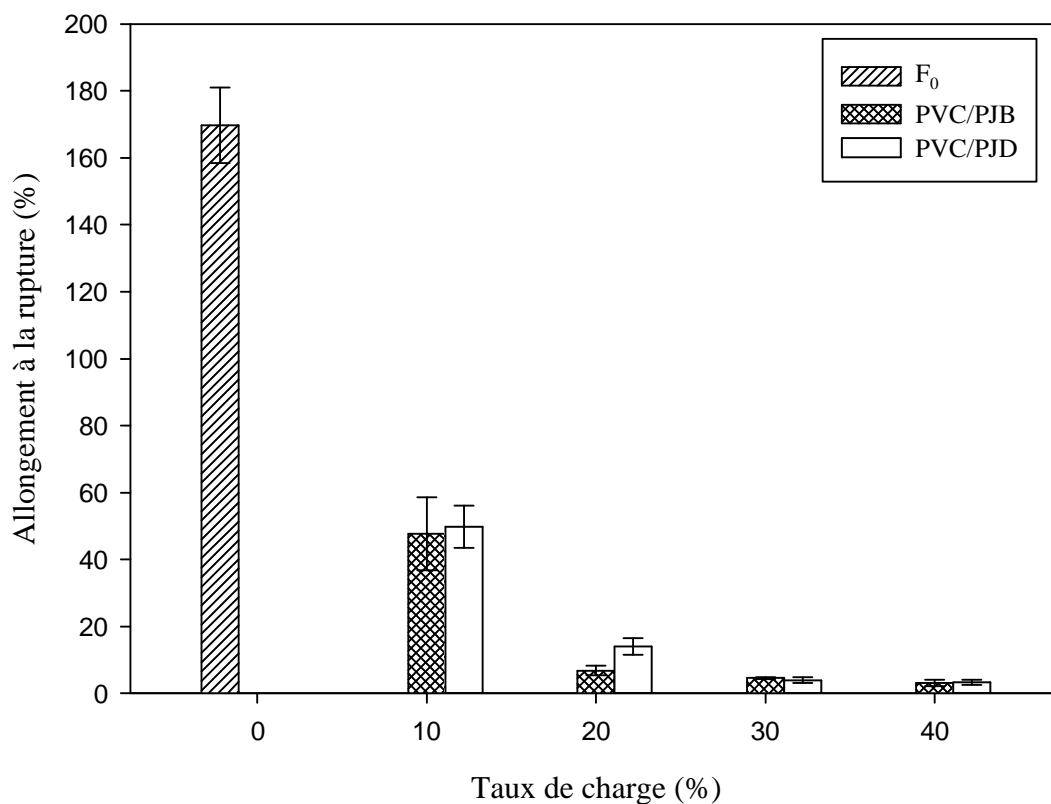


Figure IV.2.17. Evolution de l'allongement à la rupture en fonction du taux de charge

IV.2.4.3. Module de Young

L'étude du module élastique (module de Young) de la figure IV.2.18 met en évidence le comportement classique d'un polymère souple auquel des particules rigides sont incorporées. Cet effet est naturellement d'autant plus important que le taux de renfort dans l'échantillon soit élevé. Autrement dit l'introduction de la fibre de papier journal brut dans la matrice polychlorure de vinyle augmente la rigidité du matériau, et réduit leur élasticité. Ce qui est une situation tout à fait courante dans les matériaux basés sur les matrices de polymère chargées par des fibres cellulosiques. **Crespo et al. (2007)** ont montré que le module de Young des composites à matrice polychlorure de vinyle chargés avec les écosse d'amarante et de riz augmentait proportionnellement au taux de charge, sa valeur passe de 6,20 MPa pour le PVC non chargé à 24,1 et 26,7 MPa pour un taux de charge de 30% en écosse d'amarante et de riz respectivement. **Zheng et al. (2007)** quant à eux se sont intéressés à la caractérisation du module de Young des composites PVC/bagasse, ils ont constaté que le module de Young progressait avec le taux de fibre surtout pour un taux de 35% en fibre de bagasse où le module de Young a atteint une valeur de 771 MPa. Ces chercheurs pensent que ce résultat est attendu vu que les matériaux composites exigent un effort plus élevé pour atteindre une certaine déformation pendant que la fibre joue le rôle d'un renfort.

La présence de la fibre de papier journal désencré a permis une forte augmentation du module de Young des composites comparé aux composites chargés avec la fibre de papier journal brut. En effet pour un taux de fibre de 20% par exemple le module de Young des composites chargés avec des fibres de papier journal brut et désencré est de 503 et 776 MPa respectivement ce qui représente une amélioration de 35% environ. Ce résultat est en accord avec les résultats obtenus par microscopie électronique à balayage où une meilleure adhésion interfaciale est observée dans le cas des composites à fibre de papier désencrée.

Cependant il peut être remarqué que pour un taux de fibre de 40% le module de Young a tendance à diminuer ce qui résulte de la mauvaise dispersion de la fibre cellulosique qui a provoqué une fragilisation du matériau comme montré par analyse MEB.

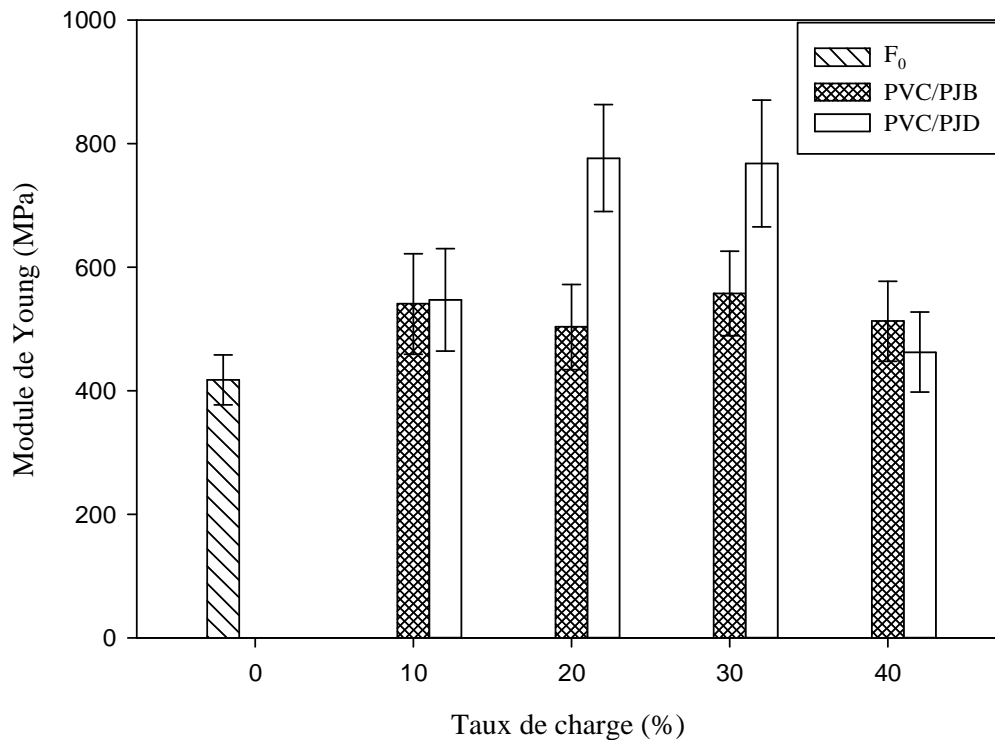


Figure IV.2.18. Evolution du module de Young en fonction du taux de charge de papier journal

IV.2.4.4. Dureté Shore D

La dureté d'un matériau se rapporte à sa rigidité ou sa résistance à la rupture pour changer sa forme de manière permanente quand la charge est appliquée. C'est une indication de la résistance du matériau à la propagation des fissures une fois soumis à un impact. Pour les matériaux composites, la dureté dépend de la distribution du renfort dans la matrice **Jamil et al. (2006)**.

D'après les histogrammes représentés sur la figure IV.2.19 il peut être remarqué que l'incorporation de la fibre de papier journal dans le polychlorure de vinyle est accompagnée d'une augmentation de la dureté des composites qui est de l'ordre de 7% pour les taux 10, 20 et 30% et de 14% pour 40% en fibre de papier journal brut et désencré. Ceci indique une diminution de la flexibilité et une augmentation de la rigidité des matériaux composites avec l'augmentation de la teneur en fibre de papier. La cellulose est classée parmi les fibres dures, en effet **Islam et al. (2010)** ont remarqué une augmentation de la dureté des composites PP/fibre de coco qui est évaluée à 60% pour un taux de charge de 10%. **Baroulaki et al.**

(2006) ont enregistré une augmentation de 27.6% à la concentration en fibre de 40% de la dureté des composites PEBD/papier journal.

Par ailleurs, les histogrammes montrent clairement que l'incorporation de la fibre de papier journal désencrée n'exerce aucun effet évident sur la dureté des matériaux composites.

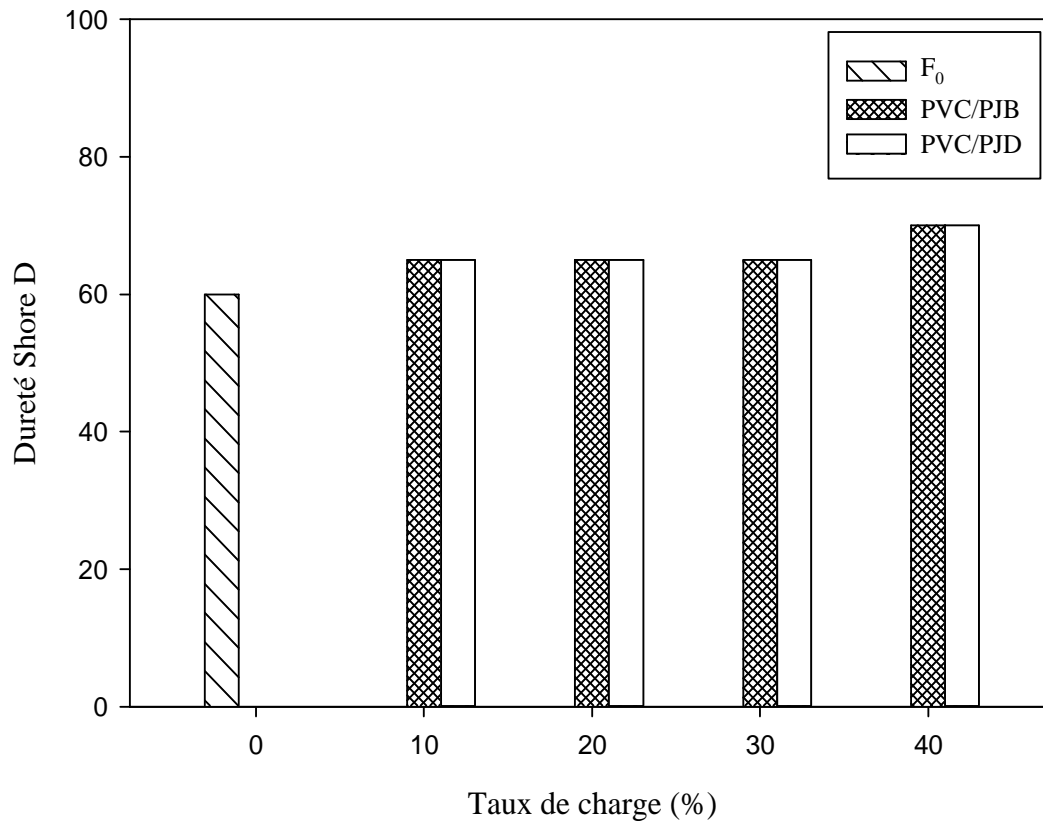


Figure IV.2.19. Evolution de la dureté PVC/Papier journal en fonction du taux des fibres de papier journal brut et désencré

IV.2.5 Caractérisation thermique

La stabilité thermique des composites est un paramètre très important pour le traitement et l'utilisation de ces matériaux. La fabrication de tels composés exige le mélange des fibres et de la matrice à températures élevées, ainsi la dégradation des matériaux cellulosiques peut produire des effets indésirables sur leurs propriétés (odeur, décoloration et perte de force mécanique). La stabilité thermique de la matrice PVC et des différents composites PVC/PJB, PVC/PJD a été mesurée par analyse thermogravimétrique.

IV.2.5.1. Effet de la fibre de papier journal brut

Les figures IV.2.20 et IV.2.21 représentent l'évolution de la masse (TG) et de la vitesse de perte de masse (DTG) pour les différents composites à fibres de papier journal brut et à matrice polychlorure de vinyle en fonction de la température en milieu inerte. Dans toutes les formulations étudiées (F₁₀, F₂₀, F₃₀ et F₄₀) l'allure des thermogrammes est identique à celle du polychlorure de vinyle. Une petite perte de masse est enregistrée avant 150°C, qui peut être attribué à l'évaporation de l'eau de rétention. Le taux de perte de masse a graduellement augmenté au-dessus 200°C et une perte de poids distincte est apparue entre 300 et 500°C, dans deux étapes principales de dégradation. La première étape de dégradation en-dessous de 300°C due principalement à une deshydrochloration et la décomposition de certains additifs tels que le plastifiant et la seconde à la décomposition du squelette hydrocarboné polymérique. La formation des doubles liaisons polyéniques conjuguées donne naissance à un autre polymère qui est le polyacétylène, stable thermiquement. Au-delà de 500°C, on enregistre un palier de stabilité, qui correspond à la formation du résidu **Becker et al. (2000)**.

On constate d'après la figure IV.2.21 que l'incorporation des fibres de papier journal brut dans la matrice PVC augmente la température de début de décomposition. Elle est estimée à 234,3°C pour le PVC vierge et 238,5°C, 237,1°C et 237,3°C pour les composites F₁₀, F₂₀ et F₃₀ respectivement. En terme de la vitesse de perte de masse la figure IV.22 montre que les vitesses de dégradation maximales enregistrées sont : 12,94 %/min, 9,98 %/min et 9,85 %/min pour les formulations F₁₀, F₂₀ et F₃₀ respectivement, correspondant à des températures de dégradation maximales de 279,8 °C, 278,9 °C et 270,8 °C qui sont nettement supérieures à la température maximale du PVC qui est de 267,1 °C. Donc la stabilité thermique du PVC est améliorée avec l'introduction des fibres lignocellulosiques. Ceci peut être expliqué par la stabilité thermique élevée de la lignine qui retarde d'une manière significative la dégradation du polychlorure de vinyle. Autrement dit, elle joue le rôle d'inhibiteur dans la dégradation thermique. **Yildiz et al. (2006)** ainsi que **Sheshmani et al. (2010)** ont constaté l'amélioration de la stabilité thermique des composites PP/fibres de bois qu'ils attribuent à la grande stabilité thermique de la lignine. Cependant on remarque que pour un taux de charge de 40% en fibres de papier journal brut, une diminution de la stabilité thermique du polychlorure de vinyle a été enregistrée, en effet nous avons enregistré une température de début et maximale de décomposition de 210,8 et 255,7°C avec une vitesse maximale de 10,9 %/min.

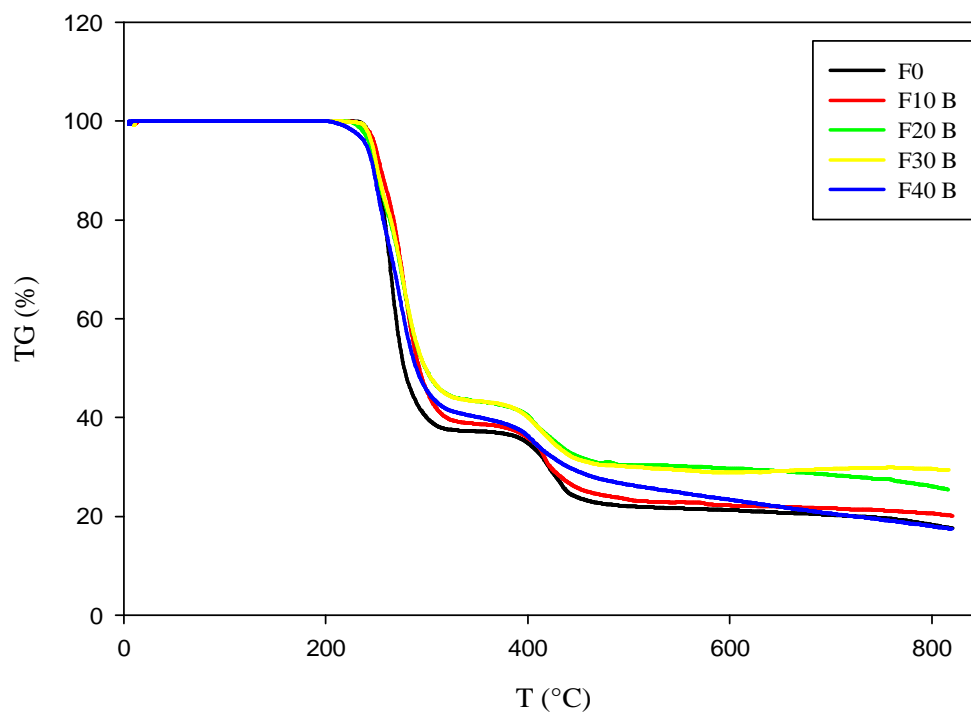


Figure IV.2.20. Thermogrammes TG de la matrice PVC et des composites PVC/PJB pour différents taux de charge

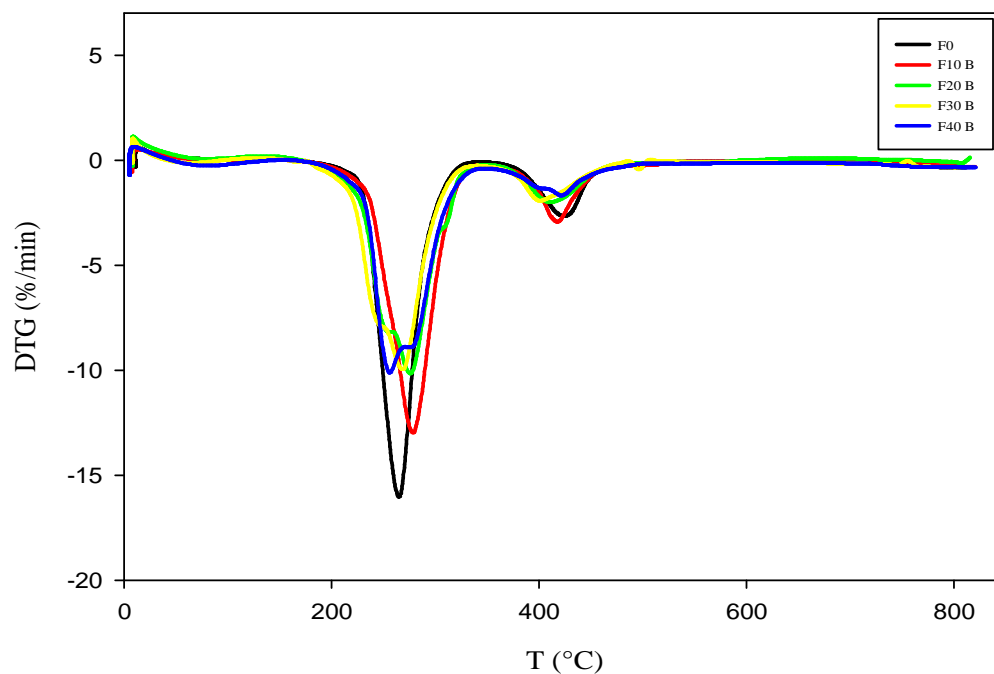


Figure IV.2.21. Thermogrammes DTG du PVC et des composites à différents taux de charge en fibre de papier journal brut

IV.2.5.2. Effet du désencrage de la fibre de papier journal

L'effet de l'incorporation de la fibre de papier journal désencré sur le comportement thermique des composites élaborés est représenté sur les figures IV.2.(22, 23, 24 et 25). A travers ces thermogrammes, nous pouvons constater clairement que la fibre de papier journal désencré a causé la détérioration de la stabilité thermique des composites. En effet, les températures de début de décomposition pour les composites diminue, elle est de 229,5 °C, 224,6 °C, 216,9 °C et 203,6 °C pour les formulations F₁₀, F₂₀, F₃₀ et F₄₀ respectivement comparée à celle des composites à fibres de PJB qui est de 238,5 °C, 237,1 °C, 237,3 °C et 210,8 °C pour les formulations F₁₀, F₂₀, F₃₀ et F₄₀ respectivement. Ce résultat probablement due à la polarité de la fibre qui a diminué dans le cas du désencrage dans une solution alcaline, une partie de la lignine, élément plus au moins hydrophobe et donc plus au moins polaire est éliminée. **Sombatsompop *et al.* (2003)** ont procédé au traitement alcalin de la sciure de bois ils ont constaté une diminution de la température de début de décomposition qu'ils attribuent à la diminution du taux de lignine.

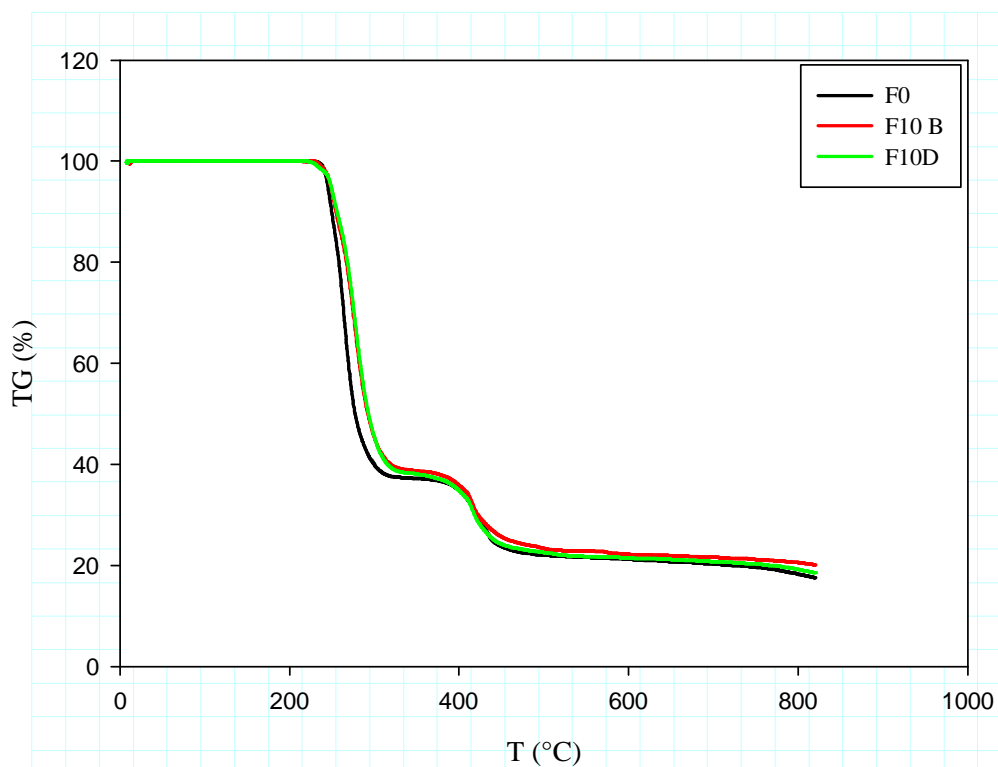


Figure IV.2.22. Thermogrammes TG de la matrice PVC et des composites PVC/PJ brut et désencré à 10% de charge

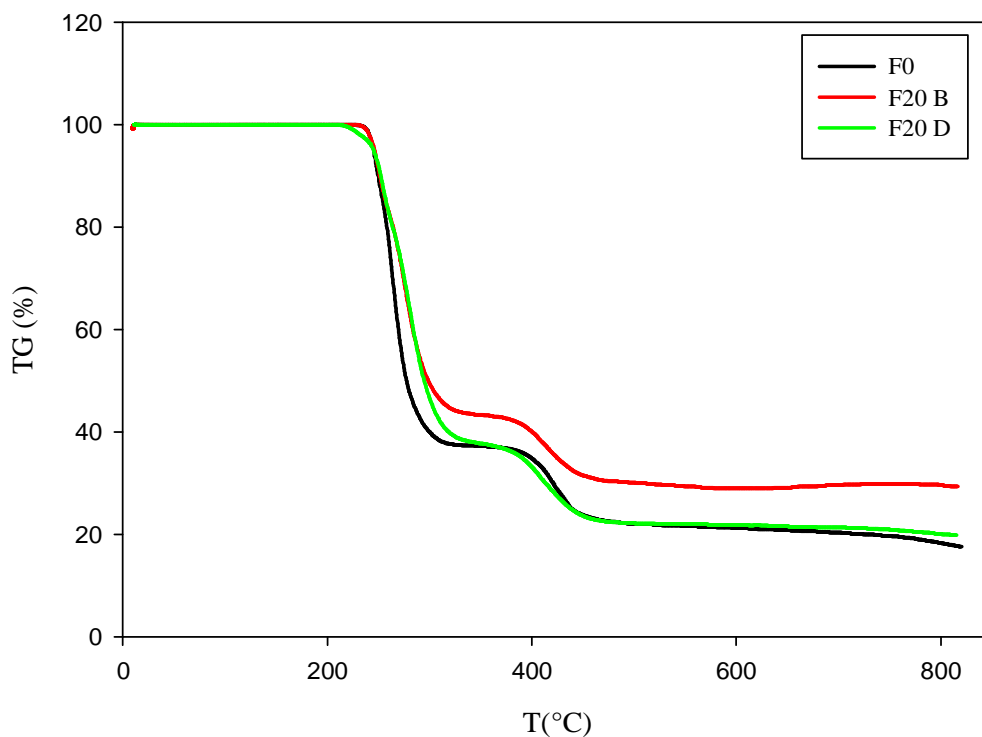


Figure IV.2.23. Thermogrammes TG de la matrice PVC et des composites PVC/PJ brut et désencré à 20% de taux de charge

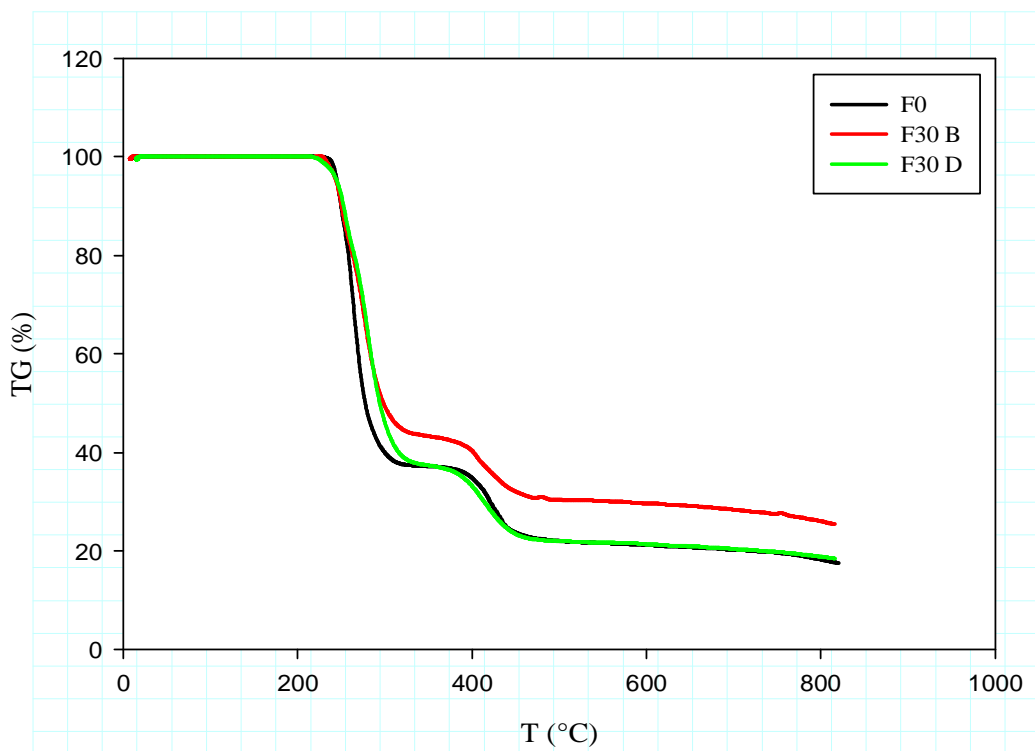


Figure IV.2.24. Thermogrammes TG de la matrice PVC et des composites PVC/PJ brut et désencré à 30% en taux de charge

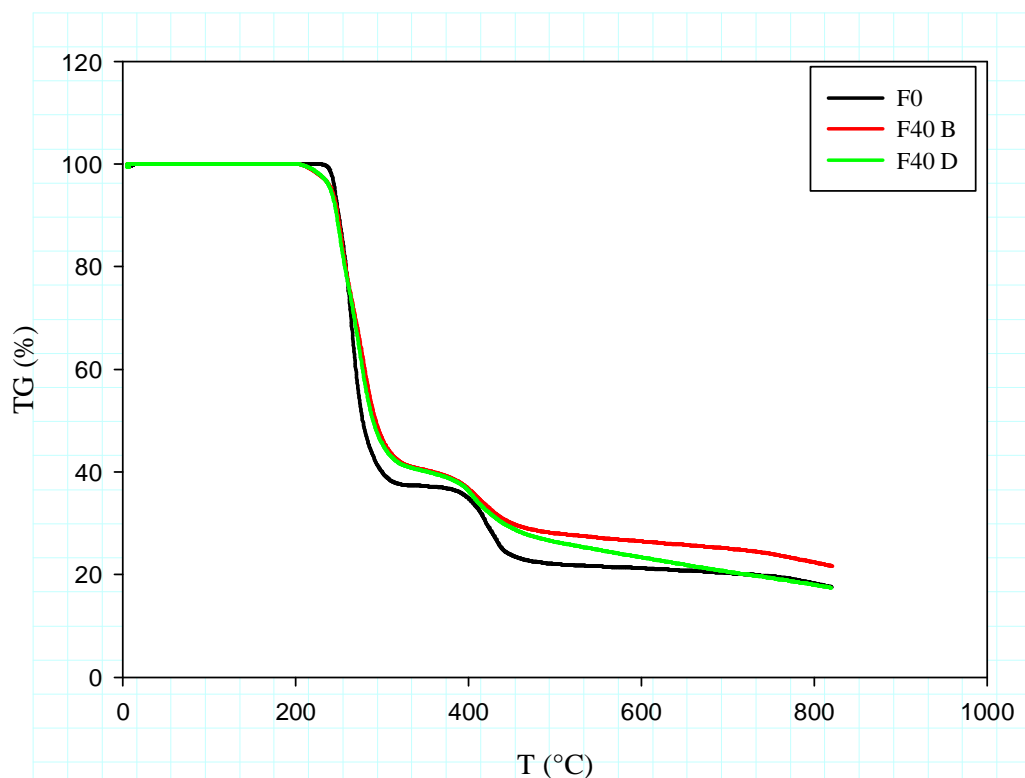


Figure IV.2.25. Thermogrammes TG de la matrice PVC et des composites PVC/PJ brut et désencré à 40% de taux de charge

Les figures IV.2 (26, 27, 28 et 29) représentent les thermogrammes DTG, des différents composites PVC/fibres de papier journal brut et désencré. En analysant les pics représentés on constate, que les vitesses de dégradation maximales enregistrées sont : 12,45 %/min, 10,60 %/min et 10,96 %/min pour les formulations F₁₀, F₂₀ et F₃₀ respectivement, correspondant à des températures de dégradation maximales de 280,2 °C, 275,7 °C et 284 °C qui sont nettement supérieure à la température maximale du PVC qui est de 267,1 °C et à celles des composites à fibres de PJB qui sont de 279,8 °C, 278,9 °C et 270,8 °C pour les formulations F₁₀, F₂₀ et F₃₀ respectivement. En dehors de ce point (T_d), on peut voir clairement que la fibre de papier journal désencré contribue à l'amélioration de la stabilité thermique du polychlorure de vinyle. Cependant l'incorporation de 40 % de fibre de papier journal désancré a aussi provoqué la diminution de la stabilité thermique du polychlorure de vinyle, la température de début et maximale de décomposition est de 203,6 et 253,8 °C respectivement ce qui est une valeur faible comparée à celles du PVC non chargé.

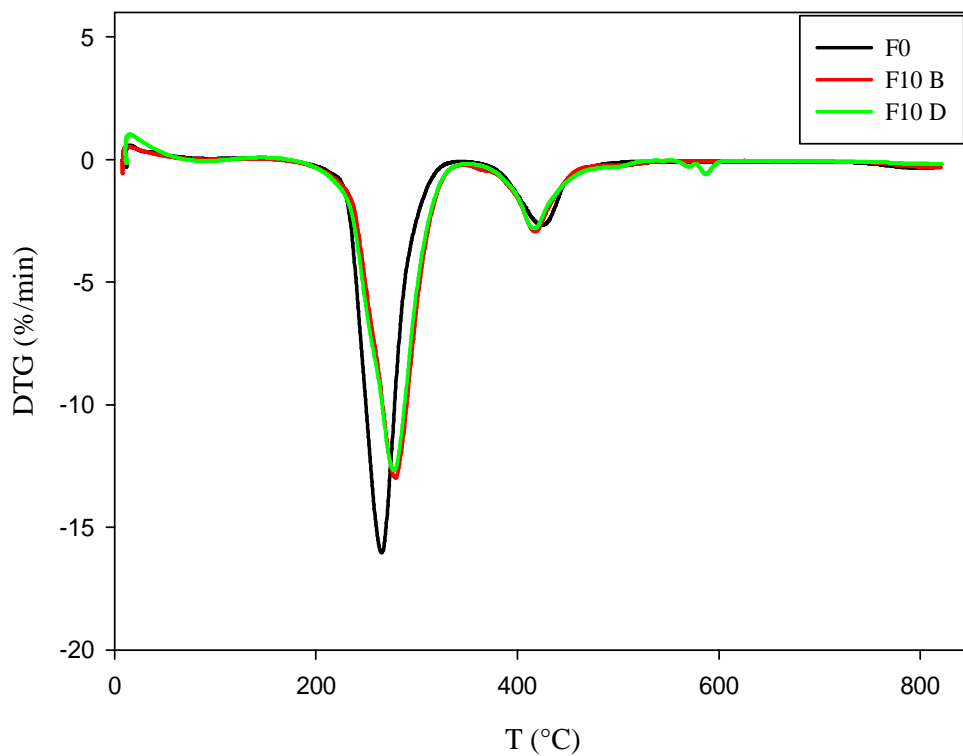


Figure IV.2.26. Thermogrammes DTG de la matrice PVC et des composites PVC/PJ brut et désencré à 10% en taux de charge

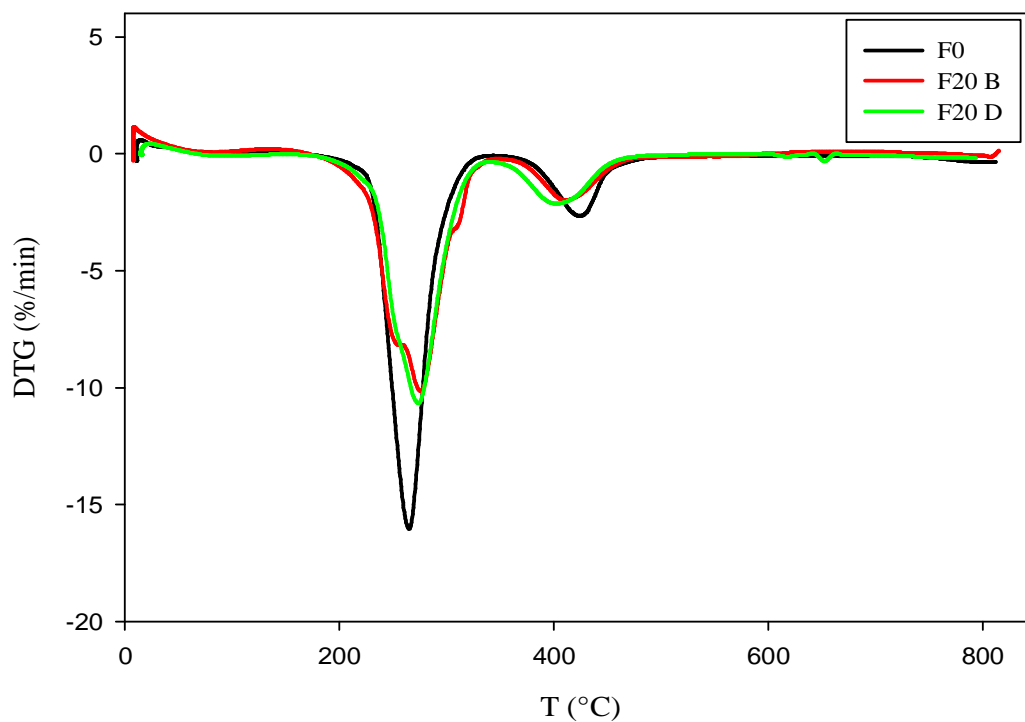


Figure IV.2.27. Thermogrammes DTG de la matrice PVC et des composites PVC /PJ brut et désencré à 20% de taux de charge

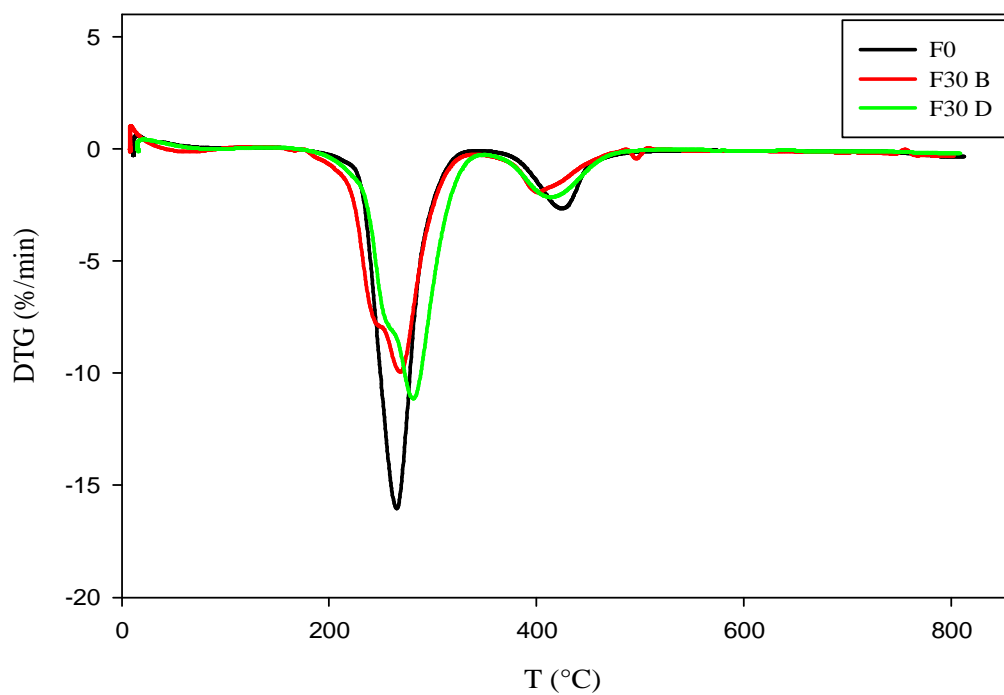


Figure IV.2.28. Thermogrammes DTG de la matrice PVC et des composites PVC/PJ brut et désencré à 30% de taux de charge

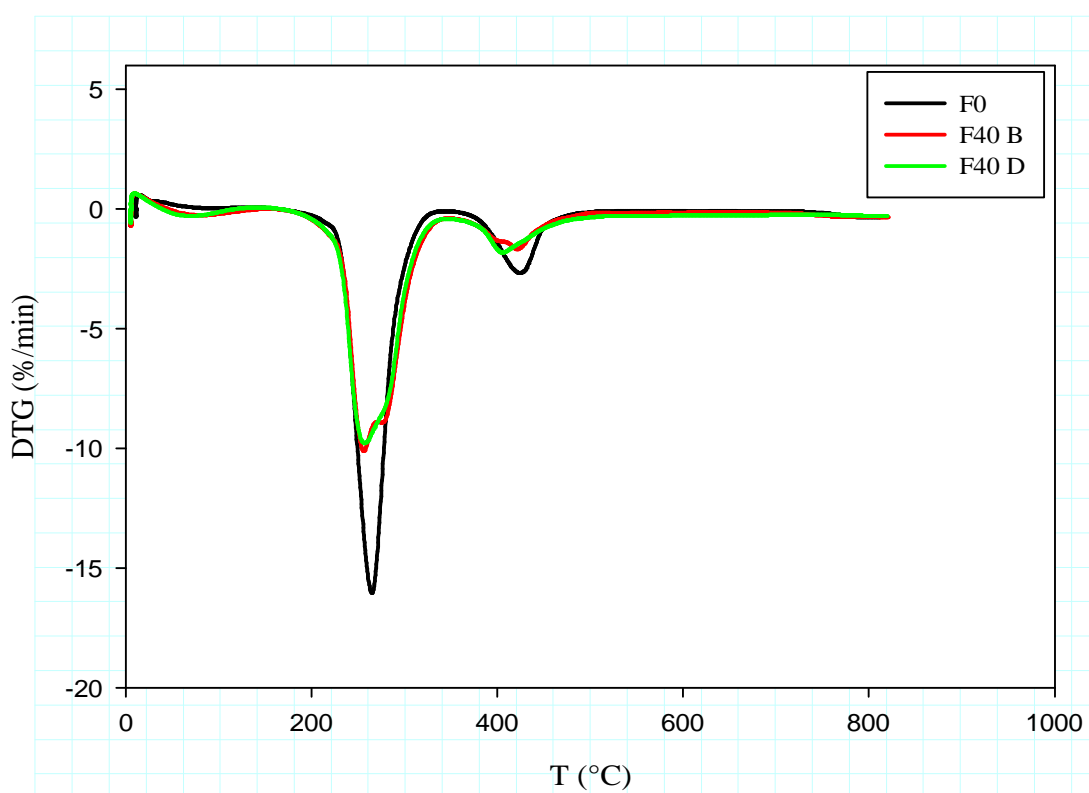


Figure IV.2.29. Thermogrammes DTG de la matrice PVC et des composites PVC/PJ brut et désencré à 40% de taux de charge

L'exploitation des thermogrammes TG-DTG des différents composites PVC/fibres de papier journal brut et désencré nous a permis de déterminer les températures de début et maximales de compositions, les vitesses maximales de décomposition et la teneur en résidu. Le détail de ces résultats est rapporté sur le tableau IV.2.2.

Tableau IV.2.2. Comparaison du comportement thermique des différents composites.

Formulation	T _d (°C)	T _{max} (°C)	V _{max} (%/min)	Taux de résidu
F ₀	234,3	267,1	15,85	17,55
F ₁₀ B	238,5	279,8	12,94	20,13
F ₂₀ B	237,1	278,9	9,85	29,37
F ₃₀ B	237,3	279,2	9,98	25,46
F ₄₀ B	210,8	255,7	10,90	21,66
F ₁₀ D	229,5	280,2	12,45	18,54
F ₂₀ D	224,6	284	10,96	19,79
F ₃₀ D	216,9	283,4	10,60	18,54
F ₄₀ D	203,6	253,8	9,66	17,44

IV.2.6. Caractérisation diélectrique

Les propriétés isolantes des matières plastiques sont largement utilisées en électrotechnique pour des applications telles que : gaines de câbles, condensateurs, enrobage de composants, supports divers. Cependant, les propriétés électriques de ces matériaux dépendent bien sûr de la structure chimique des macromolécules qui les constituent mais aussi de différents facteurs et en particulier des adjuvants. L'absorption d'eau, la nature de la charge minérale ou organique jouent un rôle déterminant sur les propriétés électriques du matériau **Dubois (1998)**.

IV.2.6.1. Tension de claquage

La tension de claquage est une caractérisation importante des tests diélectriques, elle représente la tension maximale qui entraîne la dégradation des matériaux par formation d'un arc électrique. Les forces électrostatiques deviennent en effet si élevées qu'elles peuvent provoquer la rupture des liaisons. Cette tension de claquage dépend des impuretés présentes dans le matériau, car celles-ci créent localement des dissociations de la polarisation **Bailon et**

Dorlot (2001). La figure IV.2.30 représente l'évolution de la tension de claquage des composites PVC/fibres de papier journal brut et désencré. L'incorporation de la fibre de papier journal brut provoque la diminution de la tension de claquage comparée à celle de la matrice PVC due probablement à la forte polarité des fibres de papier journal brut. Cependant on remarque que la présence des fibres de papier journal désencré n'a pas une grande influence sur la tension de claquage des composites sauf pour un taux de charge de 40% où une diminution de 14% a été enregistrée.

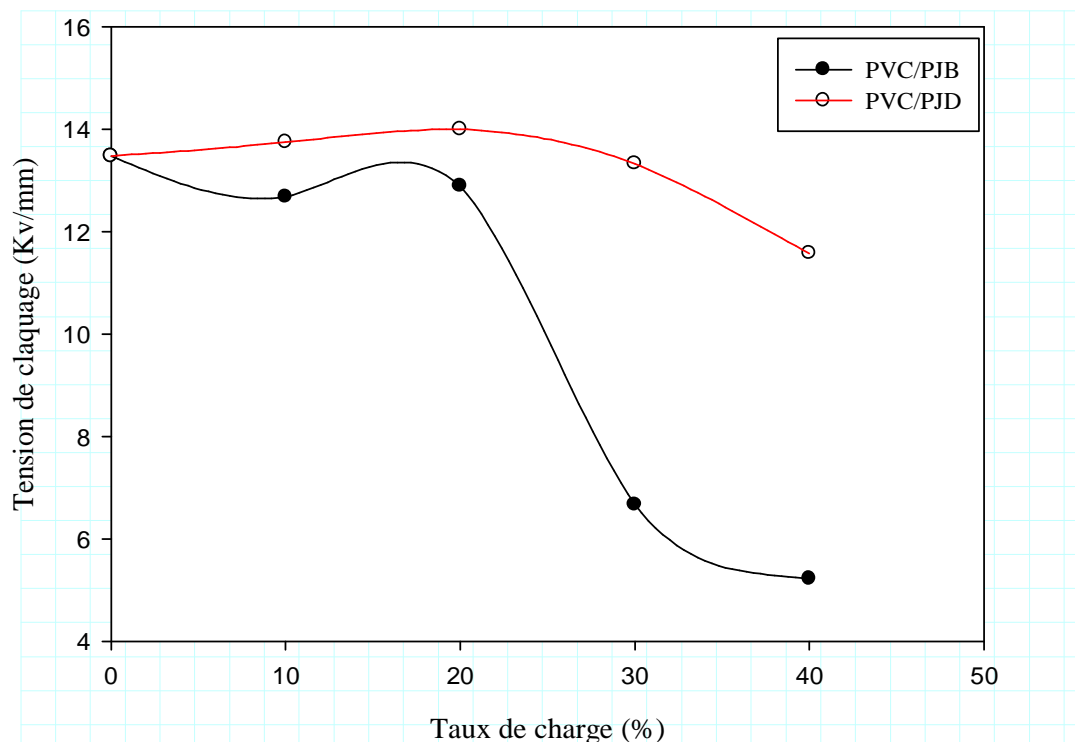


Figure IV.2.30. Evolution de la tension de claquage des composites PVC/fibre de papier journal en fonction du taux de charge

IV.2.6.2. Permittivité et facteur de pertes diélectriques des composites

La permittivité des composites PVC/fibre de papier journal a été étudiée en fonction du taux de charge de la fibre brut et désencré à une fréquence de 50Hz, les résultats sont représentés sur la figure IV.2.31. La permittivité augmente avec l'augmentation du taux de fibre de papier journal brut. Cette tendance a été expliquée par **Chen et al. (2003)** comme une augmentation du moment dipolaire des composites due à la présence de groupements polaires dans la fibre cellulosique. **Lai et al. (2005)** ont observé la même tendance pour les composites PP/fibre de noix de coco. La constante diélectrique du polypropylène pur était de 2,5 F/m, qui a augmenté à 2,56 F/m quand 30% de la fibre de noix de coco ont été incorporée. Cependant

la présence de la fibre de papier journal désencrée a permis la diminution de la permittivité diélectrique. **Paul et al. (1997)** ont obtenu le même résultat pour les composites PEBD/sisal en procédant à la modification chimique par le traitement alcalin de la fibre de sisal qu'ils attribuent à la diminution de la capacité d'absorption d'eau de la fibre cellulosique après traitement. **Shinoj et al. (2010)** ont procédé à la modification de la fibre de palmier par un traitement alcalin, ils ont constaté une légère variation de la constante diélectrique. Dans l'état brut, les groupements hydroxyles de la fibre cellulosique sont relativement non réactifs car ils forment de fortes liaisons hydrogène. En plus de ceci, les solutions à pH élevé peuvent mener à la décomposition des fibres c.-à-d. les rendant plus petites. Tous ces facteurs fournissent une grande surface spécifique et donnent une meilleure tenue mécanique entre la fibre et la matrice réduisant ainsi l'absorption d'eau. Ceci a pour conséquence la diminution de la polarité du système menant à la réduction de la permittivité des composites.

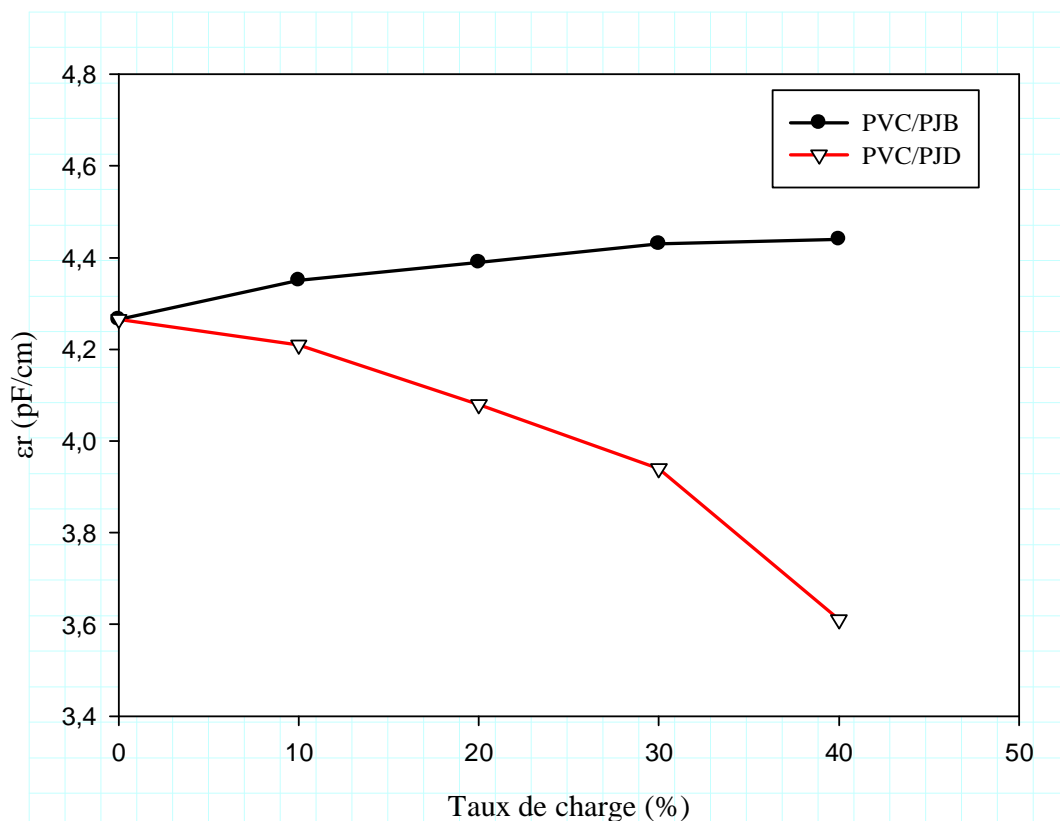


Figure IV.2.31. Evolution de la permittivité relative des composites PVC/PJ en fonction du taux de charge de la fibre brute et désencrée

La figure IV.2.32 représente l'évolution du facteur de pertes diélectriques des composites PVC/ fibres de papier journal brutes et désencrées. On remarque une légère augmentation du facteur de pertes diélectriques avec l'augmentation du taux de charge de la

fibre brute ces résultats confirment les résultats de la permittivité diélectrique. **Khalf et al. (2010)** ont constaté le même résultat pour le système PEBD/ Styrène butadiène/cosses de riz, en effet les fibres cellulosiques sont polaires donc leur présence favorise l'augmentation de la polarité des composites qui se traduit par une augmentation de la polarisation interfaciale. De plus, à fortes concentrations en fibres les mélanges sont plus hétérogènes. Cette hétérogénéité peut augmenter l'effet de polarisation et augmente ainsi le facteur des pertes diélectriques des composites. Cependant on remarque que ce facteur de pertes diélectriques a tendance à diminuer en présence des fibres de papier journal désancré, ce qui confirme les résultats obtenus lors de la détermination de la permittivité.

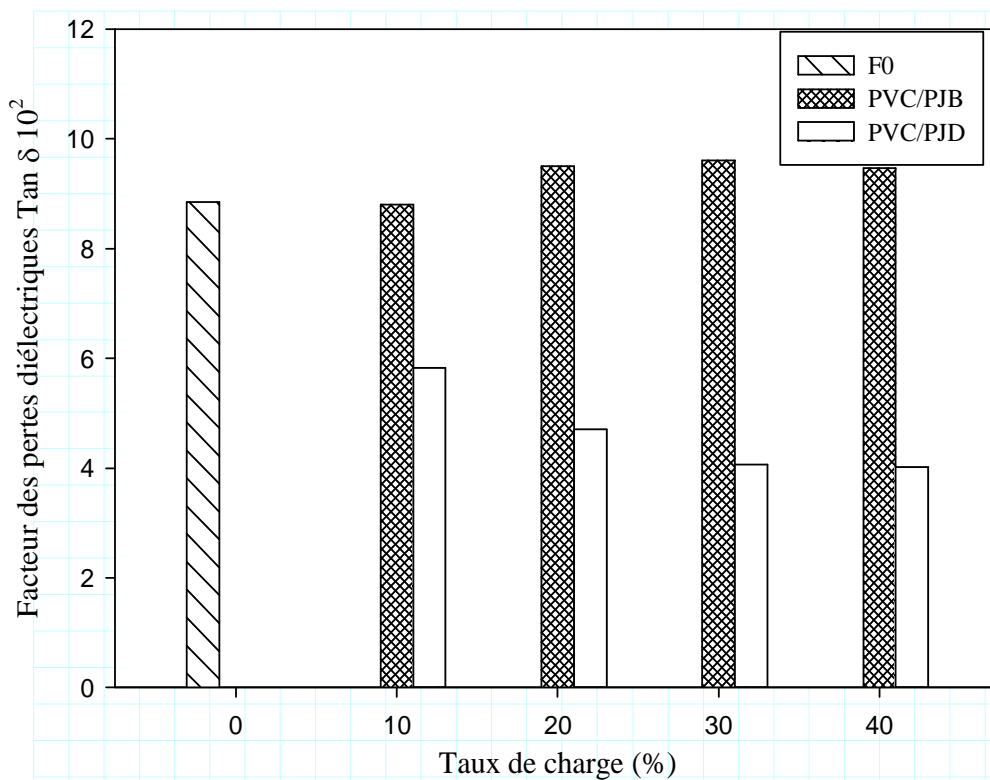


Figure IV.2.32. Evolution du facteur des pertes diélectriques en fonction du taux de charge

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Cette étude constitue une contribution à la recherche de solution sur la problématique liée à la pollution de l'environnement par les déchets de papier journal. Elle regroupe un certain nombre d'aspect sur la préparation de matériaux à base de ressources renouvelables.

Dans la première partie de l'étude expérimentale, plusieurs familles de molécules (soude, eau oxygénée) ont été utilisées pour le désencrage de la fibre papier journal. Cette dernière a été caractérisée avant et après réaction de désencrage. Des techniques d'analyse de surface (DRX), d'Infrarouge, thermiques (TG et DTG) et Microscopie Electronique à Balayage ont été utilisées. Elles ont permis de mettre en évidence l'efficacité du procédé de désencrage.

Les résultats ont montré :

- Augmentation du taux de cristallinité après désencrage de la fibre de papier journal ;
- Les résultats de l'analyse IRTF ont permis de confirmer la réaction de désencrage, confirmée par la diminution de la bande d'absorption à 3354 cm^{-1} caractéristique des groupements hydroxyles (-OH) et aussi une diminution des bandes caractéristiques de la lignine qui apparaît à 1728 cm^{-1} attribuée à la liaison non conjuguée C=O.
- Les thermogrammes TG et DTG montrent que la fibre de papier journal brut est plus stable thermiquement que la fibre de papier journal désencré. Ce résultat est dû à un taux élevé de lignine dans la fibre brute.

La seconde partie du travail consiste à élaborer les matériaux composites avec les fibres citées précédemment. Les matériaux composites à matrice polychlorure de vinyle sont préparés avec des techniques de mise en œuvre généralement utilisées dans l'industrie de transformation du PVC (calandrage, moulage par compression).

Dans la troisième partie, plusieurs propriétés des composites élaborés ont été déterminées. A notre connaissance, ce sont les premiers résultats expérimentaux sur des composites PVC/fibres de papier journal brut et désencré. Ils permettent de constituer une

base de données essentielle à la compréhension du comportement des composites PVC/fibre de papier journal.

Du point de vue propriétés mécaniques les composites ont montré la diminution de la contrainte et de l'allongement à la rupture pour les composites PVC/ fibre de papier journal brut. Cependant une légère amélioration de la contrainte à la rupture a été constatée dans le cas des composites PVC/fibre de papier journal désencré tandis que le désencrage n'a aucun effet sur l'allongement à la rupture. Augmentation de la rigidité des différents matériaux élaborés qui se traduit par une augmentation du module d'Young, sauf pour 40% de taux de charge où une nette diminution a été observée.

La microscopie électronique à balayage (MEB) des faciès de rupture, révèle une surface plus homogène et lisse pour les composites indiquant une dispersion de la fibre de papier journal après désencrage.

Les résultats de l'analyse thermogravimétrique a montré une augmentation de la stabilité thermique des composites PVC/ fibres de papier journal brut qui se traduit par une augmentation des températures de début et maximal de décomposition. Cependant l'introduction de la fibre de papier journal désencré a provoqué la diminution de la température de début de décomposition mais en revanche a permis l'amélioration de la température maximale de décomposition par rapport à la matrice et au système PVC/PJB.

Les tests diélectriques ont révélé la diminution de la tension de claquage des composites à fibre brut. Cependant la présence de la fibre désencré n'a pas une grande influence sur la tension de claquage des composites à matrice PVC. Nous avons également observé une augmentation de la permittivité et du facteur de pertes diélectriques des composites à fibres brutes qui se voit diminuée lorsque la fibre désencrée est incorporée. Ce résultat est dû à la diminution de la polarité ainsi que du taux d'absorption d'eau des composites PVC/fibres désencrées.

Perspectives

Il reste certains aspects qui n'ont pas été explorés au cours de cette étude. La modification physique de ces fibres ou de la matrice serait un point intéressant dans l'optimisation des propriétés des composites. D'après la littérature la présence d'agents compatibilisants serait un moyen intéressant de remédier au problème d'adhésion à l'interface fibre /matrice. Le vieillissement ainsi que la biodégradabilité mériteraient d'être définis afin d'ouvrir davantage le domaine d'applications de ces nouveaux agromatériaux.

REFERENCES

BIBLIOGRAPHIQUES

Bibliographie

Adhikary Kamal B., **Pang** Shusheng, **Staiger** Mark P., Dimensional stability and mechanical behaviour of wood-plastic composites based on recycled and virgin high-density polyethylene (HDPE), *Composites: Part B* 39, 8076815, **2008**.

Agassant Jean-François, **Hinault** Robert, *Plastique et composites : le calandrage, technique de l'ingénieur*, **2001**.

Alix S., **Philippe** E., **Bessadok** A., **Lebrun** L., **Morvan** C., **Marais** S., Effect of chemical treatments on water sorption and thermal properties of flax fibres, *Composites : Part A* 39, 1362-1369, **2009**.

Amash A., & **Zugenmaier** P., Morphology and properties of isotropic and oriented samples of cellulose fibre-polypropylene composites, *Polymer* 41, 158961596, **2000**.

Ashby Micheal, **Brechet** Yves, **Salvo** Luc, *Sélection des matériaux et des procédés de mise en œuvre*, presse polytechnique et universitaire romande, 21-23, **2001**.

Ashori Alireza, **Nourbakhsh** Amir, Characteristics of wood-fiber plastic composites made of recycled materials, *Waste Management* 29, 129161295, **2009**.

Ashori Alireza, *Hybrid Composites from Waste Materials*, *J. Polym. Environ.* **2009**.

Ashori Alireza, **Nourbakhsh** Amir, Reinforced polypropylene composites: Effects of chemical compositions and particle size, *Bioresource Technology* 101, 251562519, **2010**.

Baiardo Massimo, **Zini** Elisa, **Scandola** Mariastella, Flax fibre-polyester composites, *Composites: Part A* 35, 7036710, **2004**.

Bailon Jean-Paul, **Dorlot** Jean-Marie, *Des Matériaux*, troisième édition, 402-407, **2001**.

Barnes H. A., **Hutton** J. F. and **Walters** K., *An Introduction to Rheology*, Elsevier Science Publishers B.V, **1989**.

Baroulaki I., **Karakasi** O., **Pappa** G., **Tarantili** P.A., **Economides** D., **Magoulas** K., Preparation and study of plastic compounds containing polyolefins and post used newspaper fibers, *Composites: Part A* 37, 161361625, **2006**.

Bathias C., Les Matériaux Composites, Dunod, Paris, 18-34, **2005**.

Becker Claude, Ruch David, Aubriet Frederic, Muller Jean-François, Influence d'un traitement ultraviolet sur les propriétés thermophysiques du polychlorure de vinyle, **2000**.

Berthelot Jean-Marie, Matériaux composites : Comportement mécanique et analyse des structures, Tec & Doc Lavoisier, 7-18, **2005**.

Belbachir M., Mekki H., Préparation of vinylchloride óvinylethercopolymers via partial esterificationfrom PVC, **2007**.

Bendahou Abdelkader, Habibi Youssef, Kaddami Hamid et Dufresne Alain, Matériaux composites à base des fibres lignocellulosiques et de matrices thermoplastiques (PP ET PEBD), *Revue Roumaine de Chimie* 54(7), 5576563, **2009**.

Bengtsson Magnus, Le Baillif Marie, Oksman Kristiina, Extrusion and mechanical properties of highly filled cellulose fibreópolypropylene composites, *Composites: Part A* 38 192261931, **2007**.

Berlioz Sophie, Etude de l'estérification de la cellulose par une synthèse sans solvant. Application aux matériaux nanocomposite, thèse doctorat à l'Université Joseph Fourier ó Grenoble 1, **2007**.

Biganska Olga, Etude physico-chimique des solutions de cellulose dans lan-methylmorpholine-n-oxyde, thèse doctorat à l'Ecole des Mines de Paris, **2002**.

Bledzki A.K. et Gassan J., Composites reinforced with cellulose based fibres, *Progress in Polymer Science* 24, 221-274, **1999**.

Bledzki A. K., Mamun A. A., Faruk O., Abaca fibre reinforced PP composites and comparison with jute and flax fibre PP composites, *eXPRESS Polymer Letters*, 7556762, **2007**.

Bledzki Andrzej K., Mamun Abdullah A., Volk Jürgen, Physical, chemical and surface properties of wheat husk, rye husk and soft wood and their polypropylene composites, *Composites: Part A* 41, 4806488, **2010**.

Bouafif Hassine, Effets des caractéristiques intrinsèques des fibres de bois et des procédés de mise en forme sur la performance des matériaux composites bois/thermoplastique, thèse de doctorat à l'Institut des Sciences et Industries du Vivant et de l'Environnement (Agro Paris Tech), 38, **2009**.

Brahmakumar M., Pavithran C., Pillai R.M., Coconut fibre reinforced polyethylene composites: effect of natural waxy surface layer of the fibre on fibre/matrix interfacial bonding and strength of composites, *Composites Science and Technology* 65, 5636569, **2005**.

Bullions T.A., Hoffman D., Gillespie R.A., Price-O'Brien J., Loos A.C., Contributions of feather fibers and various cellulose fibers to the mechanical properties of polypropylene matrix composites, *Composites Science and Technology* 66, 1026114, **2006**.

Castéra Patrick, Comportement physico-mécanique des matériaux fibreux cellulosiques considérés comme des milieux aléatoires, thèse de doctorat *LRBB, CNRS/INRA/Université Bordeaux 1*, **2002**.

Chen Y., Chen Lin H., et Lee Y., the effects of filler content size on the properties of PTFE/SiO₂ composites, *Journal of Polymer Research* 10, 247-258, **2003**.

Cheng Jiayang, Sun Ye, Hydrolysis of lignocellulosic materials for ethanol production: a review, *Bioresource Technology* 83, 1611, **2002**.

Chretien G., Matériaux composites à matrice organique, Tech et Doc, Paris, 508, **1986**.

Crespo J.E., Balart R., Sanchez L., Lopez J., Mechanical behaviour of vinyl plastisols with cellulosic fillers, Analysis of the interface between particles and matrices, *International Journal of Adhesion & Adhesives* 27, 4226428, **2007**.

Dányádi L., Janecska T., Szabó Z., Nagy G., Móczó J. and Pukánszky B., Wood flour filled PP composites: Compatibilization and adhesion, *Composites Science and Technology* 67(13), 2838-2846, **2007**.

Dányádi Lívía, **Móczó** János, **Pukánszky** Béla, Effect of various surface modifications of wood flour on the properties of PP/wood composites, *Composites: Part A* 41, 1996206, **2010**.

Daviaud R. et **Filliatre** C., Introduction aux matériaux composites - Matrices organiques, Presses du CNRS, Bordeaux, 437, **1985**.

De la Orden M.U., **Sánchez** C. González, **Quesada** M. González, **Urreaga** J. Martínez, Effect of different coupling agents on the browning of cellulose polypropylene composites during melt processing, *Polymer Degradation and Stability* 95, 201-206, **2010**.

Demir H., **Atikler** U., **Balkose** D., **T,hm,nl,oglu** F., The effect of fiber surface treatments on the tensile and water sorption properties of polypropyleneóluffa fiber composites, *Composites, Part A* 37, 4476456, **2006**.

Djidjelli H., **Benachour** D., **Boukerrou** A., **Zefouni** O., **Martinez-Véga** J. **Farenc**, J., **Kaci** M., Thermal, dielectric and mechanical study of poly(vinyl chloride)/olive pomace composites *Express polymer letters*, Vol 1, 846-852, **2007**.

Dubois Jean-Claude, propriétés diélectriques des polymères, techniques de l'ingénieur Paris, FRANCE, vol. 1, n°E1850, pp. E1850.1-E1850.15, **1998**.

Dupuis Benoît, Le papier recyclé en questions, PNS: économie et écologie, Infodoc, **2008-2011**.

Durier Anne-Lise, **Derrien Katellet** et **Gilormini Pierre**, Contraintes et saturation en eau dans un composite à matrice polymère, 18^{ème} Congrès Français de Mécanique, Grenoble, 27-31 août **2007**.

Farhi R., **Morel** C., **Chéron** J., Matières plastiques & adjuvants hygiène et sécurité, INRS « institut national de la recherche et de la sécurité », ED 638, p. 52, octobre **2006**.

Felby C., Hassingboe J. and Lund M., Pilot-scale production of fiberboards made by laccase oxidized wood fibers: board properties and evidence for cross-linking of lignin, *Enzyme and Microbial Technology* 31, 7366741, **2002**.

Ferrer Nuria, Vila Anna, Fourier transform infrared spectroscopy applied to ink characterization of one-penny postage stamps printed 1841 ó 1880, *Analytica Chimica Acta* 555, Elsevier, 161-166, **2006**.

Filho Guimes Rodrigues, Monteiro Douglas Santos, Meireles Carla da Silva, Nascimento de Assunção Rosana Maria, Cerqueira Daniel Alves, Barud Hernane Silva, Ribeiro Sidney J.L., Messadeq Younes, Synthesis and characterization of cellulose acetate produced from recycled newspaper, *Carbohydrate Polymers* 73, 74682, **2008**.

Gay D, Matériaux composites, Hermès, Paris, p.569, **1991**.

Girio F.M., Fonseca C., Carvalheiro F., Duarte L.C., Marques S., Bogel-ukasik R., Hemicelluloses for fuel ethanol: A review, *Bioresource Technology* 101, 477564800, **2010**.

Gornet Laurent, Généralités sur les matériaux composites, Centrale Nantes, 2-4, **2008**.

Govin A., Peschard A., et Guyonn et R., Modification of cement hydration at early ages by natural and heated wood , *Cement and Concrete Composites* 28, 12 - 20, **2006**.

Govin A. Aspects physico-chimiques de l'interaction bois ó ciment : Modification de l'hydratation du ciment par le bois. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne et de l'Université Jean Monet de Saint-Étienne, **2004**.

Haudin J.M., solidification, mise en forme des polymères, *Plastiques & Elastomères Magazine*, N° 52-5, **2000**.

Herrera-Franco P.J., Valadez-Gonzalez A., Mechanical properties of continuous natural fibre reinforced polymer composites, *Composites A* 35, 339-345, **2004**.

Hong C.K., Hwang I., Kim N., Park D.H., Hwang B.S., Nah C., Mechanical properties of silinized jute ó polypropylene composites, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 14, 71 ó 76, **2008**.

Houtmeyers Jules, livre blanc du chlore, Belgo Chlor c/o Fedichem, p.3.6-5, novembre **2006**.

Huda M. S., Mohanty A. K., Drzal L. T., Misra M., Schut E., Physico mechanical properties of *Greenö* Composites from poly(lactic acid) and cellulose fibers, GPEC, Paper Abstract 11, Composite Materials and Structures Center, 2100 Engineering Bldg, **2004**.

Huda Masud S., Drzal Lawrence T., Mohanty Amar K., Misra Manju , Williams Kelly et Mielewski Deborah F., Mechanical, thermal and morphological studies of Poly (lactic acid) PLA/talc/recycled newspaper fiber hybrid *Greenø* Composites, 8th International Conference on Wood fiber-Plastic Composites, Wisconsin, May 23-25, **2005**.

Huda Masud S., Drzal Lawrence T., Mohanty Amar K., Misra Manjusri, Chopped glass and recycled newspaper as reinforcement fibers in injection molded poly(lactic acid) (PLA) composites: A comparative study, Composites Science and Technology 66, 18136 1824, **2006**.

Huda M.S., Drzal L.T., Mohanty A.K. and Misra M., 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**.

Islam Md. Nazrul, Rahman Md. Rezaur, Haque, Md. Mominul, Huque, Md. Monimul, Physico mechanical properties of chemically treated coir reinforced polypropylene composites, Composites: Part A 41, 1926198, **2010**.

Jakab E., Värhegyi G. and Faix O., Thermal decomposition of polypropylene in the presence of wood-derived materials, Journal of Analytical and Applied Pyrolysis 56(2), 273-285, **2000**.

Jamil S.M., Ahmad I., Abdullah I., Effect of rice husk filler on the mechanical and thermal properties of natural rubber compatibilized high density polyethylene/natural rubber blends, J. Polym. Res. 13, 315-321, **2006**.

Jerbane Mohamed, Fonctionnalisation chimique du bois par trans esterification des esters de phénol, thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, **2009**.

Joseph Kuruvilla, **Filho** Romildo Dias Tolêdo, **James** Beena, **Thomas** Sabu and **Hecker** Laura de Carvalho, A review on sisal fiberreinforcedpolymer composites, Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental, 3(3), 367-379, **1999**.

Kaci M., **Djidjelli** H., **Boukerrou** A., **Zaidi** L., Effect of wood filler treatment and EBAGMA compatibilizer on morphology and mechanical properties of low density polyethylene/olive husk flour composites, eXPRESS Polymer Letters, 4676473, **2007**.

Karmarkar Ajay, **Chauhan** S.S., **Modak** Jayant M., **Chanda** Manas, Mechanical properties of wood fiber reinforced polypropylene composites: Effect of a novel compatibilizer with isocyanate functional group, Composites Part A 38, 2276233, **2007**.

Kennedy J.F., **Phillips** G.O., **Wedlock** D.J., and **Williams** P.A., cellulose and its derivatives, Ellis Harwood Publishers, **1987**.

Khalf A.I., **Ward** A.A., Use of rice husks as potential filler in styrene butadiene rubber/linear low density polyethylene blends in the presence of maleic anhydride, Materials and Design 31, 241462421, **2010**.

Kuhad Ramesh Chander, **Mehta** Girja, **Gupta** Rishi, **Krishna** Kant Sharma, Fed Batch enzymatic saccharification in the hydrolysates and eventually the ethanol fermentation by *saccharomyces cerevisiae*, Biomass and bioenergy 34, 1189-1194, **2010**.

Lai C.Y., **Sapuan** S.M., **Ahmed** M. et **Yahya** N., Mechanical and electrical properties of coconut coir fibre reinforced polypropylene composites, Polymer Pastic Technology and Engineering 44, 619-632, **2005**.

Le Thai-Hung, Rhéologie et microstructures des matériaux composites à matrice polymère thermodurcissable chargée minéralement et renforcée par des fibres de verre, thèse de doctorat, université Josef Fourier - Grenoble I, **2008**.

Le Baillif, M. et Oksman, K., The influence of the extrusion process on bleached pulp fiber and its composites, Proc. Progress in Wood & Biofibre Plastic Composites conference, Toronto, Canada **2006**.

Liu X. Y., Dai G. C., Surface modification and micromechanical properties of jute fiber mat reinforced polypropylene composites, Express Polymer Letters 1(5), 2996307, **2007**.

Ly El Hadji Babacar, Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose, thèse de doctorat, LØNP Grenoble, **2008**.

Ma Xiaofei, Yu Jiugao, Kennedy John F., Studies on the properties of natural fibers-reinforced thermoplastic starch composites, Carbohydrate Polymers 62, 19624, **2005**.

Mamun Abdullah A., Bledzki Andrzej K., Volk Jürgen, Barley husk and coconut shell reinforced polypropylene composites: The effect of fibre physical, chemical and surface properties, Composites Science and Technology 70, 8406846, **2010**.

Mano B., Araújo J.R., Spinacé M.A.S., De Paoli M.A., Polyolefin composites with curaua fibres: Effect of the processing conditions on mechanical properties, morphology and fibres dimensions, Composites Science and Technology 70, 29635, **2010**.

Meireles Carla da Silva, Filho Guimes Rodrigues, Ferreira Moacir Fernandes Jr., Cerqueira Daniel Alves, Assunção Rosana Maria Nascimento, Ribeiro Elaine Angélica Mundim, Poletto Patricia, Zeni Mara, Characterization of asymmetric membranes of cellulose acetate from biomass Newspaper and mango seed, Carbohydrate Polymers 80, 954 - 961, **2010**.

Michaud Franck, Rhéologie de panneaux composites Bois/Thermoplastiques sous chargement thermomécaniques : Aptitude au postformage, Thèse de doctorat, université Bordeaux I, **2003**.

Migneault Sebastien, Koubaa Ahmed, Erchiqui Fouad, Chaala Abdelkader, Englund Karl, Wolcott Michael P., Effects of processing method and fiber size on the structure and properties of woodóplastic composites, Composites: Part A 40, 80685, **2009**.

Mondragon I., Arbelaiz A., Fernandez B., Ramos J.A., Thermal and crystallization studies of short flax fibre reinforced polypropylene matrix composites: Effect of treatments, *Thermochimica Acta* 440, 1116121, **2006**.

Mulinari Daniella Regina, Voorwald Herman J.C., Cioffi Maria Odila H, da Silva Maria Lúcia C.P., da Cruz Tessie Gouvêa, Saron Clodoaldo, Sugarcane bagasse cellulose/HDPE composites obtained by extrusion, *Composites Science and Technology* 69, 2146219, **2009**.

Mwaikambo L.Y. et Ansell M.P., The effect of chemical treatment on the properties of hemp, sisal, jute and kapok for composite reinforcement, *Die Angewandte Makromolekulare Chemie*, 108-116, **1999**.

Nassar M.A., Abdelwahab N.A., Elhalawany N.R., Contributions of polystyrene to the mechanical properties of blended mixture of old newspaper and wood pulp, *Carbohydrate Polymers*, 76, 4176421, **2009**.

Noel Marion, Elaboration d'un matériau composite innovant à base de bois et de biopolymère d'acide lactique, thèse de doctorat, université Henri Poincaré ó Nancy 1, **2007**.

Nourbakhsh Amir, Ashori Alireza, Performance properties of microcrystalline cellulose as a reinforcing agent in wood plastic composites, *Composites: Part B*, **2010**.

Nygård P., Tanem B.S., Karlsen T., Brachet P., Leinsvang B., Extrusion-based wood fibre/PP composites: Wood powder and pelletized wood fibres ó a comparative study, *Composites Science and Technology* 68, 341863424, **2008**.

Oujai S., Shanks R.A., Composition, structure and thermal degradation of hemp cellulose after chemical treatments, *Polymer Degradation and Stability* 89, 327- 335, **2005**.

Panaiteescu Denis Mihaela, Iorga Michaela, Vuluga Zina, Donescu Dan, Dan Maria, Serban Sever et Florea Dorel, L'effet de l'interface dans les composites de fibres naturelles et de matière plastique, *Revue Roumaine de Chimie* 52(4), 4096414, **2007**.

Panayiotou C., 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, 9656974, **2005**.

Paul A., Joseph K. et Thomas S., effect of surface treatments on the electrical properties of low density polyethylene composites reinforced with short sisal fibers, *Composites Science Technology* 51, 67-79, **1997**.

Pelach M.A., Pastor F.J., Puig J., Vilaseca F., Mutje P., Enzymic deinking of old newspapers with cellulose, *Process Biochemistry* 38, 1063-1067, **2003**.

Pisanova E. and Mader E., Acid-base interactions and covalent bonding at fibre matrix interface: contribution to the work of adhesion and measured adhesion strength, *J. Adhesion Sci. Technol.* 14(3), 415-436, **2000**.

Pouteau Charlyse, Baumberger Stéphanie, Cathala Bernard, Dole Patrice, Ligninó polymer blends: evaluation of compatibility by image analysis, *C. R. Biologies*, 327, 935ó 943, **2004**.

Pouzet S., Le Bolay N., Ricard A., Jousse F., Chemical synthesis and microwave properties of polypyrrole in polycarbonate matrix, *Synthetic Metals* 55, 1079-1084, **1993**.

Repellin Vincent, Optimisation des paramètres durée et température d'un traitement thermique du bois. Modifications des propriétés d'usage du bois en relation avec les modifications physicochimiques et ultra structurales occasionnées par le traitement thermique, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne et de l'Université Jean Monnet de Saint-Etienne, **2006**.

Saeki Y., New production processes of polymers, Tokyo: Kogyo Chosakai Publishing, 15643, **1994**.

Saeki Y., Emura J., Technical progress for PVC production, *Prog. Polym., Sci.* 27, 2055-2131, **2002**.

Sanadi A. R. et **Young** R. A., Recycled Newspaper Fibers as Reinforcing Fillers in Thermoplastics: Part I Analysis of Tensile and Impact Properties in Polypropylene, *Journal of reinforced plastics and composites* 13, 55-67, January **1994**.

Satyanarayana Kestur G., **Arizaga** Gregorio G.C., **Wypych** Fernando, Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers An overview, *Progress in Polymer Science* 34 982-1021, **2009**.

Selke Susan E., **Wichman** Indrek, Wood fiber/polyolefin composites, *Composites: Part A* 35, 321-326, **2004**.

Senvaitiene J., **Beganskiene** A., **Kareiva** A., Spectroscopic evaluation and characterization of different historical writing ink, Elsevier, *Vibrational spectroscopy* 37, 61-67, **2005**.

Seyni Abdoulaye, Propriétés physico-chimiques et d'usage de matériaux composites à charge dégradable produits par Co-broyage, thèse de doctorat, université de Toulouse, **2008**.

Shakeri Alireza & **Ghasemian** Ali, Water Absorption and Thickness Swelling Behavior of Polypropylene Reinforced with Hybrid Recycled Newspaper and Glass Fiber, Springer Science and Business Media B.V., **2009**.

Sheshmani Shabnam, **Ashori** Alireza, Hybrid composites made from recycled materials: Moisture absorption and thickness swelling behavior, *Bioresource Technology* 101, 4717-4720, **2010**.

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**.

Smita Mohanty, **Sushil** K. Verma, **Sanjay** K. Nayak, Dynamic mechanical and thermal properties of MAPE treated jute/HDPE composites, *Composites Science and Technology* 66 538-547, **2006**.

Sombatsompop N., Chaochanchaikul K., Phromchirasuk C., Thongsang S., Effect of wood sawdust content on rheological and structural changes, and thermo-mechanical properties of PVC/sawdust composites, *Polym., Int.* 52, 1847-1855, **2003**.

Stark N. M., Matuana L. M. et Clemons C. M., Effect of processing method on surface and weathering characteristics of wood flour/HDPE composites. *Journal of Applied Polymer Science* 93, 102161030, **2004**.

Stauder F., Les fibres naturelles dans les matériaux composites, fiche technique, n°60, septembre **2007**.

Stinga Nicoleta Camelia, Utilisation de la chimie chromatogénique pour la conception et la réalisation de matériaux celluloseux barrières à l'eau, aux graisses et aux gaz, thèse de doctorat à l'Université Joseph Fourier à Grenoble 1, **2008**.

Sun R.C., Sun X.F., fractional and structural characterization of hemicelluloses isolated by alkali and alkaline peroxide from barley straw, *carbohydrate polymers* 49,415-423, **2002**.

Suryanegara Lisman, Nakagaito Antonio Norio, Yano Hiroyuki, The effect of crystallization of PLA on the thermal and mechanical properties of micro-brillated cellulose-reinforced PLA composites, *Composites Science and Technology* 69, 118761192, **2009**.

Thielemans Wim, Babacar Ly, Dufresne Alain, Belgacem Naceur, Vivier F., les polymères : COMPORTEMENT MECANIQUE & SYNTHÈSE, Mines Paris, **2006**.

Trotignon J.P., Verdu J., Dobraczynski A., Piperaud M., Matières plastiques structure, propriétés, mise en œuvre, normalisation, Edition Nathan, France, **1996**.

Tserki V., Matzinos P., Kokkou S., Panayiotou C., Novel biodegradable composites based on treated lignocellulosic wasteflour as filler. Part I. Surface chemical modification and characterization of wasteflour, *Composites: Part A* 36, 9656974, **2005**.

Van de Weyenberg I., Truong Chi T., Vangrimde B. et Verpoest I., Improving the properties of UD flax fibre reinforced composites by applying an alkaline fibre treatment, *Composites Part A* 37, 1368-1376, **2006**.

Vilaseca F., M'endez J.A., L'opez J.P., Vallejos M.E., Barber`a L., P`elach M.A., Turon X., Mutj`e P., Recovered and recycled Kraft fibers as reinforcement of PP composites, *Chemical Engineering Journal* 138, 5866595, **2008**.

Vivier F., Les polymers ó comportement m´ecanique et synth`ese, IUT Cr´eteil ó Vitry Mesures, 2 ó 30, **2006**.

Wang H., Sheng K., Adl M., Qian X., Impact Response of Bamboo-Plastic Composites with the properties of Bamboo and Polyvinylchloride (PVC), *J. Bionic. Eng. Suppl.* 5, 28-33, **2008**.

Wang H., Sheng K.C., Lan T., Adl M., Qian X.Q., Zhu S.M., Role of surface treatment on water absorption of poly(vinylchloride) composites reinforced by phyllostachyspubescens particles, *Composites Science and Technologie* 70, 847 ó 853, **2010**.

Wambua Paul, Ivens Jan, Verpoest Ignaas, Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics, *Composites Science and Technology*, 63, 125961264, **2003**.

Wielage B., Lampke T., Marx G., Nestler K. and Starke D., Thermogravimetric and differential scanning calorimetric analysis of naturalfibres and polypropylene, *ThermochimicaActa* 337, 169-177, **1999**.

Wu Chao-Hsiung, Chan Ching-Yuang , Tseng Chao-Heng, Lin Jyh-Ping, Pyrolysis product distribution of waste newspaper in MSW, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis* 67, 41653, **2003**.

Yang H.S., Wolcott M.P., Kim H.S. and Kim H.J., Thermal properties of lignocellulosic filler-thermoplastic polymer bio-composites, *ournal of Thermal Analysis and Calorimetry* 82, 1576160, **2005**.

Yang Han-Seung, Kim Hyun-Joong, Park Hee-Jun, Lee Bum-Jae, Hwang Taek-Sung, Water absorption behavior and mechanical properties of lignocellulosic fillerópolyolefin bio-composites, *Composite Structures* 72, 4296437, **2006**.

Yersin Jean-Robert, d´etermination des propri´et´es et application des composites, Rapport d'activit´e scientifique, Lausanne, p.10, **2009**.

Yildiz S., Gezer E.D., Yildiz U.C., Mechanical and chemical behavior of spruce wood modified by heat, *Build. Environ.* 41(12), 1762-1766, **2006**.

Zafeiropoulos N.E., Tserki V., Simon F. et Panayiotou C., A study of the effect of acetylation and propionylation surface treatments on natural fibres, *Composites Part A* 36, 1110-1118, **2005**.

Zhang Y., Lu X., Pizzi A., Delmotte L., Wheat straw particleboard bonding improvements by enzyme pre-treatment., *Holz als Rohund Werkstoff* 61, 49-54, **2003**.

Zheng Yu-Tao, Cao De-Rong, Wang Dong-Shan, Chen Jiu-Ji, Study on the interface modification of bagasse fibre and the mechanical properties of its composite with PVC, *Composites: Part A* 38, 2062-2065, **2007**.

ANNEXES

Annexes

A.1. Résultats d'analyse thermique (ATG-DTG) de la fibre de papier journal.

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	--

A.2. Résultats du test densité

Formulations	Densité
F₀	1,26
F₁₀ B	1,27
F₂₀ B	1,29
F₃₀ B	1,28
F₄₀ B	1,29
F₁₀ D	1,26
F₂₀ D	1,27
F₃₀ D	1,27
F₄₀ D	1,27

A.3. Résultats des tests d'absorption d'eau

Formulations	Temps (jours)	M _i	M _f	Abs (%)
F ₀	0	1,2184	--	0
	1		1,2187	0,0246
	2		1,2190	0,0492
	3		1,2190	0,0492
	4		1,2191	0,0492
	5		1,2192	0,0656
	6		1,2193	0,0739
	7		1,2194	0,0821
	8		1,2195	0,0903
	9		1,2196	0,0985
	10		1,2196	0,0985
	11		1,2196	0,0985
	14		1,2196	0,0985
	15		1,2196	0,0985
	16		1,2196	0,0985
	17		1,2196	0,0985
	19		1,2196	0,0985
	20		1,2196	0,0985
	21		1,2196	0,0985
	22		1,2196	0,0985
	23		1,2196	0,0985
	24		1,2196	0,0985

	27		1,2196	0,0985
	28		1,2196	0,0985
	29		1,2196	0,0985
	31		1,2196	0,0985
	34		1,2196	0,0985
	36		1,2196	0,0985
	37		1,2196	0,0985
	43		1,2196	0,0985
	50		1,2196	0,0985
	56		1,2196	0,0985
	0		--	0
	1		1,1192	0,8101
	2		1,1210	0,9092
	3		1,1248	1,2512
	4		1,1256	1,3233
	5		1,1280	1,5393
	6		1,13	1,7193
	7		1,1301	1,7283
	8		1,1343	2,1064
	9		1,1349	2,1604
	10		1,1349	2,1604
	11		1,1358	2,2414
	14		1,1383	2,4665
	15	1,1109	1,1391	2,5385
	16		1,1394	2,5655
	17		1,1401	2,6285
F_{10B}				

	19		1,1409	2,7005
	20		1,1415	2,7545
	21		1,1418	2,7815
	22		1,1422	2,8175
	23		1,1432	2,9076
	24		1,1435	2,9346
	27		1,1436	2,9436
	28		1,1443	3,0066
	29		1,1452	3,0876
	31		1,1452	3,0876
	34		1,1453	3,0966
	36		1,1471	3,2586
	37		1,1479	3,3306
	43		1,1475	3,2946
	50		1,1514	3,6547
	56		1,1520	3,6997
F₂₀B	0	1,1529	--	0
	1		1,1782	2,1944
	2		1,1813	2,4633
	3		1,1882	3,0618
	4		1,1924	3,4261
	5		1,1975	3,8685
	6		1,2030	4,3456
	7		1,2034	4,3803
	8		1,2056	4,5711
	9		1,2075	4,7359

	10		1,2115	5,0828
	11		1,2127	5,1869
	14		1,2174	5,5946
	15		1,2194	5,7681
	16		1,2203	5,8461
	17		1,2213	5,9329
	19		1,2223	6,0196
	20		1,2226	6,0456
	21		1,2229	6,0716
	22		1,2247	6,2278
	23		1,2259	6,3319
	24		1,2256	6,3356
	27		1,2260	6,3405
	28		1,2267	6,4012
	29		1,2275	6,4706
	31		1,2282	6,5313
	34		1,2286	6,5661
	36		1,2290	6,6007
	37		1,2299	6,6788
	43		1,2299	6,6788
	50		1,2307	6,7482
	56		1,2321	6,6896
	0		--	0
F₃₀B	1		1,4079	4,15
	2		1,4283	5,6591
	3		1,4499	7,2569

	4		1,4618	7,2569
	5		1,4737	8,1373
	6		1,4861	9,0176
	7		1,4883	9,9349
	8		1,4991	10,0976
	9		1,5055	10,8966
	10		1,5160	11,37
	11		1,5190	12,1468
	12		1,5283	
	15	1,3518	1,5309	13,0567
	16		1,5341	13,249
	17		1,5350	13,4857
	19		1,5362	13,5523
	20		1,5387	13,6411
	21		1,5400	13,826
	22		1,5410	13,9222
	23		1,5427	13,9961
	24		1,5450	14,1219
	27		1,5466	14,292
	28		1,5477	14,4104
	29		1,5486	14,4918
	31		1,5527	14,5584
	34		1,5538	14,8617
	36			14,943
	37		1,5567	15,1576
	43		1,5587	15,3055

	50		1,5603	15,4239
	56		1,5635	15,6606
F₄₀B	0		--	0
	1		1,4611	9,0454
	2		1,4870	10,9784
	3		1,5164	13,1726
	4		1,5225	13,6279
	5		1,5426	15,128
	6		1,5529	15,8967
	7		1,5534	15,934
	8		1,5593	16,3744
	9		1,5618	16,5609
	10		1,5695	17,1356
	11		1,5703	17,1953
	14		1,5710	17,2476
	15		1,5728	17,3819
	16		1,5684	17,0535
	17	1,3399	1,5687	17,0759
	19		1,5690	17,0983
	20		1,5693	17,1207
	21		1,5696	17,1431
	22		1,5721	17,3296
	23		1,5752	17,561
	24		1,5772	17,7103
27		1,5786	17,8148	
28		1,5800	17,9192	

	29		1,5812	18,009
	31		1,5823	18,091
	34		1,5831	18,1506
	36		1,5840	18,2178
	37		1,5857	18,3446
	43		1,5875	18,479
	50		1,5904	18,6954
	56		1,5918	18,8
	0		--	0
	1		1,1913	1,0175
	2		1,1934	1,1956
	3		1,1964	1,45
	4		1,1974	1,5348
	5		1,1987	1,645
	6		1,1995	1,7129
	7		1,2012	1,857
	8		1,2037	2,069
	9		1,2055	2,2217
	10		1,2067	2,3234
	11		1,2072	2,3658
	14		1,2076	2,3997
	15		1,2083	2,4591
	16		1,2092	2,5354
	17	1,1793	1,2095	2,5608
	19		1,2096	2,5693
	20		1,2098	2,5863
F₁₀D				

	21		1,2105	2,6456
	22		1,2108	2,6711
	23		1,2125	2,8152
	24		1,2126	2,8237
	27		1,2126	2,8237
	28		1,2128	2,841
	29		1,2131	2,8661
	31		1,2129	2,8491
	34		1,2145	2,9848
	36		1,2151	3,0357
	37		1,2169	3,1883
	43		1,2174	3,2307
	50		1,2186	3,3325
	56		1,2199	3,4427
	0		--	0
	1		1,6500	1,7702
	2		1,6552	2,0909
	3		1,6605	2,4178
	4		1,6695	2,9729
	5		1,6722	3,1394
	6		1,6779	3,491
	7		1,6807	3,6637
	8		1,6857	3,9721
	9	1,6213	1,6892	4,188
	10		1,6910	4,299
	11		1,6931	4,4285
F_{20D}				

	14		1,6991	4,7986
	15		1,7020	4,9775
	16		1,7037	5,0823
	17		1,7040	5,1008
	19		1,7077	5,329
	20		1,7083	5,3661
	21		1,7097	5,4524
	22		1,7105	5,5017
	23		1,7133	5,6744
	24		1,7139	5,7114
	27		1,7169	5,8965
	28		1,7170	5,9212
	29		1,7173	5,9212
	31		1,7180	5,9643
	34		1,7199	6,0815
	36		1,7245	6,3653
	37		1,7253	6,4146
	43		1,7268	6,5071
	50		1,7295	6,6737
	56		1,7323	6,8464
	0		--	0
F_{30D}	1	1,0089	1,0507	4,1431
	2		1,0560	4,6684
	3		1,0691	5,9669
	4		1,0714	6,1949
	5		1,0795	6,9977

	6		1,0816	7,2039
	7		1,0866	7,7015
	8		1,0917	8,207
	9		1,0943	8,465
	10		1,0955	8,5836
	11		1,0963	8,663
	14		1,1003	9,0594
	15		1,1015	9,1783
	16		1,1020	9,2278
	17		1,1024	9,2675
	19		1,1029	9,3171
	20		1,1044	9,4657
	21		1,1048	9,5054
	22		1,1052	9,545
	23		1,1053	9,555
	24		1,1065	9,674
	27		1,1078	9,8027
	28			
	29		1,1115	10,1695
	31		1,1124	10,2587
	34		1,1139	10,4074
	36		1,1144	10,457
	37		1,1151	10,4335
	43		1,1161	10,6254
	50		1,1171	10,7245
	56		1,1208	11,0913

F_{40D}	0	1,6881	--	0
	1		1,8002	6,6406
	2		1,8181	7,7001
	3		1,8470	9,4195
	4		1,8523	9,7269
	5		1,8706	10,8111
	6		1,8830	11,5455
	7		1,8873	11,8002
	8		1,8973	12,3926
	9		1,9030	12,7303
	10		1,9078	13,0146
	11		1,9095	13,1153
	14		1,9145	13,4115
	15		1,9163	13,5182
	16		1,9184	13,6425
	17		1,9190	13,6781
	19		1,9197	13,7196
	20		1,9204	13,767
	21		1,9207	13,7788
	22		1,9211	13,8025
	23		1,9241	13,9802
	24		1,9260	14,093
	27		1,9282	14,2231
	28		1,9300	14,33
	29		1,9320	14,4482
	31		1,9345	14,5963

	34		1,9366	14,7207
	36		1,9373	14,7622
	37		1,9383	14,8214
	43		1,9403	14,94
	50		1,9415	15,011
	56		1,9459	15,2716

A.3. Résultats de la caractérisation mécanique

A.3.1. Test de traction

Formulations	Résistance à la traction					moy
	Essai					
F₀	25,70	27,23	27,15	27,66	27,95	27,14
F₁₀ B	16,60	16,31	15,95	15,82	15,20	15,98
F₂₀ B	15,52	15,37	15,76	15,52	15,98	15,63
F₃₀ B	15,56	17,53	13,94	17,53	13,66	15,64
F₄₀ B	11,21	12,14	7,46			9,90
F₁₀ D	16,60	16,31	15,95			15,73
F₂₀ D	17,81	13,92	17,54			16,64
F₃₀ D	15,90	17,13	17,93	16,56	17,62	17,23
F₄₀ D	11,21	12,14	7,40			10,25

Formulations	Allongement à la rupture					moy
	Essai					
F₀	152,64	177,00	163,38	178,77	176,90	169,74
F₁₀ B	53,75	48,20	56,79	50,43	40,25	49,86
F₂₀ B	6,61	7,94	5,09	7,34	6,96	6,79
F₃₀ B	5,34	4,60	4,52	4,51	4,54	4,54
F₄₀ B	3,35	3,56	2,12			3,29
F₁₀ D	55,31	37,55	57,47			50,11
F₂₀ D	14,11	13,62	14,53			14,08
F₃₀ D	4,22	5,11	3,65	3,68	2,88	3,91
F₄₀ D	3,35	3,86	2,21			3,11

Formulations	Module de Young					
	Essai					moy
F₀	440,31	423,23	371,51	465,55	379,97	417,11
F₁₀ B	546,23	523,51	420,18	644,91	565,34	540,04
F₂₀ B	482,45	603,45	480,33	446,01		503,05
F₃₀ B	611,214	504,94	460,49	569,31	617,36	556,17
F₄₀ B	529,98	455,11	401,49			515,87
F₁₀ D	508,36	659,93	526,81			565,03
F₂₀ D	652,27	821,56	705,79			775,94
F₃₀ D	890,15	652,67	652,67	697,77	659,14	767,52
F₄₀ D	425,98	455,11	401,49			462,19

A.3.1. Dureté shore D

Formulations	Dureté
F₀	60
F₁₀ B	65
F₂₀ B	65
F₃₀ B	65
F₄₀ B	70
F₁₀ D	65
F₂₀ D	65
F₃₀ D	65
F₄₀ D	70

A.4. Résultats de la caractérisation thermiques des composites

F ₀			F ₁₀ B			F ₁₀ D		
T (°C)	TG (%)	DTG (%/min)	T (°C)	TG (%)	DTG (%/min)	T (°C)	TG (%)	DTG (%/min)
10,6000	99,9410		8,5	98,692		69,6	97,182	
10,6000	99,8680	-0,2918	8,5	98,335	-0,4437	65,3	96,94	-0,0619
10,6000	99,8680	-0,1016	8,5	98,098	-0,3327	61,5	96,86	-0,0254
10,6000	99,8240	-0,0397	8,5	97,86	-0,2704	57,7	96,779	-0,0217
10,5000	99,8240	8,0000e-3	8,5	97,622	-0,2535	54,2	96,645	-0,0180

10,3000	99,7810	0,2724	8,7	97,384	-0,2337	50,9	96,377	-0,0117
10,1000	99,7810	0,7772	8,5	97,365	-0,1512	47,9	96,35	0,0584
10,3000	99,8830	1,1037	8,7	97,107	0,4447	44,9	96,243	0,2330
12,1000	100,0000	1,0868	9,5	97,86	1,478	42,2	96,216	0,3924
17,2000	100,0000	0,8532	14,8	99,762	1,6459	39,8	96,135	0,4292
26,4000	100,0000	0,5839	25,8	100	0,7176	38	96,618	0,3635
37,8000	100,0000	0,3545	41,1	100	-0,3369	40,4	97,665	0,2551
50,9000	100,0000	0,1782	57,2	100	-0,7868	47,8	98,631	0,1433
64,3000	100,0000	0,0791	73,2	99,445	-0,6304	59,3	99,302	0,0360
77,4000	100,0000	0,0628	87,3	99,049	-0,3275	73,3	99,597	-0,0466
89,2000	100,0000	0,0874	99,3	98,93	-0,1122	88,3	99,705	-0,0841
100,0000	100,0000	0,1201	109,6	98,93	0,025	101,9	99,678	-0,0845
110,1000	100,0000	0,1561	118,7	98,93	0,1157	114,5	99,758	-0,0750
119,4000	100,0000	0,1855	126,7	99,128	0,1634	125,3	99,839	-0,0622
128,3000	100,0000	0,1908	134,7	99,287	0,1829	135,2	99,839	-0,0477
137,1000	100,0000	0,1893	142,9	99,405	0,218	144,5	100	-0,0304
145,9000	100,0000	0,1657	151,4	99,643	0,2357	153,5	100	-0,0159
154,7000	100,0000	0,1160	159,8	99,881	0,228	162,2	100	-0,0166
163,5000	100,0000	0,0388	168,8	100	0,1972	171,1	100	-0,0326
172,6000	100,0000	-0,0619	177,9	100	0,1547	180,1	100	-0,0661
181,7000	100,0000	-0,1777	187	100	0,1123	188,7	100	-0,1285
190,7000	100,0000	-0,3518	195,9	100	0,0303	197,3	100	-0,2253
199,5000	100,0000	-0,6033	204,8	100	-0,0772	206,1	99,678	-0,3641
208,4000	100,0000	-0,9261	213,5	100	-0,2037	214,8	99,114	-0,5582
217,2000	100,0000	-1,3629	222,2	100	-0,3838	223,3	98,229	-0,8344
225,7000	100,0000	-2,0760	230,8	99,643	-0,6595	231,8	97,021	-1,2261
234,3000	99,7370	-3,9772	239,5	98,93	-1,0243	240,4	95,491	-1,8281
242,8000	97,1920	-6,9695	248,1	97,979	-1,4738	248,8	93,559	-3,8440
250,6000	89,0160	-8,1622	256,5	96,472	-2,0033	257,1	91,063	-6,9614
258,8000	79,2750	-8,3383	264,9	94,61	-2,5895	265,6	87,923	-8,4737
267,1000	64,0630	-9,7368	273,2	92,152	-3,1959	273,9	83,977	-10,1149
275,9000	51,4700	-9,9778	281,5	89,298	-3,869	282,2	78,959	-10,5980
284,7000	45,2100	-7,8815	289,7	85,811	-4,6693	290,5	72,732	-8,7291
293,5000	41,5970	-5,3389	298,2	81,57	-5,6355	298,9	65,217	-5,9765
302,1000	39,4620	-3,4300	306,3	76,417	-6,8729	307,2	56,495	-3,7151
310,5000	38,2190	-2,9080	314,5	70,115	-8,394	315,4	47,746	-2,1495
319,0000	37,6480	-1,1616	322,8	62,426	-9,5281	323,7	40,982	-1,1479
327,3000	37,4430	-0,5879	330,9	53,904	-8,6628	331,8	37,064	-0,5987
335,4000	37,3410	-0,3090	339,1	47,404	-5,4273	340,1	35,507	-0,3811
343,3000	37,2970	-0,2271	347,3	44,828	-2,2269	348,5	34,702	-0,3469
351,3000	37,2090	-0,2314	355,5	44,114	-0,8177	356,7	34,004	-0,4006

359,2000	37,1220	-0,2749	363,7	43,639	-0,5205	364,7	33,387	-0,5160
367,2000	36,9900	-0,3832	371,8	43,282	-0,4735	372,9	32,85	-0,7207
375,2000	36,7850	-0,5993	379,9	42,925	-0,4433	380,9	32,313	-1,0540
383,1000	36,4630	-0,9357	387,8	42,568	-0,4037	389	31,857	-1,4764
391,2000	35,8930	-1,3324	395,9	42,212	-0,3651	397,1	31,401	-1,8714
399,2000	34,9280	-1,7347	403,9	41,934	-0,3341	405,1	30,998	-2,0994
407,2000	33,5530	-1,9849	411,9	41,696	-0,3105	413	30,676	-2,1231
415,0000	31,7680	-1,9474	419,9	41,379	-0,2973	421	30,354	-2,0311
422,5000	29,4130	-1,7584	427,9	41,181	-0,2712	428,9	30,032	-1,8346
430,3000	27,2780	-1,4755	435,8	40,983	-0,2389	436,9	29,764	-1,4993
438,0000	25,1430	-1,0979	443,8	40,785	-0,2253	444,8	29,549	-1,0849
445,5000	24,1330	-0,7565	451,7	40,587	-0,2249	452,9	29,227	-0,7005
453,1000	23,5190	-0,5063	459,8	40,388	-0,2166	460,7	29,012	-0,4252
460,7000	23,0800	-0,3213	467,6	40,19	-0,2024	468,5	28,824	-0,2586
468,5000	22,7290	-0,2096	475,4	40,071	-0,1787	476,3	28,583	-0,1652
476,3000	22,5100	-0,1631	483,6	39,952	-0,1652	484,3	28,341	-0,1157
484,2000	22,3340	-0,1403	491,9	39,715	-0,1617	492,2	28,261	-0,0888
492,2000	22,1590	-0,1330	500,3	39,675	-0,1616	500,1	28,073	-0,0760
500,1000	22,0420	-0,1330	508,4	39,516	-0,1627	508	27,939	-0,0661
508,1000	21,9390	-0,1320	516,4	39,477	-0,1669	515,9	27,858	-0,0535
516,3000	21,8960	-0,1357	524	39,239	-0,1596	523,6	27,697	-0,0392
524,7000	21,8080	-0,1373	531,6	39,12	-0,1346	531,4	27,617	-0,0308
533,3000	21,7200	-0,1320	539,3	39,001	-0,1199	539,2	27,536	-0,0275
541,8000	21,6760	-0,1182	547	38,882	-0,113	547	27,456	-0,0225
550,2000	21,6030	-0,1222	554,6	38,882	-0,1488	554,8	27,429	-0,0194
558,7000	21,5450	-0,1154	562,3	38,644	-0,1689	562,6	27,375	-0,0229
567,0000	21,4570	-0,1062	569,8	38,526	-0,1433	570,6	27,375	-0,0223
575,4000	21,4570	-0,0923	577	38,407	-0,1523	578,4	27,348	-0,0196
583,2000	21,3690	-0,0591	584,6	38,288	-0,17	586,3	27,295	-0,0192
590,6000	21,3250	-0,0243	592,5	38,169	-0,1968	594,1	27,241	-0,0192
598,1000	21,2370	1,8000e- 3	600,5	37,931	-0,2423	602	27,214	-0,0157
606,1000	21,1930	4,6000e- 3	608,5	37,812	-0,3317	609,8	27,053	-0,0297
614,1000	21,1060	0,0200	616,4	37,416	-0,3981	617,6	26,999	-0,1068
622,2000	21,0180	0,0545	624,5	37,099	-0,4176	625,4	26,946	-0,1231
630,2000	20,9740	0,0573	632,4	36,742	-0,3943	633,2	26,812	-0,0533
638,2000	20,8860	0,0643	640,4	36,385	-0,2632	641	26,651	-0,0308
646,0000	20,7990	0,0936	648,3	36,266	-0,0876	648,9	26,49	-0,0329
654,0000	20,7550	0,0942	656,1	36,266	-0,0084	656,7	26,329	-0,3260
662,0000	20,6670	0,0905	664,1	36,306	0,0045	664,7	26,167	-0,0325

670,0000	20,6080	0,0905	671,9	36,266	-0,0094	672,5	26,087	-0,0356
677,8000	20,5350	0,0853	679,6	36,306	-0,0115	680,3	25,926	-0,0418
685,5000	20,4480	0,0822	687,3	36,266	0,007	688,2	25,738	-0,0524
693,3000	20,3600	0,0782	695,2	36,266	-1,00E-03	696,1	25,604	-0,0592
701,1000	20,2720	0,0776	703,1	36,147	-0,0136	704	25,443	-0,0669
708,8000	20,1840	0,0702	711,1	36,266	-0,0167	711,9	25,362	-0,0746
716,7000	20,0970	0,0572	719,1	36,266	-0,0198	719,6	25,201	-0,0848
724,5000	20,0090	0,0489	727	36,147	-0,0157	727,1	25,121	-0,1018
732,2000	19,9210	0,0323	735	36,266	-0,0285	734,6	24,906	-0,1144
740,0000	19,8040	0,0215	742,8	36,187	-0,0337	742,5	24,799	-0,1266
748,0000	19,7020	0,0280	750,5	36,147	-0,0229	750,5	24,638	-0,1401
756,0000	19,5700	0,0231	758,1	36,147	-0,0278	758,5	24,423	-0,1479
763,9000	19,3940	- 1,5000e- 3	765,8	36,147	-0,0862	766,3	24,262	-0,1544
771,8000	19,2190	-0,0218	773,4	36,029	-0,1033	774,2	24,074	-0,1617
779,7000	18,9560	-0,0295	781,2	35,989	-0,0796	782,2	23,859	-0,1657
787,8000	18,6920	-0,0505	789,2	35,91	-0,0803	790,3	23,698	-0,1711
795,9000	18,4290	-0,0800	797,2	35,791	-0,0928	798,4	23,51	-0,1763
804,1000	18,1220	-0,0924	805	35,672	-0,1032	806,5	23,296	
812,1000	17,8440	-0,1225	812,6	35,672	-0,1012	814,6	23,07	-0,0619
819,9000	17,5520	0,1394	820,2	35,553		822,5	22,705	-0,0254

F₂₀ B			F₂₀ D		
T (°C)	TG (%)	DTG (%/min)	T (°C)	TG (%)	DTG (%/min)
7,7	99,661	-	16,3	99,631	-
7,7	99,593	-0,1304	15,8	99,596	-0,1092
7,7	99,593	-0,0244	15,5	99,579	-0,0494
7,7	99,593	-0,0262	15,0	99,509	-0,0449
7,7	99,570	-0,0274	14,7	99,473	-0,0081
7,7	99,525	-0,0185	14,4	99,473	0,0974
7,7	99,525	0,1156	14,5	99,631	0,2401
7,9	99,638	0,5690	16	99,895	0,3563
9,8	100	0,9945	19,1	100,211	0,4139
16,4	101	0,9425	24,2	100,579	0,4103
27,4	100	0,5878	31,4	100,913	0,3447
41,4	100	0,2359	40,8	101,211	0,2514
55,7	100	-0,0000	50,9	101,334	0,1562
69,9	100	-0,1112	62,0	101,422	0,0719

83,0	100	-0,1197	73,7	101,474	0,0134
94,5	100	-0,0667	85,2	101,436	-0,0106
104,8	100	0,0010	96,0	101,457	-0,0065
114,5	100	0,0506	106,6	101,474	0,0088
123,4	100	0,0778	116,9	101,439	0,0277
132,2	100	0,0937	126,3	101,474	0,0427
141	100	0,0977	135,6	101,527	0,0517
149,8	100	0,0863	144,9	101,580	0,0560
158,4	100	0,0551	153,9	101,632	0,0528
167,2	100	0,0006	162,7	101,685	0,0245
176,1	100	-0,0783	171,8	101,668	-0,0219
184,9	100	-0,0268	180,8	101,632	-0,0902
193,5	100	-0,3228	189,6	101,527	-0,1890
202,3	100	-0,5137	198,3	101,316	-0,3430
211,0	100	-0,7700	207,2	100,948	-0,5785
219,7	100	-1,1303	215,9	100,369	-0,9026
228,4	100	-1,7615	224,6	99,473	-1,3259
237,1	98,850	-3,5578	233,3	98,192	-1,9829
245,7	94,094	-6,4643	242,0	96,314	-3,9795
254,0	86,694	-7,8245	250,5	91,890	-6,9094
262,5	80,606	-8,1538	258,9	84,466	-8,0054
270,8	73,591	-9,4734	267,4	78,357	-8,7715
278,9	64,585	-9,8530	275,7	70,265	-10,6590
287,2	56,619	-7,9152	284,0	60,172	-10,9607
295,6	51,324	-5,2846	292,4	51,448	-8,7470
303,9	47,952	-3,3303	301,0	45,533	-5,8697
312,1	45,870	-2,0281	309,3	41,829	-3,6255
320,3	44,671	-1,1464	317,6	39,600	-2,0768
328,4	43,992	-0,6046	325,9	38,459	-1,0818
336,5	43,720	-0,3454	333,9	37,897	-0,5357
344,4	43,449	-0,2662	341,7	37,599	-0,3127
352,4	43,245	-0,2656	349,7	37,406	-0,2707
360,4	43,041	-0,3077	357,4	37,177	-0,3129
368,4	42,770	-0,3805	365,4	36,862	-0,4190
376,4	42,408	-0,5008	373,3	36,493	-0,6062
384,5	41,955	-0,6898	381,4	35,896	-0,9165
392,5	41,276	-1,0523	389,3	34,966	-1,3331
400,3	40,281	-1,6313	397,3	33,702	-1,7587
408,2	38,470	-1,9295	405,2	32,052	-2,0602
416,2	36,931	-1,8062	412,9	30,226	-2,1623
424,2	35,528	-1,6410	420,4	28,401	-2,0964

432,1	34,193	-1,4433	428,0	26,698	-1,8899
439,9	33,062	-1,1732	435,8	25,224	-1,5636
447,9	32,247	-0,8951	443,7	24,118	-1,1850
456,1	31,613	-0,6660	452,0	23,275	-0,8167
464,2	31,093	-0,4853	460,5	22,749	-0,5132
472,1	30,776	-0,3222	469,1	22,433	-0,3038
480,2	30,959	-0,1925	477,6	22,275	-0,1800
488,3	30,482	-0,1155	486,1	22,117	-0,1160
496,3	30,414	-0,0735	494,3	22,064	-0,0856
504,2	30,369	-0,441	502,5	21,976	-0,0654
512,3	30,346	-0,0256	510,7	21,959	-0,0508
520,2	30,346	-0,0206	518,9	21,906	-0,0440
528,2	30,346	-0,0276	527,0	21,854	-0,0442
536	30,278	-0,0423	535,2	21,801	-0,0457
543,7	30,210	-0,0625	543,2	21,801	-0,0428
551,3	30,210	-0,0860	551,2	21,766	-0,0283
559,1	30,075	-0,0941	559,2	21,696	-0,0370
567,0	30,075	-0,0913	567,0	21,661	-0,0744
574,8	29,939	-0,0929	574,9	21,608	-0,0776
582,5	29,871	-0,0935	582,5	21,590	-0,0767
590,3	29,803	-0,0947	589,8	21,538	-0,0844
598,2	29,690	-0,0927	597,2	21,415	-0,0892
606,1	29,667	-0,0935	604,7	21,380	-0,0947
614,0	29,599	-0,0961	612,4	21,274	-0,0907
621,9	29,464	-0,0911	620,5	21,222	-0,0896
629,7	29,396	-0,0959	628,6	21,116	-0,0818
637,6	29,328	-0,1106	636,6	21,064	-0,0642
646,1	29,192	-0,1233	644,6	21,046	-0,0630
654,7	29,124	-0,1268	652,5	20,958	-0,0868
662,9	28,988	-0,1310	660,3	20,906	-0,1042
670,7	28,875	-0,1394	668,0	20,783	-0,1095
678,0	28,785	-0,1393	675,8	20,695	-0,1062
685,5	28,649	-0,1413	683,8	20,625	-0,1025
692,9	28,536	-0,1534	692,1	20,520	-0,1066
700,4	28,377	-0,1650	700,3	20,432	-0,1136
708,1	28,264	-0,1590	708,2	20,326	-0,1133
715,8	28,106	-0,1564	716,1	20,256	-0,1132
723,5	27,970	-0,1697	723,7	20,169	-0,1085
731,3	27,880	-0,1769	731,5	20,063	-0,1116
739,2	27,699	-0,1852	739,3	19,958	-0,1201
747,2	27,563	-0,2031	747,2	19,853	-0,1307

755,3	27,659	-0,2138	755,1	19,747	-0,1418
763,3	27,201	-0,0359	763,0	19,642	-0,1577
771,3	26,952	-0,2728	770,6	19,484	-0,1746
779,1	26,748	-0,2886	778,1	19,326	-0,1815
786,8	26,477	-0,3019	785,7	19,168	-0,1857
794,4	26,273	-0,3079	793,0	19,010	-0,1922
801,7	26,001	-0,3160	800,5	18,852	-0,1962
808,5	25,707	-0,3277	808,0	18,694	-0,1968
815,3	25,458	-	815,6	18,536	-

F₃₀ B			F₃₀ D		
T (°C)	TG (%)	DTG (%/min)	T (°C)	TG (%)	DTG (%/min)
9,6000	99,8950		12,4000	100,0000	
9,5000	99,4040	-0,2918	12,3000	100,0000	-0,0619
9,7000	99,3680	-0,1016	12,1000	100,0000	-0,0254
9,5000	99,3680	-0,0397	11,9000	100,0000	-0,0217
9,5000	99,2630	-0,008	11,6000	100,0000	-0,018
9,3000	99,2630	0,2724	11,4000	100,0000	-0,0117
9,8000	99,6840	0,7772	11,3000	100,0000	0,0584
12,0000	100,0000	1,1037	11,3000	100,0000	0,233
17,0000	100,0000	1,0868	12,7000	100,0000	0,3924
24,8000	100,0000	0,8532	16,7000	100,0000	0,4292
35,0000	100,0000	0,5839	23,8000	100,0000	0,3635
46,4000	100,0000	0,3545	33,6000	100,0000	0,2551
58,2000	100,0000	0,1782	45,3000	100,0000	0,1433
70,2000	100,0000	0,0791	57,7000	100,0000	0,036
81,9000	100,0000	0,0628	70,6000	100,0000	-0,0466
92,6000	100,0000	0,0874	83,2000	100,0000	-0,0841
102,9000	100,0000	0,1201	94,7000	100,0000	-0,0845
112,9000	100,0000	0,1561	105,6000	100,0000	-0,075
122,2000	100,0000	0,1855	116,1000	100,0000	-0,0622
131,3000	100,0000	0,1908	125,7000	100,0000	-0,0477
140,6000	100,0000	0,1893	135,2000	100,0000	-0,0304
149,8000	100,0000	0,1657	144,7000	100,0000	-0,0159
158,7000	100,0000	0,116	153,9000	100,0000	-0,0166
167,6000	100,0000	0,0388	163,0000	100,0000	-0,0326
176,5000	100,0000	-0,0619	172,1000	100,0000	-0,0661

185,1000	100,0000	-0,1777	181,3000	100,0000	-0,1285
193,6000	100,0000	-0,3518	190,2000	100,0000	-0,2253
202,3000	100,0000	-0,6033	199,2000	100,0000	-0,3641
211,1000	100,0000	-0,9261	208,1000	100,0000	-0,5582
219,8000	100,0000	-1,3629	216,9000	99,8050	-0,8344
228,5000	100,0000	-2,076	225,5000	98,9850	-1,2261
237,3000	99,2280	-3,9772	234,1000	97,7620	-1,8281
246,0000	95,1580	-6,9695	242,5000	96,0970	-3,844
254,3000	87,2980	-8,1622	250,4000	91,7510	-6,9614
262,8000	81,1230	-8,3383	258,5000	84,1140	-8,4737
271,0000	73,8950	-9,7368	266,7000	78,0250	-10,1149
279,2000	64,5610	-9,9778	275,0000	70,4400	-10,4374
287,4000	56,7020	-7,8815	283,4000	60,8900	-10,6039
295,7000	51,3680	-5,3389	291,9000	52,2250	-5,9765
304,0000	48,0000	-3,43	300,6000	46,2140	-3,7151
312,5000	45,7890	-2,908	309,0000	42,4150	-2,1495
320,8000	44,5260	-1,1616	317,6000	40,1640	-1,1479
329,3000	43,8950	-0,5879	326,1000	38,9150	-0,5987
337,6000	43,5790	-0,309	334,3000	38,3290	-0,3811
345,8000	43,3680	-0,2271	342,6000	37,9780	-0,3469
353,8000	43,2630	-0,2314	350,8000	37,7050	-0,4006
361,8000	43,0530	-0,2749	358,8000	37,4320	-0,516
369,8000	42,8420	-0,3832	366,9000	37,0410	-0,7207
378,0000	42,4560	-0,5993	374,8000	36,5730	-1,054
386,2000	41,8600	-0,9357	382,9000	35,8700	-1,4764
394,2000	40,9470	-1,3324	390,8000	34,8560	-1,8714
402,3000	39,6140	-1,7347	398,6000	33,3850	-2,0994
410,2000	37,9650	-1,9849	406,1000	31,7070	-2,1231
418,1000	36,3160	-1,9474	413,6000	29,8990	-2,0311
426,0000	34,6670	-1,7584	421,4000	28,1550	-1,8346
434,0000	33,3330	-1,4755	429,3000	26,4900	-1,4993
441,8000	32,2110	-1,0979	437,5000	25,0590	-1,0849
449,7000	31,5090	-0,7565	445,8000	23,9790	-0,7005
457,6000	31,0530	-0,5063	453,9000	23,2500	-0,4252
465,5000	30,6320	-0,3213	461,9000	22,8340	-0,2586
473,4000	30,4210	-0,2096	469,5000	22,5600	-0,1652
481,3000	30,3160	-0,1631	477,2000	22,4040	-0,1157
489,1000	30,2110	-0,1403	485,0000	22,2870	-0,0888
496,9000	30,1050	-0,133	492,9000	22,2350	-0,076
504,8000	30,0000	-0,133	501,1000	22,1440	-0,0661
512,9000	29,8950	-0,132	509,1000	22,0920	-0,0535

520,8000	29,7540	-0,1357	517,1000	22,0400	-0,0392
528,8000	29,6140	-0,1373	525,1000	21,9880	-0,0308
536,7000	29,5790	-0,132	533,2000	21,9750	-0,0275
544,5000	29,4390	-0,1182	541,3000	21,9360	-0,0225
552,3000	29,3680	-0,1222	549,3000	21,9100	-0,0194
560,1000	29,2630	-0,1154	557,5000	21,8970	-0,0229
567,8000	29,1230	-0,1062	565,6000	21,8970	-0,0223
575,3000	29,0530	-0,0923	573,7000	21,8710	-0,0196
582,9000	28,9470	-0,0591	581,6000	21,8190	-0,0192
590,5000	28,9470	-0,0243	589,3000	21,8190	-0,0192
598,1000	28,9470	0,0018	596,6000	21,8450	-0,0157
605,8000	28,9470	0,0046	603,9000	21,8190	-0,0297
613,6000	28,9470	0,02	611,2000	21,7800	-0,1068
621,6000	29,0180	0,0545	618,7000	21,7800	-0,1231
629,6000	28,9470	0,0573	626,9000	21,7410	-0,0533
637,6000	29,0530	0,0643	635,2000	21,5460	-0,0308
645,4000	29,1580	0,0936	643,3000	21,5460	-0,0329
653,6000	29,1580	0,0942	651,2000	21,5070	-0,326
661,9000	29,2980	0,0905	658,8000	21,4810	-0,0325
669,4000	29,3680	0,0905	666,2000	21,4680	-0,0356
676,6000	29,3680	0,0853	673,6000	21,4290	-0,0418
684,2000	29,4740	0,0822	681,3000	21,3900	-0,0524
691,6000	29,5790	0,0782	689,6000	21,3770	-0,0592
699,5000	29,5790	0,0776	697,8000	21,3510	-0,0669
707,9000	29,6840	0,0702	705,9000	21,2850	-0,0746
716,2000	29,7190	0,0572	714,0000	21,2330	-0,0848
724,2000	29,7890	0,0489	722,1000	21,1940	-0,1018
731,7000	29,7890	0,0323	730,3000	21,1030	-0,1144
739,1000	29,7890	0,0215	738,3000	21,0380	-0,1266
746,7000	29,7890	0,028	746,0000	20,9600	-0,1401
753,9000	29,8600	0,0231	753,3000	20,8430	-0,1479
761,0000	29,8950	-0,0015	760,6000	20,7260	-0,1544
768,6000	29,7890	-0,0218	767,9000	20,6090	-0,1617
776,8000	29,7890	-0,0295	775,4000	20,4790	-0,1657
785,1000	29,6840	-0,0505	783,0000	20,3750	-0,1711
793,1000	29,6840	-0,08	790,6000	20,2190	-0,1763
800,9000	29,5790	-0,0924	798,5000	20,0620	
808,6000	29,4030	-0,1225	806,6000	19,9190	
816,2000	29,3680	0,1394	814,9000	19,7890	

F₄₀ B			F₄₀ D		
T (°C)	TG (%)	DTG (%/min)	T (°C)	TG (%)	DTG (%/min)
5,1000	100,0000	--	5,0000	100,0000	--
5,2000	100,0000	-0,4341	5,0000	99,6060	-0,5835
5,3000	100,0000	-0,6250	5,1000	99,5500	-0,2783
5,2000	99,6780	-0,6484	5,1000	99,4940	-0,0529
5,3000	99,6600	-0,1640	5,1000	99,4750	-0,0452
5,3000	99,6780	0,0877	5,3000	99,4380	0,0305
5,6000	99,7850	0,3703	5,3000	99,4750	0,2971
7,4000	100,0000	0,6124	6,6000	99,9060	0,5902
12,1000	100,0000	0,6194	10,6000	100,0000	0,6439
20,3000	100,0000	0,4598	17,9000	100,0000	0,4857
31,3000	100,0000	0,2390	28,2000	100,0000	0,2323
44,5000	100,0000	0,0193	40,8000	100,0000	-0,0297
57,6000	100,0000	-0,1466	53,6000	100,0000	-0,2150
70,8000	100,0000	-0,2351	66,7000	100,0000	-0,2848
83,3000	100,0000	-0,2540	79,5000	100,0000	-0,2675
94,3000	100,0000	-0,2261	90,9000	100,0000	-0,1977
104,8000	100,0000	-0,1766	101,6000	100,0000	-0,1109
114,5000	100,0000	-0,1240	111,8000	100,0000	-0,0321
123,5000	100,0000	-0,0786	121,1000	100,0000	0,0201
132,3000	100,0000	-0,0415	130,2000	100,0000	0,0541
141,2000	100,0000	-4,7000e-3	139,1000	100,0000	0,0696
150,2000	100,0000	0,0181	148,2000	100,0000	0,0673
159,0000	100,0000	0,0121	157,1000	100,0000	0,0453
168,0000	100,0000	-0,0231	166,1000	100,0000	4,0000e-3
177,0000	100,0000	-0,0805	175,2000	100,0000	-0,0586
186,0000	100,0000	-0,1725	184,2000	100,0000	-0,1533
194,8000	100,0000	-0,3187	193,0000	100,0000	-0,2832
203,6000	99,9640	-0,5293	201,9000	100,0000	-0,4640
212,5000	99,4450	-0,8072	210,8000	99,5880	-0,7113
221,2000	98,6030	-1,1591	219,6000	98,9310	-1,0721
229,9000	97,5460	-1,7336	228,2000	97,8630	-1,7171
238,6000	95,9520	-3,8411	236,9000	96,2130	-3,8974
247,1000	91,7250	-7,9711	245,4000	91,9010	-7,7497
255,7000	82,1960	-10,1085	253,8000	82,9210	-9,6603
264,2000	74,1360	-9,2376	262,2000	75,2530	-9,5993
272,5000	67,1140	-8,9100	270,5000	67,2100	-8,9392

280,7000	59,2330	-8,7097	278,8000	58,4360	-8,3253
288,9000	52,3020	-6,9608	287,3000	51,2940	-6,9516
297,3000	47,6090	-4,6504	295,9000	46,8500	-4,3909
305,5000	44,6710	-2,9171	304,6000	44,1690	-2,6687
314,0000	42,8620	-1,7916	313,0000	42,5200	-1,6023
322,4000	41,7520	-1,0549	321,4000	41,5070	-0,9453
330,8000	41,1610	-0,6208	329,7000	41,0010	-0,5864
338,9000	40,7850	-0,4311	337,8000	40,6070	-0,4381
347,2000	40,4620	-0,3889	346,0000	40,2700	-0,4105
355,3000	40,1400	-0,4124	354,1000	39,9330	-0,4315
363,4000	39,7640	-0,4709	362,4000	39,5390	-0,4818
371,6000	39,3340	-0,5736	370,6000	39,1450	-0,5703
379,7000	38,8140	-0,7322	378,9000	38,6390	-0,7152
387,6000	38,1520	-0,9523	387,0000	37,9640	-0,9680
395,7000	37,2380	-1,2345	395,1000	37,0640	-1,4298
403,9000	36,0740	-1,3511	403,3000	35,5640	-1,8009
412,1000	34,7130	-1,4292	411,4000	33,9710	-1,7246
420,4000	33,4230	-1,6705	419,6000	32,6210	-1,5082
428,6000	32,2050	-1,4738	427,8000	31,4590	-1,3321
436,6000	31,1660	-1,0693	435,8000	30,4270	-1,1328
444,5000	30,4140	-0,8357	443,9000	29,5840	-0,9300
452,5000	29,7870	-0,6443	451,8000	28,9090	-0,7716
460,3000	29,3390	-0,5025	459,6000	28,2900	-0,6542
468,1000	28,9630	-0,4082	467,4000	27,7840	-0,5501
475,9000	28,6940	-0,3486	475,2000	27,3900	-0,4697
483,8000	28,4080	-0,2827	483,2000	27,0340	-0,4180
491,5000	28,2110	-0,2135	491,2000	26,7150	-0,3789
499,0000	28,0490	-0,1686	499,2000	26,3970	-0,3505
506,6000	27,9240	-0,1494	507,2000	26,1340	-0,3195
514,5000	27,7810	-0,1532	515,2000	25,8720	-0,2935
522,4000	27,6730	-0,1658	523,2000	25,6470	-0,2852
530,5000	27,5120	-0,1711	531,2000	25,3660	-0,2860
538,6000	27,4050	-0,1692	539,3000	25,1410	-0,2926
546,5000	27,2430	-0,1581	547,2000	24,9160	-0,2950
554,4000	27,0820	-0,1497	555,1000	24,6530	-0,2903
562,2000	26,9750	-0,1442	562,9000	24,4090	-0,2891
570,1000	26,8670	-0,1370	570,8000	24,1840	-0,2856
578,4000	26,7600	-0,1310	578,7000	23,9220	-0,2845
587,2000	26,6520	-0,1353	586,6000	23,7350	-0,2733
595,7000	26,5450	-0,1400	594,4000	23,5100	-0,2648
603,7000	26,4190	-0,1358	602,2000	23,2850	-0,2640

611,5000	26,3300	-0,1301	610,1000	23,0600	-0,2664
619,0000	26,2050	-0,1277	617,8000	22,8160	-0,2659
626,4000	26,0790	-0,1277	625,6000	22,6100	-0,2679
634,1000	25,9540	-0,1254	633,3000	22,3850	-0,2630
641,7000	25,8820	-0,1254	640,9000	22,1600	-0,2570
649,5000	25,7930	-0,1288	648,5000	21,9720	-0,2597
657,3000	25,6850	-0,1306	656,1000	21,7100	-0,2561
665,0000	25,5600	-0,1291	663,9000	21,5040	-0,2521
672,7000	25,4340	-0,1273	671,7000	21,3160	-0,2531
680,5000	25,3630	-0,1263	679,4000	21,0910	-0,2482
688,3000	25,2370	-0,1310	687,2000	20,8850	-0,2477
696,1000	25,1480	-0,1430	695,1000	20,6790	-0,2426
703,9000	24,9870	-0,1523	702,8000	20,4720	-0,2363
711,6000	24,8790	-0,1587	710,6000	20,2660	-0,2345
719,3000	24,7180	-0,1697	718,2000	20,1160	-0,2309
727,1000	24,6100	-0,1895	725,8000	19,9100	-0,2265
734,9000	24,3950	-0,2195	733,4000	19,7410	-0,2320
742,7000	24,2340	-0,2482	741,2000	19,5540	-0,2329
750,5000	24,0190	-0,2720	749,0000	19,3480	-0,2304
758,3000	23,7690	-0,2957	756,9000	19,1230	-0,2348
766,1000	23,5180	-0,3130	764,7000	18,9540	-0,2414
773,9000	23,2670	-0,3153	772,6000	18,7290	-0,2477
781,8000	22,9630	-0,3141	780,3000	18,5040	-0,2543
789,6000	22,7300	-0,3158	788,2000	18,3350	-0,2669
797,4000	22,4610	-0,3201	796,0000	18,1100	-0,2778
805,0000	22,1920	-0,3229	803,9000	17,8670	-0,2763
812,8000	21,9240	-0,3271	811,8000	17,6600	-0,2809
820,7000	21,6550	-0,3271	819,3000	17,4350	-0,2809

A.5. Résultats de la caractérisation diélectrique des composites

A.5.1. Tension de claquage

Formulations	Tension de claquage KV/mm
F₀	13,4800
F₁₀ B	12,6800
F₂₀ B	12,8900
F₃₀ B	6,6700
F₄₀ B	5,2200
F₁₀ D	13,7500
F₂₀ D	14,0000
F₃₀ D	13,3300
F₄₀ D	11,5800

A.5.2. Permittivité diélectrique

Formulations	Capacité pF	Epaisseur (mm)	ϵ_r (Pf/cm)
F₀	33,42	2,26	4,2650
F₁₀ B	26,96	2,86	4,3500
F₂₀ B	31	2,51	4,3900
F₃₀ B	38,07	2,06	4,4300
F₄₀ B	33,03	2,38	4,4400
F₁₀ D	34,87	2,14	4,2100
F₂₀ D	37,44	1,93	4,0800
F₃₀ D	29,09	2,4	3,9400
F₄₀ D	26,35	2,43	3,6100

A.5.3. Facteur des pertes diélectriques

Formulations	Tan 10²
F₀	8,8500
F₁₀ B	8,8000
F₂₀ B	9,5000
F₃₀ B	9,6000
F₄₀ B	9,4610
F₁₀ D	5,8240
F₂₀ D	4,7000
F₃₀ D	4,0660
F₄₀ D	4,0180