

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université A. MIRA - Bejaïa

Faculté des Sciences Exactes



جامعة بجاية
Tasdawit n Bgayet
Université de Béjaïa

Mémoire de Master

Présenté par :

- M^{elle} DJOUADI Kahina

- M^{elle} CHADI Amina

En vue de l'obtention du diplôme de Master en Chimie

Spécialité : Chimie des matériaux

Thème :

**Effet de l'Ajout de la sciure de Bois sur les Propriétés du
Polypropylène.**

Nom et Prénom	Département d'affiliation	Qualité
DJERADA Farida	Chimie	Encadreur
BOUKEROUI Abdelhamid	Chimie	Examinateur
HAMMOUMA Ouezna	Chimie	Examinateur

2020-2021

Remerciements



Ce travail est le fruit d'une collaboration entre l'entreprise Meriplast et l'université de Bejaia.

Tout d'abord, nous tenons à remercier vivement et chaleureusement notre promotrice madame DJERADA FARIDA qui s'est toujours montré patiente et à l'écoute tout au long de la réalisation de ce mémoire, ainsi que pour, ses conseils, son aide précieuse, sa disponibilité et son soutien.

Nos reconnaissances vont également aux membres de jury qui nous font l'honneur d'expertiser ce travail, nous leur adressons nos plus vifs remerciements.

Nous tenons à remercier toute l'équipe de MERIPLAST pour l'aide qu'elle nous a procuré, l'accueil qu'on nous a réservé et de nous avoir autorisé à utiliser tout le matériel nécessaire à la préparation des échantillons, et leur étude.

Nos remerciements vont également à Madame BELKACEMI HAYETTE ainsi que toute l'équipe du laboratoire de chimie, pour leur disponibilité et leurs explications, et pour toute l'aide qu'ils nous ont apporté.

En fin, nos remerciements vont à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin, au bon déroulement de notre travail.

Dédicaces

On dédie ce modeste travail :

A nos très chers parents, qui nous ont donné du courage et de la volonté durant notre cycle d'études ainsi pour leur soutien constant et leur confiance.

A tous nos ami(e)s ainsi que nos frères et sœurs.

Kahina et Amina.

Sommaire

Liste des figures.

Liste des tableaux.

Introduction Générale.....	1
Présentation de l'entreprise MERIPLAST.....	3

Chapitre I : Généralités sur les matériaux polymères

I.1. Définition d'un polymère.....	6
I.2. Les propriétés des polymères.....	6
I.2.1. Les propriétés chimiques.....	6
I.2.2. Les propriétés mécaniques.....	7
I.2.3. Les propriétés physiques.....	7
I.2.4. Les propriétés thermiques.....	7
I.3. La Classification des polymères.....	8
I.3.1. Selon leur origine.....	8
I.3.1.1. Les polymères naturels.....	8
I.3.1.2. Les polymères artificiels.....	8
I.3.1.3. Les polymères synthétiques.....	8
I.3.2. Selon leur domaine d'application.....	8
I.3.2.1. Les polymères de grande diffusion.....	8
I.3.2.2. Les polymères techniques.....	8
I.3.2.3. Les polymères spéciaux.....	9

I.3.3. Selon leur structure.....	9
I.3.3.1. Celle des polymères linéaires ou monodimensionnels.....	9
I.3.3.2. Celle des polymères bidimensionnels.....	9
I.3.3.3. Celle des polymères tridimensionnels naturels.....	10
I.4. Les applications des polymères.....	11
I.4.1. Quelques exemples de polymères avec leurs usages.....	11
I.5. Généralités sur le polypropylène.....	12
I.5.1. Définition.....	12
I.5.2. Structure du polypropylène	12
I.5.2.1.Polypropylène isostatique.....	12
I.5.2.2.Polypropylène syndiotactique.....	12
I.5.2.3.Polypropylèneatactique.....	12
I.5.3. Les propriétés du polypropylène.....	12
I.5.3.1. Les propriétés physiques.....	12
I.5.3.2. Les propriétés mécaniques.....	13
I.5.3.3.Les propriétés chimiques.....	14
I.5.3.4.Les propriétés thermiques.....	14
I.5.4. Les principales applications du polypropylène.....	15
I.6. Le bois.....	16
I.6.1.La Composition chimique du bois.....	16
I.6.2.Les propriétés du bois.....	16
I.6.2.1.Les propriétés communes.....	16
I.6.2.2. Quelques propriétés physiques.....	17
I.6.3. Classification des bois.....	17

I.6.4. La dégradation du bois.....	18
I.6.5. Les utilisations du bois.....	18
I.7. La farine de bois, ou poudre de bois.....	19
I.7.1.Utilisations de la farine de bois.....	19
I.8. La valorisation des déchets de bois.....	20

Chapitre II :La dégradation des polymères

II.1.La dégradation des polymères.....	22
II.2. Les type de dégradation.....	24
II.2.1.La dégradation thermique.....	24
II.2.2.La dégradation mécanique.....	24
II.2.3. La photo-dégradation.....	24
II.2.4.La dégradation biologique(ou biodégradation).....	24
II.2.4.1. Facteur influençant la biodégradation.....	25
II.2.4.2. Etapes de la biodégradation.....	27
II.2.5.La dégradation oxydative.....	27
II.2.5.1- Mécanisme d'oxydation du polypropylène.....	28
II.2.6.L'oxo-biodégradation.....	28
II.3.Polymères oxo-biodégradables.....	29

Chapitre III : Partie expérimental

III.1.Organigramme de la méthodologie expérimentale.....	32
III.2.Préparation de la matière première farine de bois.....	33
III.2.1.Récupération de la sciure de bois.....	33
III.2.2.Les étapes nécessaires pour l'obtention de la farine de bois.....	33
III.2.2.1. Séchage de la sciure de bois (naturel).....	33
III.2.2.2. Le Broyage.....	34
III.2.2.3. Séchage de la farine de bois (dessiccateur).....	34
III.2.2.4 Le tamisage	35
III.3.Matériaux utilisés dans la fabrication des échantillons.....	36
III.4.Préparation des films.....	37
III.4.1. Extrusion et gonflage des films PP+Farine de bois.....	38
III.5.Préparation de l'éprouvette.....	42
III.6.Techniques d'analyse des échantillons.....	43
III.6.1. Perte de masse.....	43
III.6.2. Spectroscopie IR ATR.....	44
III.6.3.Essai de traction.....	45
III.6.4.Melt flow index (MFI).....	46

Chapitre IV :Résultats et discussion

IV.1. Evolution de la perte en masse.....	48
IV.2.Résultats IR.....	50
IV.3. Résultats de traction.....	55

IV.4. Résultats indice de fluidité	57
Conclusion générale.....	60

Liste des figures

Figure1 : Représentation de la chaîne d'un polymère linéaire.....	9
Figure 2 : Représentation schématique d'un polymère bidimensionnel (carbone graphite)...	9
Figure3 : Représentation schématique d'un polymère tridimensionnel.....	10
Figure 4 : Les étapes de la Biodégradation des polymères.....	27
Figure 5 : La sciure de bois.....	33
Figure6 : Séchage naturel de la sciure de bois.....	34
Figure 7 : Broyeur électrique.....	34
Figure 8 : Dessiccateur en verre.....	35
Figure 9 : Une tamiseuse électrique.....	35
Figure10 : Mélange du polypropylène + farine de bois.....	38
Figure 11 : Schéma d'une extrudeuse mono-vis.....	39
Figure 12 : Système d'enroulement.....	40
Figure 13 : Principe de fonctionnement au niveau de la bulle.....	41
Figure 14 : Etuve fixée a 75°C.....	43
Figure 15 : Balance électronique.....	43
Figure 16 : Spectromètre de FT-IR utilisé.....	44
Figure 17 : Appareil de traction de type Zwick-Roell.....	45
Figure 18 : Appareil de test MFI.....	46
Figure19 : Evolution de la perte de masse en fonction du temps.....	49
Figure 20 : Spectre IR de l'échantillon PP vierge dans le domaine 450-4000 cm ⁻¹	50

Figure 21 :Spectre IR de l'échantillon PP vierge après 22 jours de dégradation dans le domaine 450-4000 cm^{-1}	51
Figure 22 :Spectre IR de l'échantillon PP vierge + 0.5% de farine de bois après 22 jours de dégradation dans le domaine 450-4000 cm^{-1}	53
Figure 23 :Spectre IR de l'échantillon PP vierge + 1% de farine de bois après 22 jours de dégradation dans le domaine 450-4000 cm^{-1}	53
Figure 24 :Spectre IR des échantillons PP vierge et a 0.5 % et 1% de farine de bois après 22 jours de dégradation dans le domaine 450-4000 cm^{-1}	54
Figure 25 :Allongement a la rupture en fonction du temps.....	56
Figure 26 : Variation de l'indice de fluidité en fonction du temps.....	59

Liste des tableaux

Tableau 1 : Propriétés mécaniques des polypropylènes.....	13
Tableau 2 : Propriétés mécaniques du bois (Balsa).....	17
Tableau 3 : Les propriétés du polypropylène.....	36
Tableau 4 : Les propriétés du polypropylène + 0.5% de farine de bois.....	36
Tableau 5 : Les propriétés du polypropylène + 1% de farine de bois.....	37
Tableau 6 : La pesée de masse des échantillons durant 43 jours dans l'étuve.....	48
Tableau 7 : Le pourcentage % de perte de masse calculé en fonction du temps et du taux d'additif.....	48
Tableau 8 : Pics d'absorption du spectre infrarouge de la farine de bois.....	52
Tableau 9 : Valeurs de l'allongement à la rupture en fonction du temps.....	55
Tableau 10 : Valeurs des indices de fluidité des trois échantillons.....	58
Tableau 11 : Valeurs des indices de fluidité des trois échantillons après 2 semaines dans l'étuve.....	58
Tableau 12 : Valeurs des indices de fluidité des trois échantillons après 3 semaines dans l'étuve.....	58

Liste des abréviations

PP :Polypropylène.

IR :Infrarouge.

MFI :Melt flow Index.

IF :Indice de fluidité.

iPP :Polypropylène isostatique .

sPP :Polypropylène syndiotactique.

aPP :Polypropylène atactique.

// : Parallèle.

⊥ : Perpendiculaire.

Introduction

Les matériaux évoluent de nos jours beaucoup plus vite qu'à tout autre moment de leur histoire. Les pays industrialisés considèrent le développement de matériaux nouveaux au meilleur comme une « technologie-clé » ; du fait, elle est susceptible de stimuler l'innovation dans tous les secteurs techniques, en permettant de concevoir de nouvelles structures, des supports, des moteurs des systèmes, électroniques ou optiques, des machines-outils, des équipements de stockage de l'énergie, et bien d'autres applications. De nombreux pays ont mis sur pied des programmes pour inciter au développement et à l'usage de nouveaux matériaux.

Durant les 30 dernières années la consommation des polymères issus de la pétrochimie ou les matières plastiques ne cesse d'augmenter fortement. En effet, ces matériaux sont devenus incontournables dans la vie quotidienne, ils ont remplacé les matériaux traditionnels tels que : verre, bois, métal, dans l'emballage, la construction et l'automobile. Leur consommation mondiale a atteint un niveau record de 320 millions de tonnes en 2015 et ça, malgré la hausse du prix du pétrole. [1,40].

L'objectif de notre travail est de suivre le comportement d'un polymère à base de polypropylène contenant diverses proportions de sciure de bois réduite en farine, et cela au cours de sa thermo-oxydation à 70°C dans une étuve au niveau du laboratoire de l'entreprise Meriplast, Bejaia. Le bois, étant constitué de molécules naturelles facilement assimilées par les microorganismes, pourrait accélérer la biodégradation d'une polyoléfine à la base non dégradables telle que le polypropylène, ce qui conduit à réduire sa quantité au niveau des décharges publiques et donc protéger l'environnement. Ajouté à cela la valorisation de la sciure de bois qui est considérée comme étant un déchet.

- La première partie de ce travail est consacrée à la recherche et aux généralités, où on définit les différents types de polymères, leurs diverses applications et classification ainsi que la présentation de l'entreprise Meriplast où nous avons effectué notre stage.
- La deuxième partie concerne la description des différents processus de dégradation subie par les polymères au cours de leur vie.

- La troisième partie est consacrée à la description et au processus expérimental utilisé dans notre étude et la méthode de fabrication des échantillons, ainsi que les techniques de caractérisations utilisées.
- La quatrième partie concerne l'interprétation des résultats obtenus au cours de l'étude effectuée sur les échantillons et la discussion de ces résultats.
- Enfin on terminera notre travail avec une conclusion.

Présentation de l'entreprise MERIPLAST (Meridji plastique)

Introduction :

Les industries de plasturgie sont quotidiennement confrontées à la maîtrise et à l'amélioration des performances de l'ensemble de leurs procédés de transformation afin de garantir leur pérennité et leur compétitivité. L'entreprise MERIPLAST, tout comme toute autre entreprise industrielle, tente de faire face à la demande du marché en conservant les critères de qualité des produits fournis. Pour ce faire, elle tente d'appliquer les approches scientifiques et les méthodes de la recherche opérationnelle.

Depuis plus de 25 ans, la Sarl MERIPLAST développe et fabrique des solutions d'emballage plastique dans une optique de développement durable, Matières premières, processus de fabrication, toute leur chaîne de fabrication d'emballage répond à la norme internationale. L'équipe de MERIPLAST privilégie des emballages de plastiques en polyéthylène, un matériau plastique 100 % recyclable et écologique.

Ces longues années d'expérience leur ont permis d'apporter conseils et services adaptés à tous les supports. Un parc machines haute technologie pour fournir une réponse fiable dans des domaines aussi diversifiés que l'agriculture, l'agroalimentaire, l'électroménager, etc ...

MERIPLAST se veut être un partenaire efficace et incontournable dans le secteur de l'emballage et dans tous les domaines intégrant le plastique souple comme composant des produits de technologie avancée. « Réactivité, recherche et innovation » [2].



Activités de l'entreprise [2] :

INDUSTRIE AGROALIMENTAIRE

❖ FILM CO-EXTRUDES :

- Film trois couches alimentaire.
- Film pour pochettes de lait.
- Film pour produits surgelés.

AGRICULTURE

❖ FILM POUR SERRES AGRICOLES :

- Film stabilisé 3 saisons (F.A.S).
- Film transparent.
- Film noir.

SACHERIE

❖ CONDITIONNEMENT STANDARD :

- Conditionnement de plâtre, ciment, enduits ...etc.

CONDITIONNEMENT ALIMENTAIRE :

- Conditionnement beurre.
- Conditionnement viande.
- Conditionnement fruits et légumes...

❖ SACS :

- ❖ Sacs poubelle et sacs pour différentes utilisations.

DETERGENTS, COSMETIQUES

❖ FILM COMPLEXE POUR :

- Détergents en poudre.
- Dosettes de shampooing, gel...

Chapitre I

« Généralités sur les matériaux polymères »

Depuis longtemps, là où l'homme utilise les métaux, la nature emploie les polymères. Presque tous les systèmes biologiques sont constitués de polymères qui assurent :

- Des fonctions mécaniques, comme le bois le cuir, les os, le cartilage...
- La régulation des fonctions chimiques, dans les feuilles, les veines, l'ADN, les cellules vivantes...

Le développement industriel des polymères appelés couramment matières plastiques, s'appuie à l'heure actuelle sur des bases de physique et de chimie formant la « science des polymères »

Les polymères forment un groupe de matériaux constitués de longues molécules appelées macromolécules, dont les noms usuels sont les matières plastiques, les caoutchoucs... [3].

I.1. Définition d'un polymère :

Un polymère est une substance composée de longues chaînes moléculaires appelées macromolécules.

Une macromolécule résulte de l'enchaînement par liaison covalente, d'unités constitutives (ou groupes d'atomes) appelées « mères » (provenant du grec « meros » qui signifie « partie »[3].

I.2. Les propriétés des polymères :

Les polymères comptent plusieurs propriétés dont on cite :

I.2.1. Les propriétés chimiques :

Globalement, les polymères sont résistants aux acides et aux bases tandis qu'ils sont sensibles aux solvants. L'action de l'eau sur les polymères à la température ambiante est faible.

La majorité des solvants des polymères se situe dans cette catégorie de produit chimique.

La tenue à l'oxygène des matériaux polymères est un élément essentiel de leur durabilité, la dégradation de ces matériaux polymères se fera par rupture des liaisons covalentes caténaire[8].

I.2.2. Les propriétés mécaniques :

Les propriétés mécaniques des matériaux polymères dépendent de la température expérimentale par rapport aux températures caractéristiques qui sont celles de fusion et de la transition vitreuse. Ces dernières sont traitées en général à la température ambiante [10].

I.2.3. Les propriétés physiques :

Beaucoup de propriétés physiques sont modifiées par l'architecture moléculaire : densité, température de fusion, température de transition vitreuse et autre. Il est intuitivement aisé de comprendre que la ramification des molécules diminue la densité, le point de fusion et cristallinité d'un polymère, en élargissant la distance entre les chaînes principales. On regroupe dans les propriétés physiques, des propriétés optiques et diélectriques [11].

I.2.4. Les propriétés thermiques :

La température de transition vitreuse " T_g " et la température de fusion " T_f " sont les deux températures fondamentales nécessaires dans l'étude des matériaux polymères. La température de transition vitreuse est partiellement importante pour les polymères amorphes, notamment les thermoplastiques amorphes, pour lesquels, il n'existe aucune force de cohésion importante autre que l'enchevêtrement. Les zones cristallines ne fondent qu'au-delà de la température de transition vitreuse.

Selon la température à laquelle il est soumis, un matériau polymère peut présenter des comportements mécaniques différents. Ceci peut se produire pour les thermoplastiques semi cristallins dans un domaine même étroit de la température [12].

I.3. La classification des polymères :

I.3.1. Selon leur origine [6] :

On peut les classer en trois catégories :

I.3.1.1. Les polymères naturels : sont issus des règnes végétal ou animal. On peut cependant mentionner, dans cette catégorie, la famille des polysaccharides (cellulose, amidon..), celle des protéines (laine, soie..), le caoutchouc naturel etc..

I.3.1.2. Les polymères artificiels : sont obtenus par modification chimique de polymères naturels, de façon à transformer certaines de leurs propriétés ; les esters cellulosiques (nitrocellulose, acétate de cellulose...) ont toujours connu une certaine importance économique.

I.3.1.3. Les polymères synthétiques : issus de l'homme, sont obtenus par polymérisation de molécules monomères.

I.3.2. Selon leur domaine d'application [6] :

Il est difficile de proposer une classification exhaustive tant la variété des propriétés a multiplié les applications des polymères, comme matériaux en particulier. Il est cependant possible de regrouper les polymères en trois grandes catégories :

I.3.2.1. Les polymères de grande diffusion (encore appelés polymères de commodité) :

Dont la production annuelle s'évalue en millions de tonnes, sont devenus d'un emploi quotidien. Le polyéthylène, le polystyrène, le poly (chlorure de vinyle) et quelques autres sont à classer dans cette catégorie ; ils présentent une importance économique considérable ;

I.3.2.2. Les polymères techniques :

Ont des caractéristiques mécaniques qui leur permettent de se substituer, de plus en plus, aux matériaux traditionnels (métaux, céramiques.) dans de nombreuses applications ; les polyamides les poly acétals font partie de cette famille ;

I.3.2.3. Les polymères spéciaux (ou polymères de fonction) :

Présentent généralement une propriété spécifique qui induit leur utilisation pour application particulière. C'est dans cette catégorie que se trouvent les polymères conducteurs, photo actifs, thermostables, adhésifs etc...

Tous les spécialistes ne donnent pas la même définition à chacune de ces catégories même s'ils s'accordent sur les termes.

I.3.3. Selon leur structure (dimensionnalité)[6] :

Les polymères peuvent encore être classés en trois catégories :

I.3.3.1. Celle des polymères linéaires ou monodimensionnels : pour lesquels chaque chaîne macromoléculaire est constituée d'un nombre (éventuellement) élevé mais fini d'unités monomères ; de tels systèmes correspondent à la polymérisation de monomères bivalents et une macromolécule linéaire peut être très schématiquement représentée par un trait continu divisé en intervalles figurant chacun une unité monomère (figure1) ; un ensemble de chaînes polymères est constitué d'entités de longueur variable, propriété désignée par le terme dispersité.



Figure1 : Représentation de la chaîne d'un polymère linéaire.

I.3.3.2. Celle des polymères bidimensionnels : dont certains peuvent être produits par la nature (carbone, graphite, kératine...) ; dans le domaine des polymères synthétiques ce sont encore des curiosités de laboratoire. Ils se présentent sous la forme de feuilles bidimensionnelles d'épaisseur comparable à celle des molécules simples (figure 2) ;

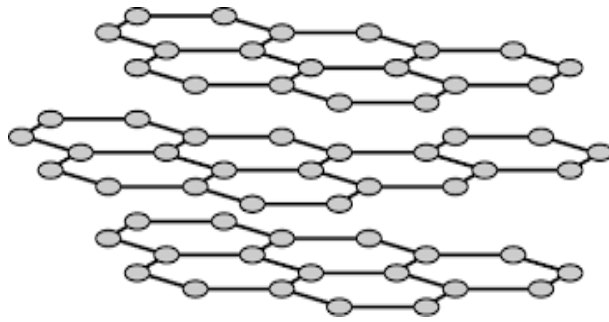


Figure 2 : Représentation schématique d'un polymère bidimensionnel (carbone graphite).

I.3.3.3. Celle des polymères tridimensionnels naturels (lignine...) : ou bien résultant de la polymérisation de monomères dont la valence moyenne est supérieure à deux ;ils peuvent aussi être obtenus par la réticulation (formation d'un réseau tridimensionnel) par voie physique ou chimique, de polymère linéaires. Leur dimension moléculaire peut être considérée comme infinie puisque toutes les unités monomères constitutives d'un objet sont liées de façon covalente pour former une seule macromolécule. Les liaisons se développent dans les trois dimensions et un élément de volume d'un tel système est représenté comme sur la figure 3.

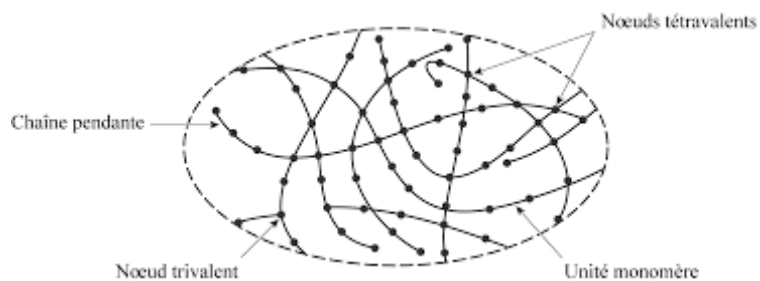


Figure3 : Représentation schématique d'un polymère tridimensionnel.

Cette dernière classification est extrêmement importante puisque toutes les propriétés des systèmes macromoléculaires, les propriétés mécaniques en particulier, sont très fortement influencées par leur dimensionnalité.

I.4. Les applications des polymères :

L'usage des polymères est en plein expansion. Ils sont très utilisés dans beaucoup d'industrie comme l'aéronautique, la cryogénie, les transports, les articles de sport ou l'électroménager et bien d'autres domaines. Comme le secteur médical par exemple.

L'intérêt des polymères réside dans leurs légèretés, mais leurs propriétés mécaniques sont médiocres par rapport à celles des métaux ou de leurs alliages.

Cependant, en les associant à d'autres matériaux (renforts), on obtient des composites dont les propriétés mécaniques spécifiques sont très intéressantes.

On les retrouve dans beaucoup de produits dans la vie courante comme la peinture, les caoutchoucs, les plastiques, les fibres artificielles de synthèse pour le textile, le papier, les articles ménagers... [3].

I.4.1. Quelques exemples de polymères avec leurs usages.

- **Les polymères naturels :**

Cellulose : base de toute la vie végétale, en tant que constituant principal des parois cellulaires.

Lignine : l'autre grand constituant des parois cellulaires de tous les végétaux.

Protéines : gélatines, laine, soie [3].

- **Les polymères thermoplastiques :**

Tubes, films minces, bouteilles, tasses, isolation électriques, emballage [3].

- **Les élastomères (caoutchouc) :**

Caoutchouc naturel et artificiel, pneumatique, caoutchouc résistant au pétrole utilisé pour des joints d'étanchéité [3].

- **Les résines thermodurcissables :**

Composite à fibres de verre, adhésif couteux[3].

I.5. Généralités sur le polypropylène.

I.5.1. Définition :

Les polypropylènes sont des matériaux thermoplastiques semi-cristallins obtenus par la polymérisation du propylène avec, éventuellement en quantité mineure, un ou plusieurs Co monomères du type éthyl-ène, but-ène ou hex-ène [4].

I.5.2. Structure du polypropylène[4].

Les polypropylènes existent sous les trois formes suivantes qui dépendent de la disposition des groupes méthyles par rapport au plan contenant la chaîne carbonée principale :

I.5.2.1. Polypropylène isostatique (iPP) : les groupes méthyles sont répartis du même côté du plan ; une macromolécule d'iPP est essentiellement constituée de diades-meso .

I.5.2.2. Polypropylène syndiotactique(sPP) : les groupes méthyles sont disposés alternativement de part et d'autre du plan ; une macromolécule de sPP est essentiellement constituée de diades-racemo.

I.5.2.3. Polypropylène atactique (aPP) : Dans ce cas la répartition dans groupes méthyles est aléatoire.

I.5.3. Les propriétés du polypropylène :

I.5.3.1. Les propriétés physiques :

Le polypropylène est l'un des plus légers thermoplastiques usuels avec une masse volumique comprise entre 0.89 et 0.915 g/cm³. Le taux de cristallinité qui varie entre 60 et 70% est influencé par la structure moléculaire et les traitements thermiques.

La perméabilité dépend essentiellement du taux du polymère tactique car la pénétration des gaz se produit essentiellement au niveau de la phase amorphe. [4]

I.5.3.2. Les propriétés mécaniques :

Tableau 1 : Propriétés mécaniques des polypropylènes [4].

Propriétés	Unités	PP Homopolymère Isotactique		PP Copolymère séquencé		PP Copolymère Statistique	pp* Homopolymère Syndiotactique	
		Min	Max	Min	Max		Min	Max
Masse volumique	g/cm ³	0.900	0.915	0.89	0.904	0.900	0.87	0.88
Indice de fluidité (230C° ; 2.16kg)	dg/min	1	1000	0.8	150	1-10	1	25
Contrainte à la traction au seuil d'écoulement	Mpa	31	44	28	38	17-30		
Allongement a la rupture	%	10	600	400	900	10-600	300	500
Module d'élasticité en traction	Mpa	1200	2400	800	1400	500-1500	450	550
Température de fragilité à froid	C°	20	20	-35	10	0-20	0	5
Résistance à l'impact izod (23C°)	Kj/m ²	2	4	5	70	2-20	20	60
Température Vicat A (1kg)	C°	150	158	120	150	110-150	100	
Température de ramollissement sous contrainte de 0.44 Mpa	C°	107	130	80 105		70-110	60-70	

- **Rigidité** : les polypropylènes homopolymères représentent une rigidité élevée à la température ambiante [4].
- **Résistance au choc** : le comportement au choc du polypropylène dépend de sa composition, de sa masse moléculaire de l'orientation moléculaire et du degré de cristallinité.

La résistance au choc d'un polypropylène augmente avec sa masse moléculaire et varie dans le même sens que la température. La tendance à la fragilité apparaît d'autant plus vite que la masse moléculaire est faible [4].

- **Caractéristiques en traction et en flexion répétée** :

La cristallinité élevée du polypropylène lui confère de bonnes propriétés en traction. Le comportement du polypropylène est fortement influencé par la vitesse d'étirage [4].

I.5.3.3. Les propriétés chimiques :

Les polypropylènes possèdent une très grande stabilité chimique. À des températures inférieures à 60°C, ils sont pratiquement insolubles. Ils ne sont attaqués ni par les acides, ni par les bases, ni par les solutions de sels. Ils sont insolubles dans l'eau et sont reconnus utilisables pour des applications alimentaires. Ils présentent une excellente résistance à la fissuration sous contrainte en présence de savons, détergents, alcools [4].

I.5.3.4. Les propriétés thermiques :

Le polypropylène isostatique obtenu par catalyse metallocène fond entre 145°C et 160°C, une température plus basse que celle de son homologue à cause des régio-defauts et du niveau d'isotacticité intramoléculaire compris entre 95% et 99%.

Le polypropylène syndiotactique : commercial, dont la tacticité est de 80% fond entre 130°C et 135°C tandis que le polymère 100% syndiotactique fondrait à une température proche de 160°C à 170°C, la température de fusion théorique est de l'ordre de 220°C[4].

I.5.4. Les principales applications du polypropylène :

- **Textile** : Sous forme de fibres et de filaments, la principale application est celle des moquettes. Les autres applications concernent les tissus d'ameublement, linge de maison, les vêtements de sport et de loisirs [4].

Sous la forme de non-tissés et d'ouate, le polypropylène est utilisé dans le secteur de l'hygiène

Le secteur de géotextiles est en développement dans diverses applications de travaux publics.

- **Emballage** : Dans le domaine d'emballage, le polypropylène est présent sous forme de films extrudés, de récipients à parois minces injectés, de barquettes thermoformées ou de corps creux.

Sous la forme de films bi-orientés simples est de plus en plus co-extrudés il est utilisé pour l'emballage des denrées alimentaires en raison de sa faible perméabilité à la vapeur d'eau.

Le film non orienté trempé est employé pour l'emballage des produits textiles (chemises...) pour lesquels l'aspect visuel et la rigidité priment sur toute autre considération. Ce type de film est thermoscellable [4].

- **Automobile** : Dans la carrosserie, le polypropylène est adopté pour les pare-chocs, les panneaux de protection latéraux.

Sous le capot : il est utilisé pour les bacs d'accumulateur en copolymères séquencés, les conduits de chauffage ou de climatisation sont souvent en polypropylène renforcés au talc, les supports de batterie ou de radiateur sont en polypropylène renforcé par des fibres longues.

Dans l'habitacle, les principaux domaines d'application sont la boîte à gants, les éléments du tableau de bord, la planche de la lunette arrière, les doublures de garnitures et les supports de sièges [4].

I.6.Le bois :

Le bois est un matériau naturel d'origine végétale. Il s'agit d'un des matériaux les plus appréciés pour ses propriétés mécaniques, pour son pouvoir calorifique et comme matière première pour de multiples secteurs industriels. Il a de nombreux usages dans le bâtiment et l'industrie (industries papetières, industries chimiques...) et en tant que combustible [5].

I.6.1. La Composition chimique du bois :

La composition chimique élémentaire du bois varie suivant les espèces, mais grossièrement le bois est constitué d'environ 50 % de carbone, 42 % d'oxygène, 6 % d'hydrogène, 1 % d'azote et 1 % de minéraux¹⁰ (principalement Ca, K, Na, Mg, Fe, Mn). On trouve également du soufre, du chlore, du silicium, du phosphore, et d'autres éléments en faible quantité.

Le bois est constitué principalement de matières organiques (cellulose et lignine) et d'un faible pourcentage (de 1 à 1,5 %) d'éléments minéraux. Il contient également une part d'humidité variable [5].

I.6.2. Les propriétés du bois :

- I.6.2.1. Les propriétés communes [13]

Un bois a plusieurs caractéristiques.

-Sa résistance : c'est la capacité du bois à résister à des forces mécaniques (compression, traction, flexion). Cette propriété dépend de l'essence, des conditions de croissance du bois, de la présence ou non de nœuds.

-Sa combustibilité : c'est la propriété du bois à brûler en dégageant de la chaleur. Cette propriété dépend de l'essence du bois.

-Sa capacité d'isolation thermique : le bois est un faible conducteur thermique.

-Sa flottabilité : la densité du bois étant inférieure à celle de l'eau, la plupart des bois sont insubmersibles (sauf l'ébène).

-Sa richesse en cellulose : avec la lignine, la cellulose est un des composants majeurs du bois. Elle constitue la matière première essentielle pour la fabrication du papier.

I.6.2.2. Quelques propriétés physiques[7] :

- **Densité :** la densité (pour 15% d'humidité) est généralement comprise entre 0.5 et 0.7. Il existe des bois très légers (balsa 0.1 à 0.14) des bois légers (sapin, épicéa, peuplier :0.4, okoumé 0.44), des bois mi-durs (merisier français 0.5 à 0.7), des bois durs (buis, if, teck, olivier 0.8 à 1) .

- **Propriétés isolantes mais anisotropes :** (la conduction est meilleure suivant la direction des fibres.) Les propriétés mécaniques sont aussi anisotropes : Le module de Young est supérieur selon la direction des fibres.

- **Élasticité:** pour un taux d'humidité donné, le module de Young suivant l'axe des fibres est sensiblement proportionnel à la masse volumique.

Tableau 2 : Propriétés mécaniques du bois (Balsa) [1].

Bois	Masse volumique (Mg/m ⁻³)	Module de young (GPa)		Resistance (MPa)//aux Fibres		Ténacité (MP/am ^{1/2})	
		// aux Fibres	⊥aux Fibres	Traction	compression	// aux Fibres	⊥ aux Fibres
Balsa	0.1-0.3	4	0.2	23	12	0.05	1.2

I.6.3. Classification des bois :

- Les bois courants : les bois blancs (frêne,pin,sapin, peuplier) et bois rouges exotiques comme le sipo.
- Les bois nobles ou semi précieux : camphrier,teck, buis, châtaigniers,Chênes, olivier...
- Les bois précieux : acajou,amarante,bois de rose et de violette, ébène,palissandre[7].

I.6.4. La dégradation du bois :

Le bois est évidemment un matériau biodégradable. Mais dans certaines conditions, défavorables à la prolifération des bactéries et des champignons, il peut durer plusieurs siècles comme en témoigne les charpentes de monuments anciens,ou les objets de bois retrouvés dans les restes de tombes égyptiennes. Les conditions favorables à la durabilité du bois : atmosphère sèche,densité élevée et composition chimique liée à l'essence du bois.

Les agents de dégradation du bois sont les champignons (lorsqu'ils contiennent plus de 20% d'humidité),les bactéries et les insectes xylophages [7].

I.6.5. Les utilisations du bois[7] :

- Bois énergie : le bois combustible est la première utilisation au niveau mondial.
- Bois brut sous forme de poteaux, traversés de voies de chemins de fer...
- Bois d'œuvres : bois de structure (chalet), équipement immobilier.
- Bois d'industrie : pâte à papiers, panneaux de particules..
- Bois de tournage, bois pour le mobilier.
- Bois de fente : tonnellerie.
- Produits industrialisés : contreplaqué et lamellé collé.
- Dans le domaine de l'art :lutherie ...

I.7. La farine de bois,ou poudre de bois :

Est une sciure de bois dont la finesse des particules est celle d'une fine poudre. Il ne s'agit pas d'un produit alimentaire.

C'est un produit sans composants chimiques. Avec un processus de sélection délicate de sciure de bois, séparés des matériaux non valides, rejet des copeaux de bois et de débris du processus de sciage [14].

I.7.1.Utilisations de la farine de bois [15] :

- Poussière (moulage) pour les industries plastiques et thermoplastique pour l'industrie automobile.
 - Dans l'industrie plastique pour fabriquer des wpc.
- Dans l'industrie de fonderie réfractaire.
 - Comme métaux de polissage.
- Comme lit absorbant pour animaux domestiques (chevaux, chiens, cochons d'Inde, etc.)
 - Pour le nettoyage des sols, la fabrication de savon industriel, etc.
- Dans les industries chimiques, d'explosifs et de l'automobile.
 - Composites WPC Wood plastic bois plastique industrie chimique.

I.8. La valorisation des déchets de bois :

Le but de ce travail est d'essayer d'une part de valoriser les déchets de bois (sciure) en l'introduisant dans la formulation du polypropylène et de provoquer ou accélérer la dégradation du polymère d'autre part. En effet, l'ajout du bois au polypropylène à de faibles doses aboutit à des coupures de chaînes sous l'effet de la température et de la lumière et à l'oxydation du matériau. Les fonctions carbonylées peuvent être assimilées par les microorganismes présents dans les décharges. Ainsi, la durée de vie de ce matériau, après usage sera réduite. La biodégradation du polypropylène additivé sera possible.

Chapitre II

« La dégradation des polymères »

Dans ce chapitre, notre intérêt se portera sur la dégradation des polymères et les différents facteurs influençant cet état. Nous allons nous intéresser particulièrement au mécanisme de dégradation adopté dans le cas du polypropylène et aux conséquences de cette dégradation sur le plan structural.

II.1.La dégradation des polymères :

Le vieillissement des polymères se manifeste sous l'effet de divers facteurs en liaison directe avec leur environnement d'usage (humidité, rayonnement, radiation, température, O₂, sollicitations... etc.). En effet, une exposition à long ou à court terme à l'un ou à l'ensemble de ces facteurs, déclenche un processus d'oxydation au sein du matériau. Aussitôt, des changements physiques et/ou chimiques sont observés et une détérioration de ses propriétés fonctionnelles est enregistrée [11]. La vitesse de dégradation de ce matériau dépend aussi bien des facteurs environnementaux (Intensité des radiations, température, (O₂), taux de cisaillement... etc.).

La stabilité des polymères est directement proportionnelle à l'énergie de leurs liaisons chimiques en particulier de la liaison C-H. et pour une polyoléfine telle que le polypropylène, l'existence d'un hydrogène tertiaire (dont l'énergie de liaison est de 91Kcal/mol) le rend plus vulnérable à l'oxydation [11, 9]. L'arrachement de cet hydrogène tertiaire ou de l'hydrogène secondaire amorce ce processus. Effectivement, le polypropylène est un semi cristallin dont la phase cristalline est dispersée dans la phase amorphe. Il est évident pour cette classe de polymère, que la diffusion de l'oxygène se fait plus rapidement dans la phase amorphe, tandis que la phase cristalline est imperméable au gaz. En conséquence, la phase amorphe reste la plus affectée par le processus d'oxydation et sa vitesse est d'autant plus importante que le taux de cristallinité est faible [16,17]. Les principaux changements physiques et chimiques ayant lieu lors du processus de vieillissement, peuvent être résumé comme suit :

- **Diminution de la masse moléculaire** [18, 19] :

Différentes études ont montré que le vieillissement des polymères est régi par le processus d'oxydation, mais également par des réactions de β -scission des chaînes macromoléculaires. Ceci engendre fréquemment une diminution de la masse moléculaire de ces polymères et une variation de sa distribution.

- **Augmentation de la cristallinité** [20, 21] :

En effet, pour les segments de chaînes moléculaires sectionnées, la mobilité devient plus importante. Ceci favorise leur réorganisation et par conséquent une chimio cristallisation.

- **Modification de la structure chimique** [22, 23, 24] :

La littérature rapporte que les spectres IRTF obtenus sur des films PP exposés à un vieillissement ou à plusieurs cycles de transformation, montrent l'apparition de trois bandes d'absorption à 850-1200 cm^{-1} , 1600-1800 cm^{-1} , 3100-3700 cm^{-1} , assignées, respectivement, aux groupements vinyliques (C=C), carbonyles (C=O) et hydroxyles (O-H).

- **Modification des propriétés mécaniques** [25] :

Le suivi de l'évolution des propriétés mécaniques au cours du vieillissement est un facteur très indicatif du degré de dégradation d'un polymère. En effet, ceci est un moyen d'évaluation de leur durée de vie par l'estimation en générale de la perte de 50% de leur allongement à la rupture.

Lors de l'exposition du polypropylène à la thermo oxydation, une diminution drastique de l'allongement à la rupture est enregistrée, il a aussi montré une chute brutale de la contrainte à la rupture. Cette dégradation des propriétés mécaniques est expliquée par la rupture des chaînes macromoléculaires dans la phase amorphe mais aussi des molécules liens reliant les deux phases cristalline et amorphe[26].

- **Changement de l'aspect de surface** [27] :

La détérioration de l'état de surface d'un polymère et les variations de sa couleur sont des signes d'une dégradation du matériau. Selon [26], après une longue exposition à des conditions de vieillissement naturel ou accéléré, des fissurations et craquelures peuvent apparaître à la surface du matériau. La décoloration, l'opacité et la brillance de la surface du matériau et également observée. Généralement, ces changements sont reliés à l'oxydation avancée du polymère et l'apparition des groupements carbonyles en particulier à la surface du polymère ou la dégradation est plus importante. Effectivement, ceci est dû au fait que la surface est la plus exposée aux divers facteurs (rayonnement, T, O₂, radiation...).

II.2. Les type de dégradation :

On peut rencontrer en pratique six types de dégradation :

II.2.1 La dégradation thermique

Il s'agit d'une décomposition chimique causée par la chaleur [28].

La dégradation thermique a lieu quand le polymère est exposé à de hautes températures. Le taux de dégradation dépend de la stabilité thermique du polymère. En général, la dégradation purement thermique est rare alors que la dégradation thermochimique est plus fréquente.

Trois températures caractérisent la dégradation thermique :

- La température critique T_c correspond à l'équilibre : Polymérisation dépolymérisation Pour des chaînes porteuses d'au moins une extrémité active.
- La température de décomposition T_d , est la température à laquelle il y a formation d'extrémités actives radicalaires par session.
- La température de demi-vie ($T_{1/2}$), qui est la température à laquelle il faut chauffer un échantillon pour que la moitié en soit décomposée après 30 minutes de chauffage [39].

II.2.2. La dégradation mécanique

On appelle dégradation mécanique toute transformation mise en jeu dans un polymère induite par une contrainte mécanique, il en résulte des coupures de chaînes qui constituent le fait essentiel [28].

II.2.3. La photo-dégradation

La photo-dégradation des polymères constitue un domaine de recherche très fructueux marqué par la publication de nombreux travaux. En effet les matériaux destinés à une utilisation extérieure reçoivent des photons de longueur d'onde supérieure à 300nm, limite inférieure des rayons solaires arrivant sur terre [28].

II.2.4. La dégradation biologique (ou biodégradation)

On désigne par biodégradation l'ensemble des processus de dégradation qui résultent de l'attaque de micro-organismes vivants, elle peut être influencée par différents facteurs tel que l'humidité, les traces de métal ou de sel, la morphologie de polymère

[28].Plusieurs définitions ont été proposées pour définir le mot « Biodégradation », et de faire la différence entre la dégradation et la biodégradation, cette dernière est un processus de dégradation qui met en jeu des organismes vivants [29, 30].

Selon le Deutsch Institut Normierung « DIN » ; la biodégradation est un processus dû à une activité biologique qui entraîne des modifications de la structure chimique du matériau, menant à des composés métaboliques naturels.

Selon le Comité Européen de Normalisation « CEN » ; la biodégradation est un type de dégradation causée par une activité biologique, particulièrement les attaques enzymatiques qui entraînent un changement dans la structure chimique du matériau [30].

Selon l'American Society for Testing and Materials « ASTM » ; la biodégradation est une dégradation qui résulte de l'action des microorganismes naturellement présents dans le milieu de dégradation tels que les bactéries et les champignons [30].

II.2.4.1. Facteur influençant la biodégradation :

Dans la biodégradation le polymère doit être assimilable par les microorganismes, pour cette raison elle est applicable seulement à une gamme de matériaux [30]. La résistance des polymères à la biodégradation est due à trois facteurs [31, 32].

Le premier est son caractère hydrophobe qui rend ce polymère résistant à l'hydrolyse, le deuxième est l'incorporation des stabilisants dans la matrice polymère qui augmentent la durée de sa vie et le troisième, son poids moléculaire élevé [33, 34]. Lorsque ces chaînes sont dégradées, les produits formés sont soumis à l'attaque des micro-organismes [35]. La biodégradation peut avoir en présence d'oxygène (condition aérobies) et en son absence (condition anaérobies) en milieu solide ou liquide. Mais quelques facteurs sont indispensables :

- **Les microorganismes** : la base de tout processus de biodégradation est l'existence des Micro-organismes capables de synthétiser des enzymes actives sur la matrice du polymère afin d'initier le processus de la fragmentation [30, 29].

- **L'environnement**: quelques facteurs dans l'environnement sont indispensables au processus de la biodégradation : la température, les sels minéraux, pH du milieu, l'oxygène et l'humidité. Ce dernier est l'élément clé de la biodégradation.
- **La température** : les températures élevées favorisent les réactions d'oxydation. Toutefois, le matériau oxydé absorbe de l'eau qui favorise l'hydrolyse des chaînes [30].
- **La teneur relative en eau** : la teneur relative en eau limite la croissance des microorganismes, c'est la teneur en eau qui va faciliter le déplacement des microorganismes du milieu extérieur au polymère à dégrader autrement dit la diminution du taux d'humidité réduit la biodégradation[29].
- **pH du milieu**: pour garantir la survie d'un microorganisme il faut maintenir le pH du milieu proche de neutralité [30].
- **Influence du taux de cristallinité**: en règle générale la biodégradation s'effectue d'abord dans la phase amorphe donc l'organisation structurale du polymère a une influence sur sa capacité à être dégradée. La vitesse de l'oxydation varie en sens inverse avec le taux de cristallinité [36].
- **Degré d'hydrophobie** : la biodégradation est rapide si le matériau est hydrophile.
- **Surface de contact spécifique micro-organismes /substrat** : la biodégradation sera rapide si la surface de contact entre le polymère et les microorganismes est importante.

II.2.4.2. Etapes de la biodégradation :

La biodégradation a lieu en deux étapes

- La première étape correspond à la rupture des chaînes et la fragmentation du polymère.
- La deuxième étape correspond à la minéralisation et il y aura la formation de CO_2 et CH_4 et H_2O . le schéma général de ces deux étapes est représenté ci-dessous.

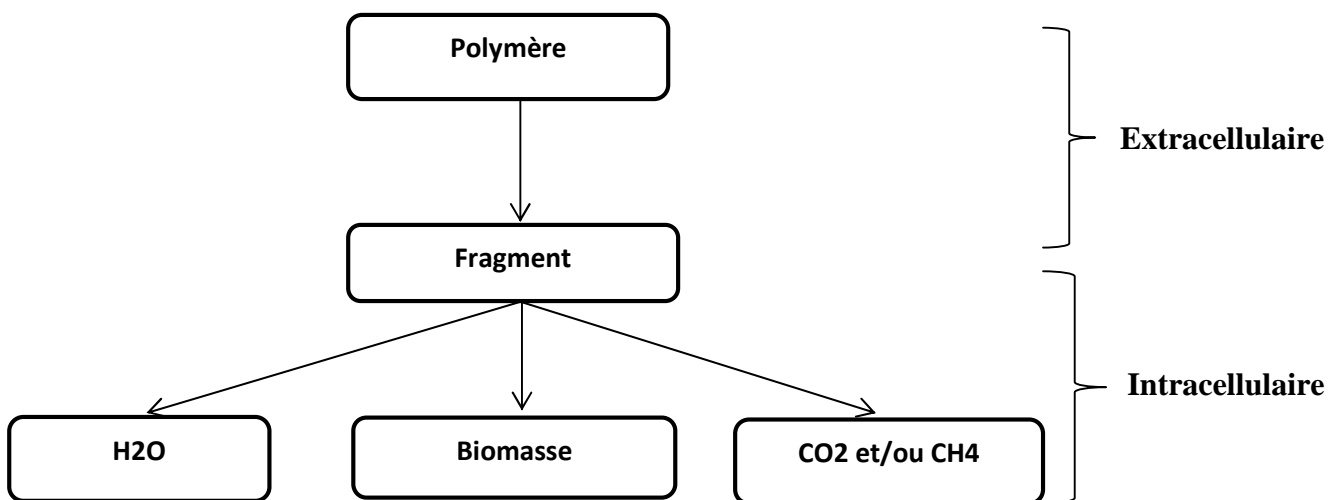


Figure 4 : Les étapes de la Biodégradation des polymères.

II.2.5. La dégradation oxydative :

Les matériaux polymères sont utilisés dans un milieu atmosphérique, ils sont donc en contact avec l'oxygène, de ce fait l'oxolongs. Elle consiste dans la réaction du plastique avec l'oxygène de l'air pour former diverses molécules plus petites que les plastiques d'origines.

Les micro-organismes peuvent se nourrir de petites molécules, ce qui était impossible avec les plastiques d'origine [37].

II.2.5.1- Mécanisme d'oxydation du polypropylène :

Le modèle conventionnel de la dégradation thermo-oxydative comporte les étapes de l'initiation, la propagation et la terminaison.

Amorçage : PH (polymère) \Rightarrow P°(radical)

Propagation : P° + O₂ \Rightarrow POO°

POO° + PH \Rightarrow POOH + P°

POOH \Rightarrow PO° + HO°

POO° + PO° + H₂O

PO° + PH \Rightarrow POH + P°

HO° + PH \Rightarrow H₂O + P°

Terminaison : POO° + POO° \Rightarrow POOP + O₂

POO° + POO° \Rightarrow P=O + POH + O₂

- le radical libre P° du polymère responsable à l'initiation de l'oxydation est formé soit par la chaleur, soit par la lumière ou soit par une contrainte mécanique.
- L'effet globale de ces réactions fait que l'oxygène se combine avec le polymère pour former des composés carbonyles qui accumuleront et provoqueront la décoloration [22].

II.2.6. L'oxo-biodégradation :

Le terme « oxo-biodégradation » est utilisé pour décrire le processus de deux stades de dégradation des polymères. Le squelette carboné du polymère est oxydé en ayant pour résultat la formation de plus petits fragments moléculaires. La première étape d'oxo-dégradation est un processus abiotique. L'incorporation d'oxygène dans la colonne vertébrale du polymère de

chaîne de carbone a pour résultat la formation de groupes fonctionnels tels que les groupes carboxyliques ou acides hydro-carboxyliques, esters aussi bien qu'aldéhydes et alcools. Les polymères d'hydrocarbures changent leur comportement d'hydrophobe à hydrophile permettant ainsi au polymère morcelé d'absorber de l'eau.

Le deuxième stade est la biodégradation des produits d'oxydation par les microorganismes (les bactéries, les champignons et les algues) qui consomment les fragments de chaîne carbonée oxydés pour former CO₂, H₂O et biomasse.

Dans la première étape d'oxo-biodégradation, la dégradation oxydative de polymère peut être accélérée par la lumière (UV) ultraviolette (la photo-dégradation) ou par la dégradation thermique en utilisant la chaleur au fil des années. L'oxydation abiotique initiale est un stade important puisqu'elle détermine le taux du processus entier [38].

Un agent pro-dégradant est introduit dans le mélange au moment de la fabrication, celui-ci va modifier le comportement du film plastique pour le rendre oxo-biodégradable. L'introduction dans le mélange d'un agent catalyseur de thermo et photo-dégradation déclenche l'oxo-biodégradation ; elle conduit à l'oxydation et à la biodégradation du polymère. Les additifs entrant dans la composition des films plastiques ont subi des tests sévères par différents laboratoires européens spécialisés dans leur domaine afin de garantir l'absence d'effets nocifs sur l'environnement.

II.3. Polymères oxo-biodégradables :

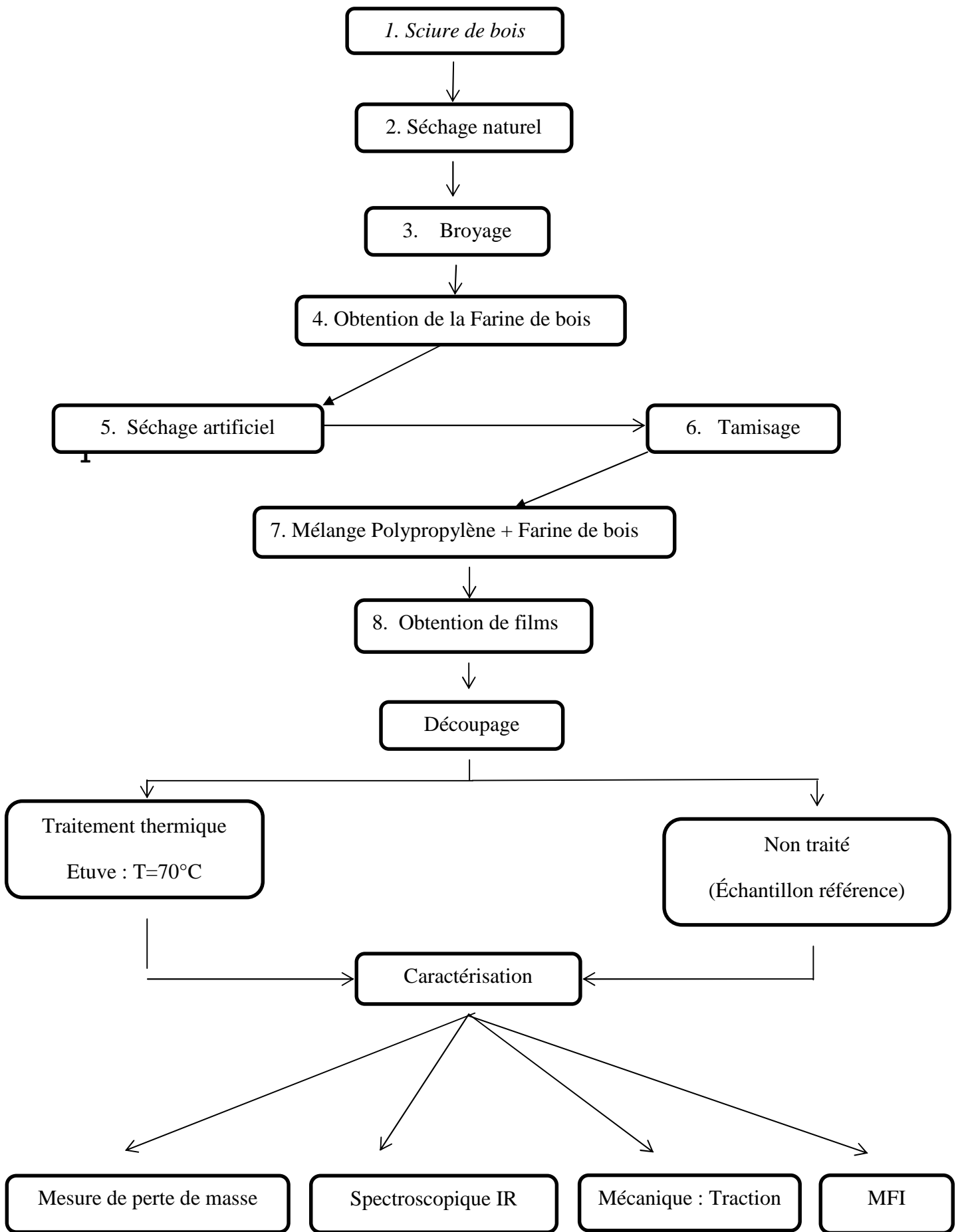
Les polymères oxo-biodégradables sont des plastiques conventionnels comme le polyéthylène, le polypropylène et le polystyrène auxquels on incorpore des additifs accélérant la décomposition de la structure chimique du plastique. Les additifs utilisés n'entament pas le processus de dégradation, ils ne font que l'accélérer une fois qu'il a été amorcé. La chaleur et /ou le soleil ainsi que l'oxygène sont nécessaires pour activer la dégradation.

Chapitre III

« Partie expérimentale »

Le polymère est mélangé à différents produits (stabilisants, lubrifiants, plastifiants, charges...) pour élaborer une formulation qui se présente le plus souvent sous forme de poudre ou de granulés. Cette formulation est ensuite fondue (cas des polymères semi-cristallins), ou plastifiée (cas des polymères amorphes), à la fois par conduction thermique depuis les parois de l'outillage de mise en forme et par dissipation d'énergie mécanique. Cette matière liquide très visqueuse est ensuite forcée dans un outillage qui va donner une première forme au produit : tube, jonc, film, pièce injectée... Cette matière thermoplastique mise en forme est alors refroidie, dans certains cas étirée ou bi étirée, pour obtenir le produit final. De ce processus de mise en forme, des paramètres d'étirage et de refroidissement, vont dépendre la structure cristalline du polymère, l'orientation de la phase amorphe, etc., qui vont déterminer les propriétés finales du produit (mécaniques, optiques...) [4]

III.1. Organigramme de la méthodologie expérimentale



III.2. Préparation de la matière première farine de bois :

III.2.1. Récupération de la sciure de bois

Lorsqu'on scie un matériau quel qu'il soit, cela crée de la sciure. Dans notre cas il s'agit de la sciure de bois récupérée chez un menuisier afin de l'ajouter au polypropylène et réaliser nos échantillons.



Figure 5 :La sciure de bois.

III.2.2. Les étapes nécessaires pour l'obtention de la farine de bois

Toutes ces étapes ont été réalisées au laboratoire de Technologie des Matériaux et de Génie des Procédés (LTMGP), université de Bejaia .

III.3.2.1. Séchage de la sciure de bois (naturel) :Le séchage naturel consiste à faire sécher le bois à l'aire libre. L'humidité contenue dans le bois s'évacue par évaporation. D'abord en surface, puis les cellules sèches aspirent par capillarité l'eau contenue plus en profondeur qui s'évapore à son tour. Son but consiste à amener le bois à son degré d'équilibre hygroscopique pour pouvoir l'utiliser en fabrication.



Figure 6 : Séchage naturel de la sciure de bois.

III.2.2.2. Le Broyage : est une opération consistant à diviser un solide, pour augmenter sa surface spécifique (surface développée de la poudre par unité de masse) et donc sa réactivité.



Figure 7 : Broyeur électrique.

III.2.2.3. Séchage de la farine de bois (dessiccateur) : À fin d'obtenir un meilleur résultat, nous avons procédé au séchage de la farine de bois dans un dessiccateur, équipement servant à protéger des substances contre l'humidité. Au laboratoire, il est constitué d'une cuve circulaire surmontée d'un couvercle ; l'ensemble est en verre épais ou en polycarbonate.

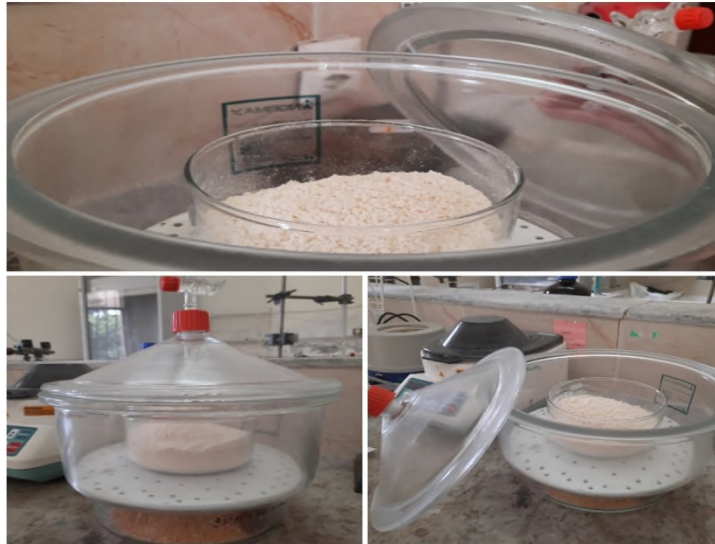


Figure 8 : Dessiccateur en verre.

III.2.2.4. Le tamisage :Le tamisage est l'une des plus anciennes méthodes d'analyse granulométrique, et aussi l'une des plus largement utilisées. Son principe de base consiste à diviser un matériau pulvérulent en le faisant passer à travers un (ou plusieurs) tamis dont les caractéristiques sont connues.



Figure 9 :Une tamiseuse électrique.

III.3. Matériaux utilisés dans la fabrication des échantillons

- Les tableaux suivants représentent les données obtenues grâce à l'extrudeuse utilisée.

❖ Matière première (polypropylène)+ bois

✚ Polypropylène vierge

Tableau3 : Les propriétés du polypropylène utilisé.

Matière & additifs	TAUX	Quantité à produire	Laize Fermée/ouverte	M. Linéaire-poids	Couleur	Taux de gonflage	Densité film Gr/m ³
BOREALIS RB307MO	100%	995(MI)-40(kg)	370/370	498(m)-20(kg)	Transparent	2.357	0.905

✚ Polypropylène+ 0.5% de bois

Tableau4 : Les propriétés du polypropylène + 0.5% de farine de bois.

Matière & additifs	TAUX	Quantité à produire	Laize Fermée/ouverte	M. Linéaire-poids	Couleur	Taux de gonflage	Densité film Gr/m ³
BOREALIS RB307MO	99.50 %	1000(MI)-40(kg)	370/370	500(m)-20(kg)	Transparent	2.357	0.900
Farine de bois	0.50 %						

polypropylène + 1% de bois

Tableau5 : Les propriétés du polypropylène + 1% de farine de bois.

Matière & additifs	TAUX	Quantité à produire	Laize Fermée/ouverte	M. Linéaire-poids	Couleur	Taux de gonflage	Densité film Gr/m ³
BOREALIS RB307MO	99 %	1006(MI) - 40(kg)	370/370	503(m)- 20(kg)	Transpa -rent	2.357	0.896
Farine de bois	1%						

III.4. Préparation des films

➤ Processus d'obtention des échantillons

A l'heure actuelle 90% des films sont produits sur des lignes d'extrusion gonflage. Ce procédé offre en effet de nombreux avantages tels que la possibilité de faire varier facilement la largeur ou l'épaisseur, ainsi que les propriétés mécaniques par le biais de l'orientation bi-axiale, d'autre part, l'amélioration des performances d'un film passe par une amélioration de la qualité, ce qui fait les équipements de contrôle ont connu un développement considérable. L'évolution vers le film de haute qualité est aussi basée sur la demande de films idéaux pour une application donnée. De ce fait, la gamme des propriétés usuelles d'un film telles que la précision des dimensions, la force et l'allongement à la rupture, le retrait, la soudabilité s'élargissent à d'autres propriétés telles que l'imperméabilité aux gaz, à l'humidité, la résistance chimique et même la biodégradabilité.

- Notre choix s'est porté sur la farine du bois qui représente une part importante des déchets de l'industrie du bois. Avant d'être incorporées au composite, les fibres de bois nécessitent un prétraitement spécifique.



Figure10 : Mélange du polypropylène + farine de bois.

Une extrudeuse est une machine utilisée dans divers domaines industriels réalisant l'extrusion de matrices de diverses natures. Elle convient aux matériaux thermoplastiques ou au caoutchouc pour leur donner le plus souvent une forme régulière prédéfinie, par exemple de poudre ou de granulés en tant que produits finis ou semi-finis. Elle se compose de :

- Ensemble vis fourreau.
- Colliers de chauffe et un régulateur de température.
- Ventilateurs de refroidissement.
- Moteur, réducteur, butée, courroies.
- Châssis.

III.4.1. Extrusion et gonflage des films PP+Farine de bois.

- La matière première qui est le polypropylène sous forme de granulé + la farine de bois passe par les principales étapes qui sont les suivantes :

1. Extrusion de la matière : La matière venant de la trémie arrive dans le fourreau, est entraînée par la vis. Le fourreau est chauffé par les colliers de chauffe répartis en plusieurs zones de chauffe. La matière est compressée et chauffée, elle passe de l'état solide à l'état

pâteux, tout au long de la vis. Les régulateurs de température, grâce aux colliers et aux ventilateurs, permettent de conserver la température désirée constante. Le moteur entraîne la vis par l'intermédiaire des courses et du réducteur, Comme le montre la figure(11).



Figure 11 : schéma d'une extrudeuse mono-vis.

La mono-vis est divisée en trois zones :

- a) **Zone alimentation:** c'est la zone d'entrée là où se développe la force de pressées.
- b) **Zone de compression** : la température augmente dans cette zone (fusion de granulé), diminution du volume qui sera compensée par la conicité du noyau.
- c) **Zone de pompage:** là où s'effectue le mélange et l'homogénéisation de la matière fondue.

2. Refroidissement : Dans la technique d'extrusion, la mise en forme du produit, à la sortie de la filière, est également assurée par une subtile ad équation entre la pression constante dans la bulle et par l'air extérieur expulsé par l'anneau de refroidissement (externe et interne).

3. Le panier de calibrage : La nécessité d'avoir une distance entre la filière et le dispositif de tirage exige la présence d'un panier de calibrage. Cette distance est appelé la hauteur de tirage. Le panier de calibrage permet donc un guidage de la bulle.

4. Mise à plat : La mise à plat est nécessaire pour éviter les plis, elle se fait avant l'entrée de la gaine dans les rouleaux de tirage. Ce dispositif peut être utilisé comme un moyen complémentaire de refroidissement. Les soufflets sont réalisés grâce à des sabots ou jeunettes

disposés latéralement au niveau des avants. Leur dimension est directement reliée à la largeur du soufflet réalisé.

5. Tirage : Ce dispositif a pour fonction de pincer et tirer la bulle. Le cylindre moteur est entraîné par un groupe moto-variateur qui lui assure une vitesse de rotation stable ainsi qu'une plage de vitesses étendu à variation progressive. Le cylindre presseur est commandé par des vérins. La pression est contrôlée de manière à ne pas fragiliser le film au niveau des plis.

6. L'enrouleur : L'enroulement consiste à conditionner et découper le produit selon les prescriptions définies. L'opération de bobinage est réalisée par deux types d'enrouleurs :

- Enroulement positif, la rotation du mandrin se fait à l'aide d'un moteur entraînant la broche porte mandrin.
- Enroulement par contre, la manière passe entre deux cylindres en appuis l'un contre l'autre, l'un est fixe et l'autre mobile.



Figure 12 : Système d'enroulement.

7. Principe de fonctionnement au niveau de la bulle :

La matière sortante de la filière subit 2 étirages mécaniques.

- Le premier dans le sens de la hauteur qui est dû à la différence de vitesse entre le tirage et la vitesse d'extrusion.
- Le deuxième, dans le sens de la largeur, est dû à l'air, légèrement sous pression, contenu dans le ballon.

Le film subit un double étirage : on dit qu'il est bi-orienté. L'air introduit dans le ballon permettra d'obtenir la largeur à plat et la vitesse de tirage permettra d'obtenir l'épaisseur. Pour éviter des différences d'épaisseur, la matière doit être refroidie de la même façon sur toute la périphérie. (figure 13)

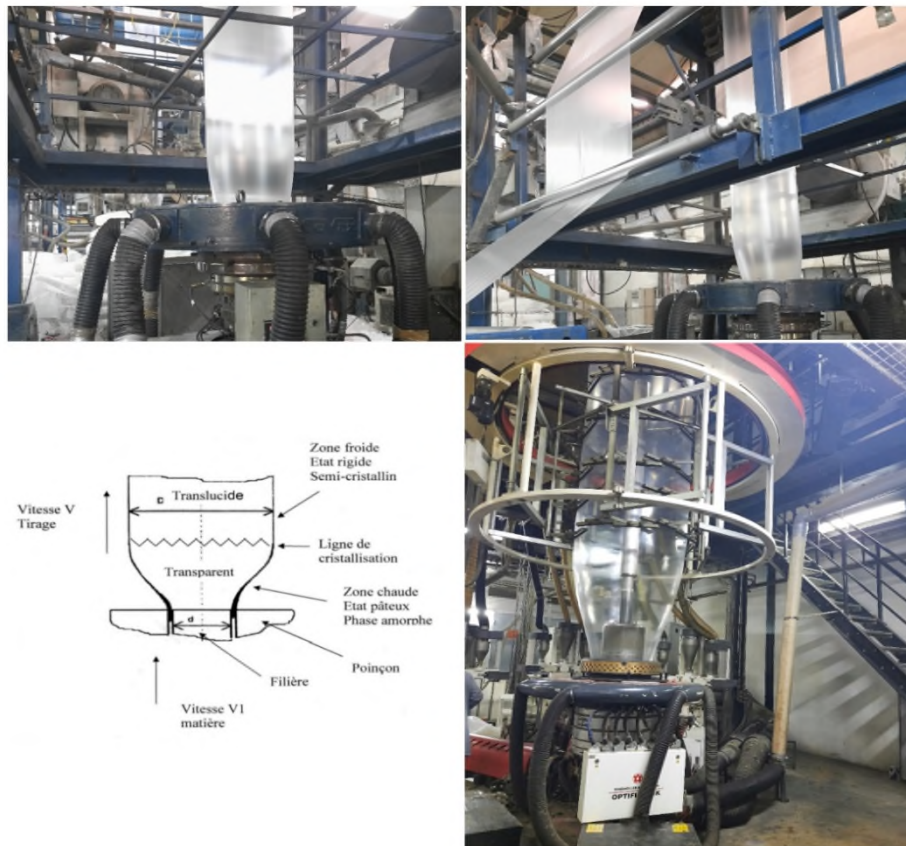


Figure 13 : Principe de fonctionnement au niveau de la bulle.

▪ Refroidissement de la bulle

Lorsque la matière sort de la tête d'extrusion, elle est étirée et gonflée. Elle se refroidit

Progressivement au contact de l'air.

- **Ligne de cristallisation**

Lorsque la matière est chaude, elle est transparente (s'il n'y a pas de colorant). Lorsqu'elle est refroidie, elle devient opaque ou translucide. On peut voir sur la bulle la zone où la matière perd sa transparence. C'est la ligne de cristallisation. Cette ligne doit être horizontale. Si ce n'est pas le cas, cela veut dire que le refroidissement ne se fait pas correctement donc qu'il y'a un défaut sur la gaine (en général de répartition d'épaisseur).

8. Fonction contrôle / surveillance :

Elle s'effectue selon une fréquence définie, par exemple à chaque changement de bobine. Sur

la gaine, le contrôle et la surveillance peuvent porter sur :

- La largeur à plat ou le diamètre Auto/Manu
- L'épaisseur Auto/Manu
- L'aspect de surface extérieur Auto/Manu
- Caractéristiques mécaniques (dart-test, traction, rétraction).

Les contrôles effectués en automatique sur les lignes instrumentés vont détecter d'éventuelles dérives et, dans la mesure du possible, corrigeront celles-ci. Si la dérive est trop importante, le système préviendra pour une intervention manuelle.

9. Elaboration des échantillons

A base de polypropylène 03 échantillons ont été élaborés, soient :

- **Echantillon 01:**PP VIERGE
- **Echantillon 02:**PP + 0.5% de farine de bois
- **Echantillon 03:** PP+ 1% de farine de bois

III.5. Préparation de l'éprouvette :

Les échantillons sont découpés avec une dimension de 12.5 cm de longueur et 2 cm de largeur pour avoir une bonne fixation aux tiges de l'étuve à l'aide de trombones, et aussi une facilité d'observation du vieillissement de ces derniers au cours du temps. Les échantillons

ont été posés dans une étuve réglée à une température de 75°C, au niveau du laboratoire de MERIPLAST.



Figure 14 :Etuve fixée a 75°C.

III.6. Techniques d'analyse des échantillons

III.6.1. Perte de masse

La perte de masse se base sur la pesée de l'échantillon avant et après le traitement thermique à l'aide d'une balance électronique. La perte de masse a été calculée à partir de la relation

$$\text{suivante : } m(\%) = \left[\frac{(m_i - m_f)}{m_i} \right] * 100$$

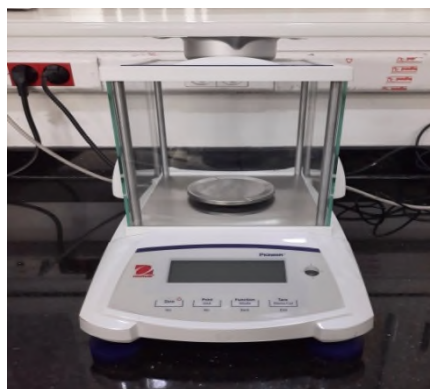


Figure 15 : Balance électronique.

III.6.2. Spectroscopie IR

On va travailler avec la spectroscopie infrarouge car c'est une technique simple et fiable, en recherche et dans l'industrie. Elle exploite le fait que nos molécules absorbent des fréquences spécifiques caractéristiques de leur structure. Les absorptions correspondent aux fréquences de résonance, à savoir les fréquences telles que le rayonnement absorbé correspond à la fréquence de la liaison ou du groupe en vibration. On a donc insérer nos films dans l'appareil représenté dans la figure 16 a fin d'obtenir des spectres pour nos échantillons qu'on va interpreter dans la partie Discussion et Résultats. La partie infrarouge du spectre électromagnétique est généralement divisée en trois régions :

- L'infrarouge proche à plus haute énergie, de 14000 à 4000 cm^{-1} , peut exciter des vibrations harmoniques.
- L'infrarouge moyen de 4000 à 400 cm^{-1} , peut être utilisé pour étudier les vibrations fondamentales et les structures associées rotations-vibrations.
- L'infrarouge lointain, ($400 \sim 10\text{ cm}^{-1}$), proche de la région des micro-ondes, est à basse énergie et peut être utilisé pour de la spectroscopie rotationnelle.

Le spectre infrarouge de nos échantillons ont été enregistrés en faisant passer le rayon infrarouge à travers les échantillons.



Figure 16 : Spectromètre de FT-IR utilisé.

III.6.3. Essai de traction

L'essai le plus fréquemment utilisé afin de déterminer le comportement mécanique d'un matériau est l'essai de traction. Cet essai est caractérisé par sa facilité de mise en œuvre et par la richesse des informations fournies.

Cette expérience consiste à placer une petite barre du matériau à étudier entre les mâchoires d'une machine de traction qui tire sur la barre jusqu'à sa rupture. On enregistre l'allongement et la force appliquée, que l'on convertit ensuite en déformation et contrainte. Une variante moderne des essais de traction consiste à utiliser la force centrifuge sur un assemblage pour générer une contrainte de traction. Lorsque la valeur limite de résistance à la traction (exprimée en MPa ou N) d'un assemblage ou d'un collage est égale à la force centrifuge appliquée, on génère la rupture de ceux-ci et enregistre la limite de rupture.

- **Module d'élasticité (Module de Young) :**

$$\Sigma = \sigma \text{ (contrainte à la rupture)} / \epsilon \text{ (allongement à la rupture)}$$

Sachant que : $\epsilon : L_0 - L / L_0$

L_0 : Distance initiale de l'éprouvette. L : Distance finale (après déformation) de l'éprouvette.



Figure 17 : Appareil de traction de type Zwick-Roell.

III.6.4. Meltflow index (MFI)

Le Melt flow index (MFI) ou indice de fluidité à chaud (IFC) ou encore indice de fluidité (IF), également connu sous les noms Melt flow rate (MFR) ou Melt index (MI), est une méthode communément utilisée dans l'industrie des plastiques pour la caractérisation des matériaux thermoplastiques, surtout les polyoléfines. Elle permet d'estimer leur extrudabilité.

Il s'agit d'une méthode thermomécanique en sollicitation statique. En effet, une perturbation (pour ce test, une pression) constante est appliquée à la matière, à une température donnée. L'indice de fluidité à chaud mesure, en unités arbitraires, la masse écoulée à travers une filière cylindrique d'une matière thermoplastique à l'état « fondu » (état fluide ou déformable), dans des conditions définies de température et de pression pendant un temps donné.

Ce critère fournit des informations sur les possibilités de transformation de la matière.

Cette méthode traditionnelle et relativement simple, elle est facilement utilisable pour le contrôle qualité de lots en production et en réception.

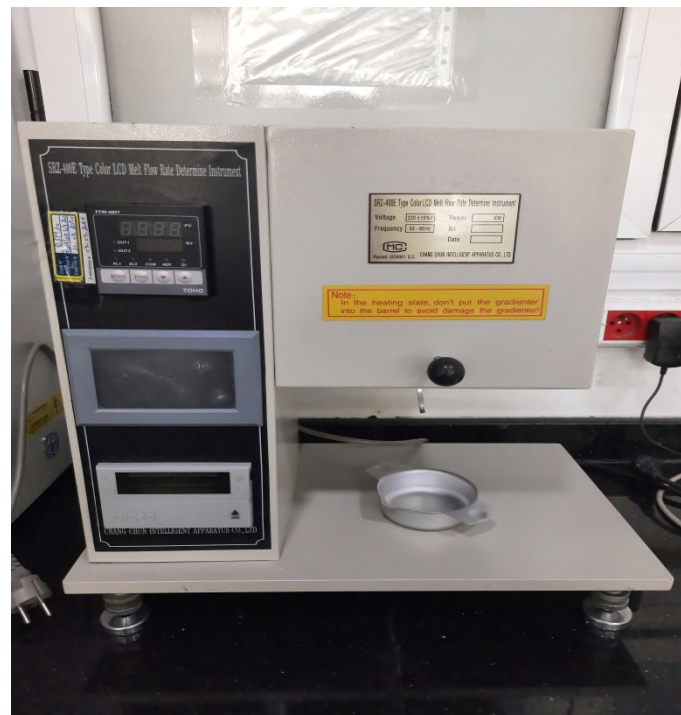


Figure 18 : Appareil de test MFI.

Chapitre IV

« Résultats et discussion »

IV.1. Evolution de la perte en masse

Ayant noté la masse des éprouvettes à l'état initial (m_i) et à l'état final après chaque prélèvement (m_f), nous avons calculé le pourcentage de perte en masse durant le séjour des échantillons dans l'étuve, en utilisant la formule suivante :

$$m (\%) = [(m_i - m_f) / (m_i)] * 100$$

Les résultats obtenus sont représentés sur la figure 7

Tableau6 : La pesée de masse des échantillons durant 43 jours dans l'étuve.

Echantillons / Jours	PP Vierge	PP+ 0.5% Bois	PP+ 1% Bois
0 jours	0.1670	0.2546	0.5980
7 jours	0.1606	0.2543	0.5971
15jours	0.1605	0.2510	0.5879
22 jours	0.1472	0.2006	0.5780
29 jours	0.1390	0.1542	0.5710
36 jours	0.1140	0.0912	0.5669
43 jours	0.1002	0.0687	0.5580

Tableau7 :Le pourcentage % de perte de masse calculé en fonction du temps et du taux d'additif.

Echantillons / Jours	PP Vierge	PP + 0.5% Bois	PP+ 1% bois
0 jours	0	0	0
7 jours	3.8323	0.1178	0.1505
15jours	3.8922	1.4139	1.6889
22 jours	11.8562	21.209	3.3444
29 jours	16.7664	39.434	4.5150
36 jours	31.7365	64.179	5.2006
43 jours	40.00	73.016	6.6889

N.B

Aucun stabilisant n'a été ajouté au pp vierge d'où on remarque sa dégradation.

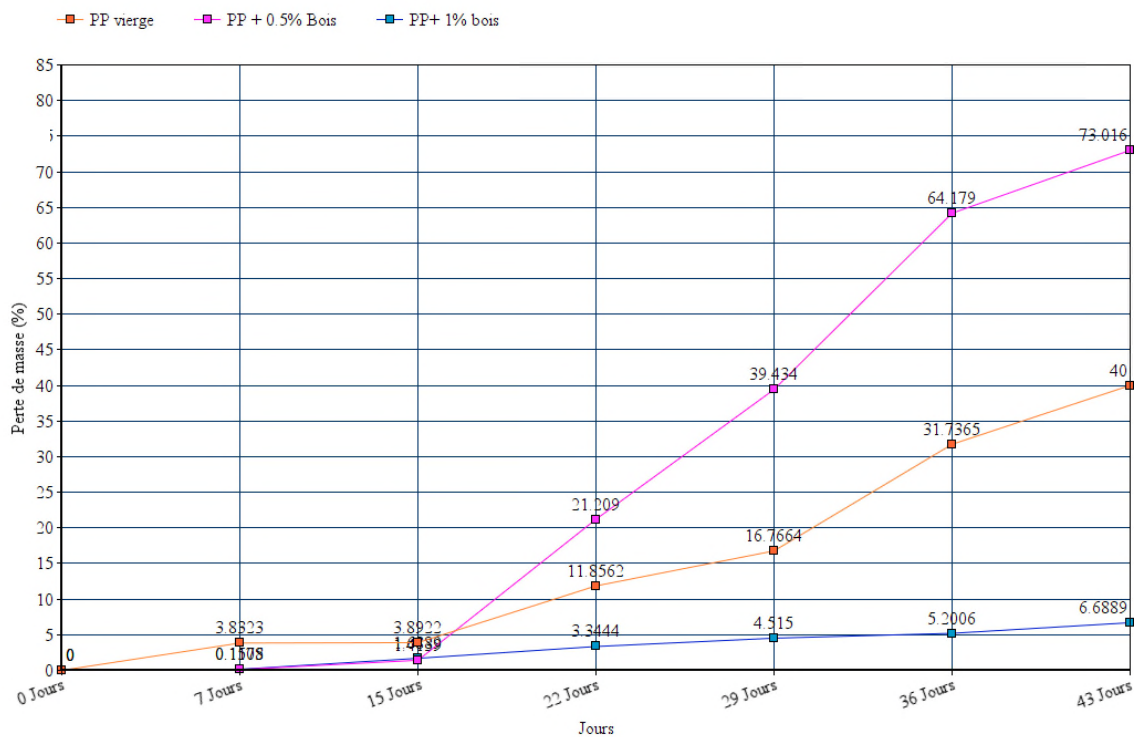


Figure19 : Evolution de la perte de masse en fonction du temps.

La figure 19 : représente l'évolution de la perte en masse des éprouvettes en fonction du temps. A partir des courbes obtenues on note que pour l'intervalle [0- 15jours] la perte en masse évolue pratiquement de la même manière pour les différents échantillons. Cette perte n'est pas importante, il s'agit d'une phase d'induction. Ce qui peut être interprété uniquement par la présence de molécules volatiles qui se libèrent sous l'effet de la température (Ceci est attribué au mécanisme de dégradation).

On remarque qu'à partir de 15 jours la perte en masse évolue de manière différente :

- Pour l'échantillon à 1% d'additif on note que l'augmentation en perte de masse est faible. En effet les macromolécules du bois ne diffusent pas et ne se dispersent pas convenablement au sein du polymère.
- Pour les éprouvettes à 0 % (pp vierge) et à 0.5% d'additif on note que la perte de masse augmente considérablement ce qui peut être interprété par la dégradation thermique du polymère.

- La perte en masse pour les éprouvettes à 0.5 % est plus importante que celles à 0%. La petite quantité de bois ajouté (0,%) diffuse au sein du polymère et accélère sa dégradation thermique.

Dans notre aucun stabilisant n'a été introduit (faute de non-disponibilité de celui-ci), c'est pour cela que le polymère vierge se dégrade quand même.

IV.2. Résultats IR

La spectroscopie infrarouge est bien connue pour l'étude et l'observation des fonctions chimiques et groupements caractéristiques portés par les molécules.

Les figures ci-dessous représentent les spectres IR des films de PP vierge et a (0,5% et 1% d'additif), et montrent les changements dans les films de PP avant et après le processus de la dégradation, En effet, elle indique tous les groupements présents dans les échantillons.

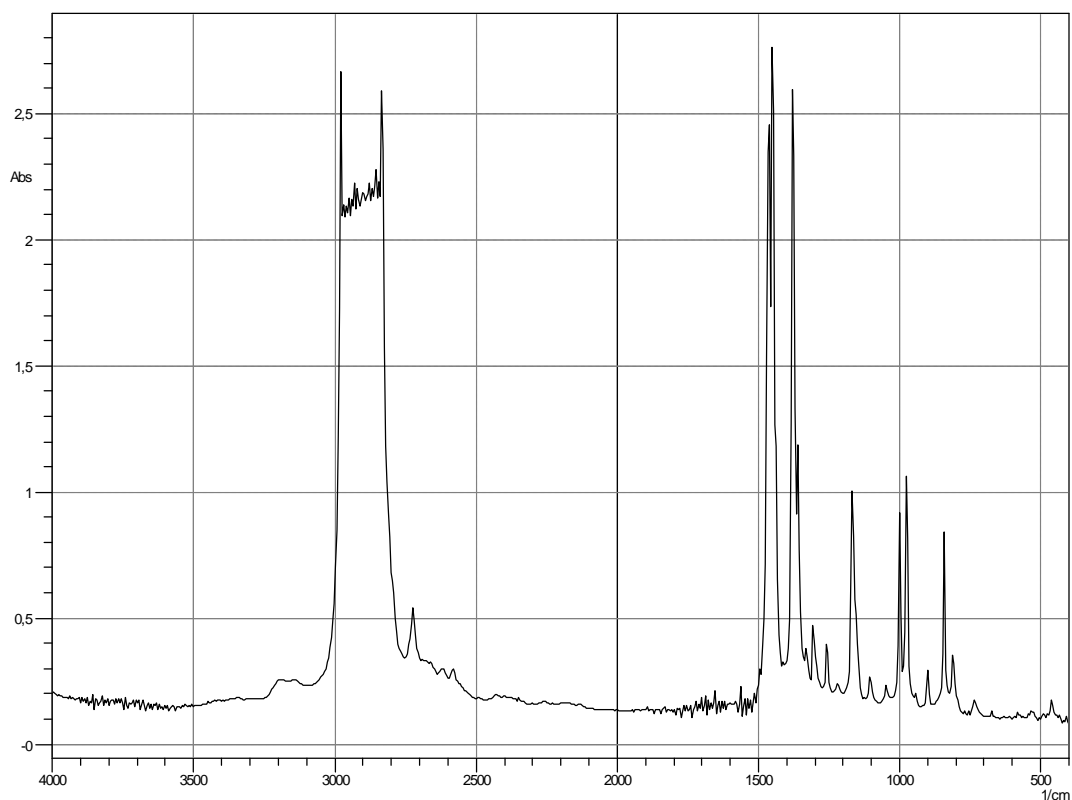


Figure 20 : Spectre IR de l'échantillon PP vierge dans le domaine 450-4000 cm^{-1} .

Les bandes d'absorption principales du pp vierge utilisé :

L'analyse du spectre IR du pp vierge (Figure 20) a montré :

- 4 pics à 2950 cm^{-1} , 2760 cm^{-1} , 2930 cm^{-1} et 2745 cm^{-1} caractéristiques de la vibration d'élongation ν (C-H).
- Un pic à 1375 cm^{-1} attribué aux vibrations de déformation σ (CH_3) dans le plan.
- Trois pics à 1400 cm^{-1} , 1450 cm^{-1} et 1500 cm^{-1} attribués aux vibrations de déformations σ (CH_2).
- Les trois pics à 1250 cm^{-1} , 1190 cm^{-1} et 800 cm^{-1} caractéristiques des groupements méthyles CH_x avec $x=1,2$ et 3 .

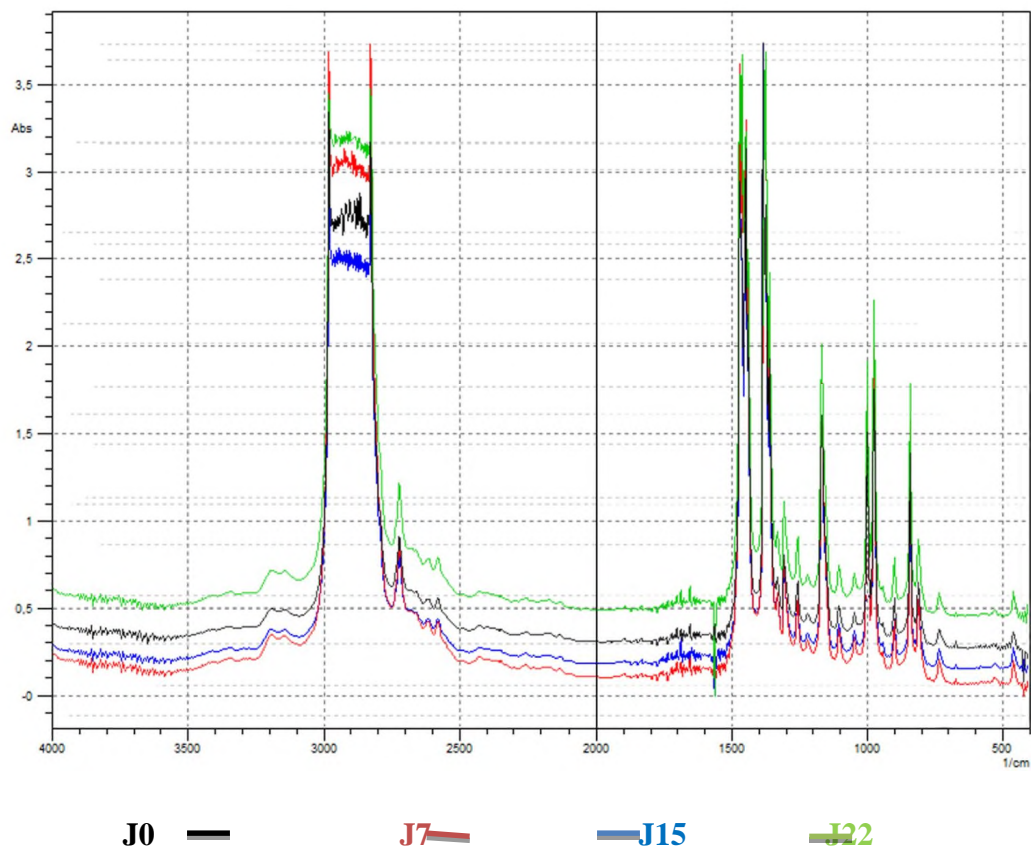


Figure 21 : Spectre IR de l'échantillon PP vierge après 22 jours de dégradation dans le domaine $450\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$.

La superposition des spectres du PP vierge analysé durant 3 semaines nous a permis d'observer ceci :

-Une comparaison des spectres IR du PP vierge entre J0 et J15 indique clairement qu'aucun changement notable n'a été observé.

-Apparition d'un pic d'une intensité de 1569 cm^{-1} attribué aux vibrations de déformation $\sigma(\text{CH}_3)$ dans le plan (J22).

Tableau 8 : Pics d'absorption du spectre infrarouge de la farine de bois.

Nombre d'onde (cm^{-1})	Liaison	Composant
3100-3800	O-H	Cellulose
2850-2910	C-H	Cellulose-Hémicellulose
1740	C=O	Groupe ester
1640	H ₂ O	Eau
1510-1600	C=C	Lignine
1420-1460	C-H	Hémicellulose
1320-1370	C-H ₂	Polysaccharides
1260	C-H	Hémicellulose
1155-1225	C-O-C	Cellulose- Hémicellulose
1055	C-O	Cellulose- Hémicellulose
1035	C-O	Lignine

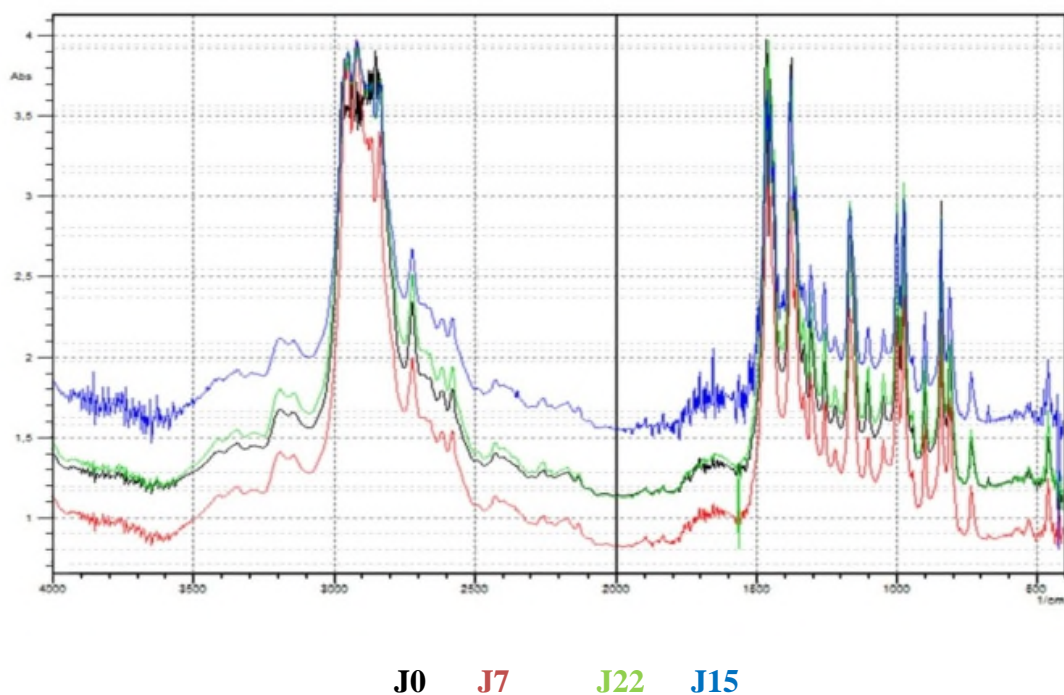


Figure 22 :Spectre IR de l'échantillon PP vierge +0.5% de farine de bois après 22 jours de dégradation dans le domaine 450-4000 cm^{-1} .

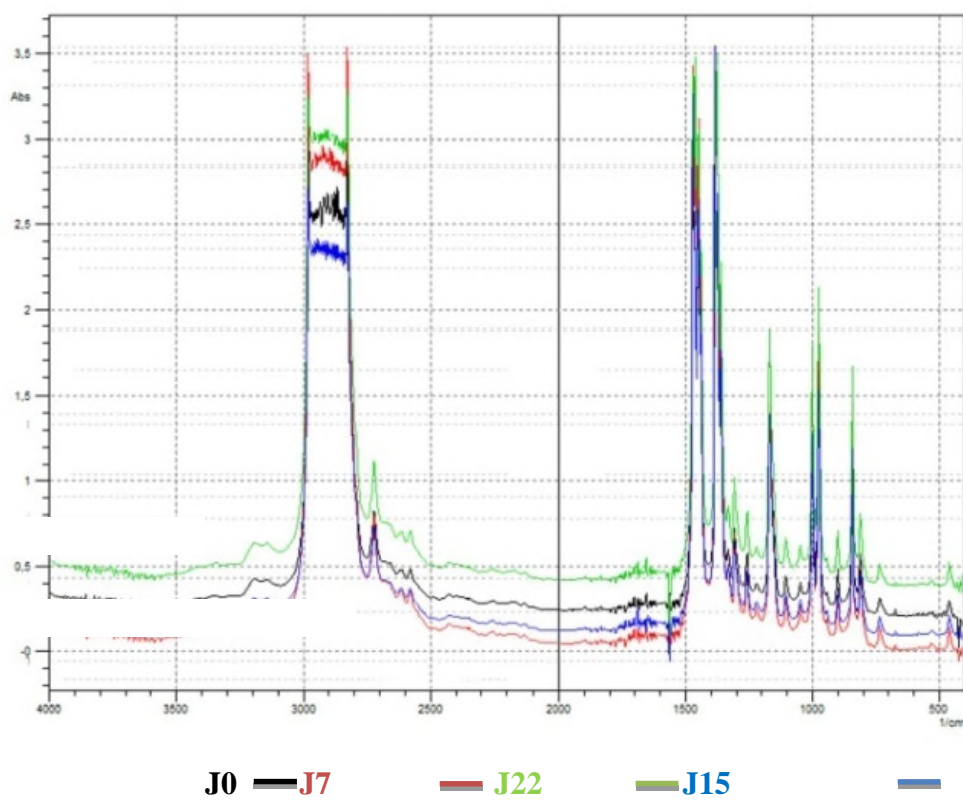


Figure 23 :Spectre IR de l'échantillon PP vierge + 1% de farine de bois après 22 jours de dégradation dans le domaine 450-4000 cm^{-1} .

Pour les figures (22,23), après exposition des différents échantillons à la température, on constate en plus des bandes principales de la farine de bois et du polypropylène l'apparition d'un pic d'une intensité de 1569 cm^{-1} C=C attribué à la lignine (aromatique), ce dernier a été observé au bout de la deuxième et la troisième semaine (J15 - J22)

Pour l'échantillon PP à 0.5% d'additif le spectre IR révèle l'apparition d'un pic d'une intensité de 1569 cm^{-1} C=C attribué à la lignine (aromatique), (J15) qui a disparu juste après (J22), de plus, l'intensité des pics d'absorption situés entre 3100 et 3800 cm^{-1} , attribuée aux groupements hydroxyles de la cellulose, augmente ceci confirme l'accroissement du taux de cellulose dans les fibres traitées.

On va s'intéresser particulièrement au changement remarqué au niveau du pic à 1740 cm^{-1} . Le traitement thermique a conduit à une augmentation de la bande carbonyle à 1740 cm^{-1} . Ce changement peut être expliqué par la dégradation des hémicelluloses et par la formation de nouveaux groupements carbonyles, qui peut être expliqué à son tour par des réactions d'estérification qui se produisent dans le réseau de la lignine et non pas dans l'hollocellulose (Tjeerdsma et al. 2005). Les groupements carbonyles peuvent également apparaître suite à une scission de chaînes du polypropylène et oxydation de celui-ci.

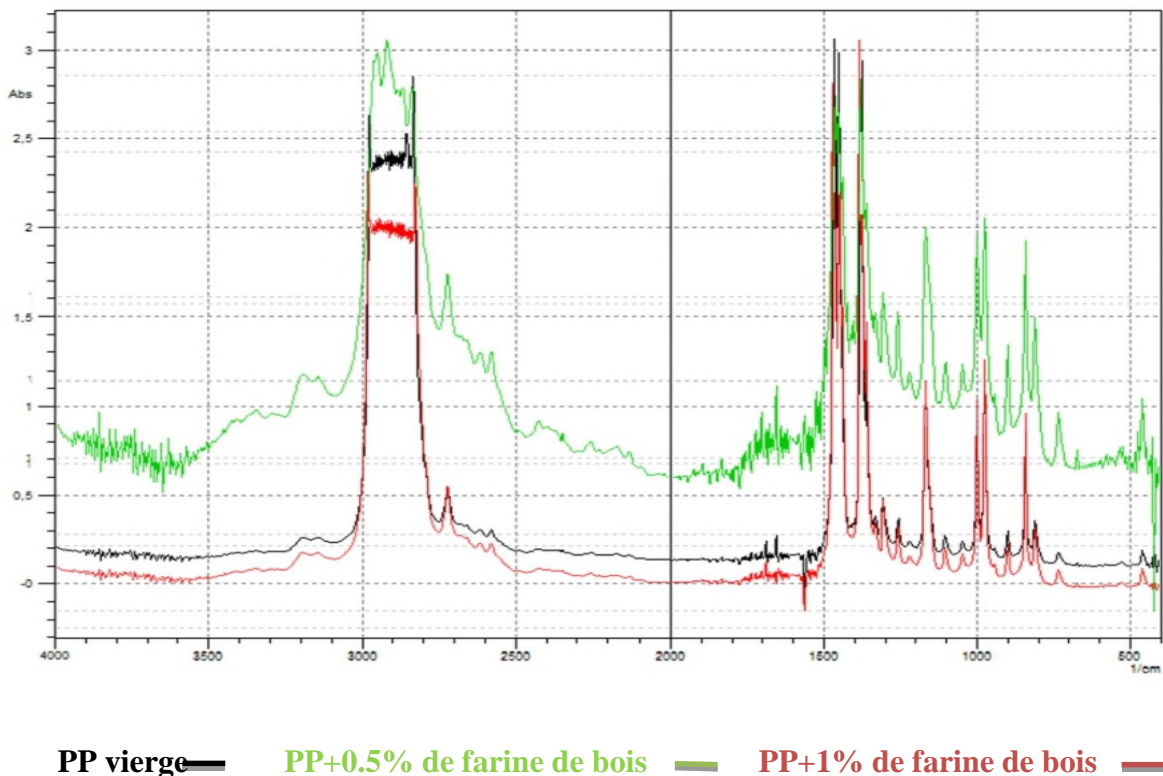


Figure24 : Spectre IR des échantillons PP vierge et À 0.5% et 1 % de farine de bois après 22 jours de dégradation dans le domaine $450-4000\text{cm}^{-1}$.

Après comparaison des différents échantillons (Figure 23) on constate en plus des bandes qui caractérisent le polypropylène, l'apparition d'une bande d'une intensité de 1569 cm^{-1} attribué aux vibrations de déformation $\sigma(\text{CH}_3)$ ainsi la présence de deux autres bandes l'une d'une intensité de 1569 cm^{-1} C=C attribué à la lignine(aromatique) et l'autre entre 3100 et 3800 cm^{-1} , attribuée aux groupements hydroxyles de la cellulose, ces groupements sont formés suite à la dégradation des échantillons. On a donc scission de chaînes macromoléculaires.

On remarque que la structure chimique de la paroi cellulaire des fibres de bois a été modifiée par le traitement thermique, une différence au niveau de l'intensité des pics a été remarquée, dépendamment de l'espèce et du temps de traitement. Le traitement thermique a conduit à une augmentation de la bande carbonyle à 1740 cm^{-1} , ce qui peut être expliqué par la dégradation de l'hémicellulose, par la formation de nouveaux groupements carbonyles grâce à des réactions d'estérification et probablement scission de chaînes au niveau du polypropylène.

IV.3. Résultats de traction

Tableau 9 : valeurs de l'allongement à la rupture en fonction du temps

ECHANTILLION / JOURS	VIERGE	0.5%	1%
Jour 0	360	8.5	2.2
7 jours	24	8.4	1.9
15 jours	18	610	18
22 jours	130	610	12
29 jours	280	570	9
36 jours	270	52	8

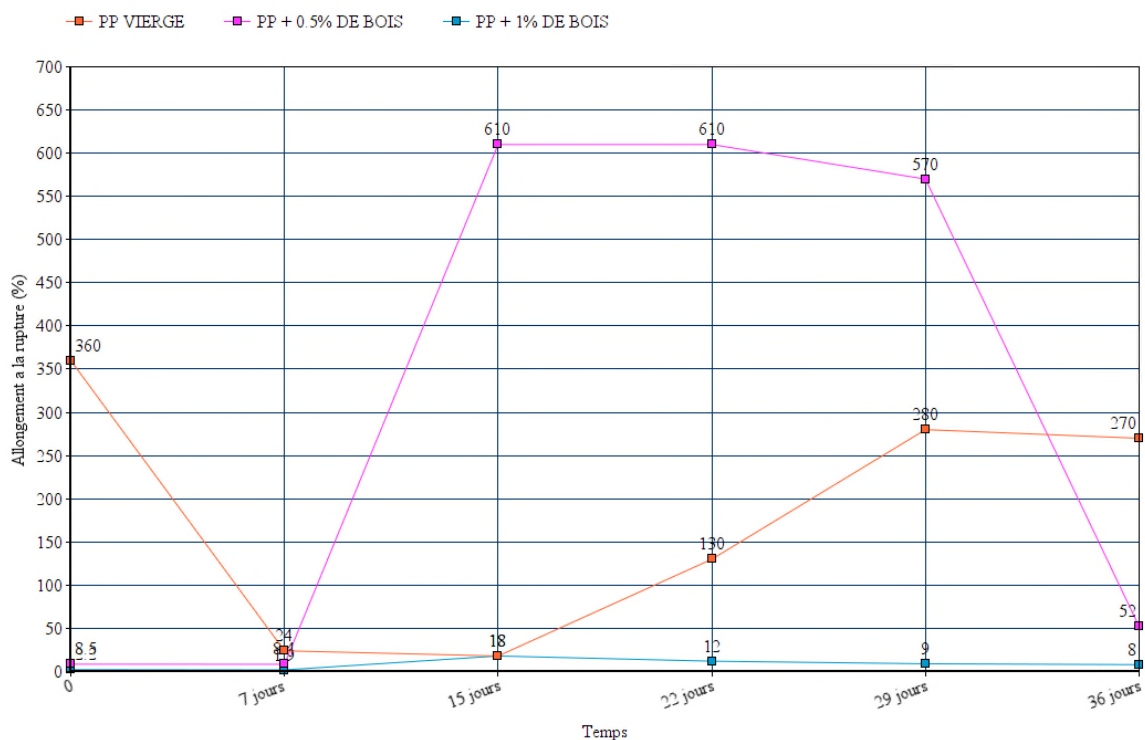


Figure 25 : Allongement à la rupture en fonction du temps.

La figure 25 représente l'évolution de l'allongement à la rupture des films en fonction du temps d'exposition en thermo oxydation à une température de 75°C.

On constate une diminution brusque de l'allongement à la rupture durant la première semaine pour le pp vierge contrairement aux autres échantillons qui ont une diminution de l'allongement à la rupture lente, ceci est dû aux dégradations subies et plus précisément aux scissions de chaînes qui diminuent la masse molaire moyenne. Autre conséquence est la diminution de nombre d'enchevêtrement qui retiennent les chaînes et assurent l'élasticité du polypropylène.

A partir du 7eme jour on remarque une augmentation de l'allongement pour nos échantillons est ceci s'explique par la génération des bandes de cisaillement [41].

Au-delà du 22eme jour on observe une diminution encore une fois de l'allongement à la rupture pour le 0.5 et 1% d'additif (29^{ème} jour pour le PP vierge), ceci a déjà été expliqué précédemment. Ajoutant à cela le fait que les fibres soient hydrophiles et le PP soit hydrophobe qui conduit à une absorption d'eau ainsi que la mauvaise dispersion de la charge

dans le pp et la mauvaise adhésion interfaciale entre la matrice (PP) et la charge (bois) ce qui conduit à une chute des propriétés mécaniques.

L'allongement à la rupture traduit numériquement notre observation visuelle. La valeur la plus élevée de l'allongement est trouvée dans le cas de l'échantillon à 0.5% d'additif ceci reflète son étirement et sa rigidité, les résultats montrent que ces films se dégradent plus rapidement que ceux à 0 et 1% soit un écart de 7 jours. Ces résultats confirment ceux donnés par la spectroscopie IRTF.

Dans notre cas, l'amélioration des propriétés mécaniques pourrait être associée à l'amélioration au niveau de l'adhésion entre les fibres de bois et la matrice. Cette hypothèse a été aussi confirmée par Kaboorani et al. (2008).

IV.4. Résultats indice de fluidité

Trois échantillons différents ont été découpés et mis dans une étuve durant 3 semaines pour enfin les utiliser durant ce test.

L'indice de fluidité à chaud (MIF) est donné, en grammes durant le temps de référence, par l'équation :

$$IF = s \cdot m / t \quad \text{g} / 10\text{min}$$

s : temps de référence en seconde (s=600s).

m : masse moyenne des extrudas obtenue en (g).

t : intervalle de temps en seconde entre deux coupe d'un extruda.

Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau 10 : Valeurs des indices de fluidité des trois échantillons avant leur introduction dans l'étuve.

Echantillons	PP vierge	PP+ 0.5% bois	PP+ 1% bois
MFI g/10min	0.71685	0.64485	0.63450

Tableau11 : Valeurs des indices de fluidité des trois échantillons après deux semaines dans l'étuve.

Echantillons	PP vierge	PP+ 0.5% bois	PP+ 1% bois
MFI g/10min	0.81643	0.65602	0.6431

Tableau 12 : Valeurs des indices de fluidité des trois échantillons après 3 semaines dans l'étuve

Echantillons	PP vierge	PP+ 0.5% bois	PP+ 1% bois
MFI g/10min	0.91440	0.66809	0.659895

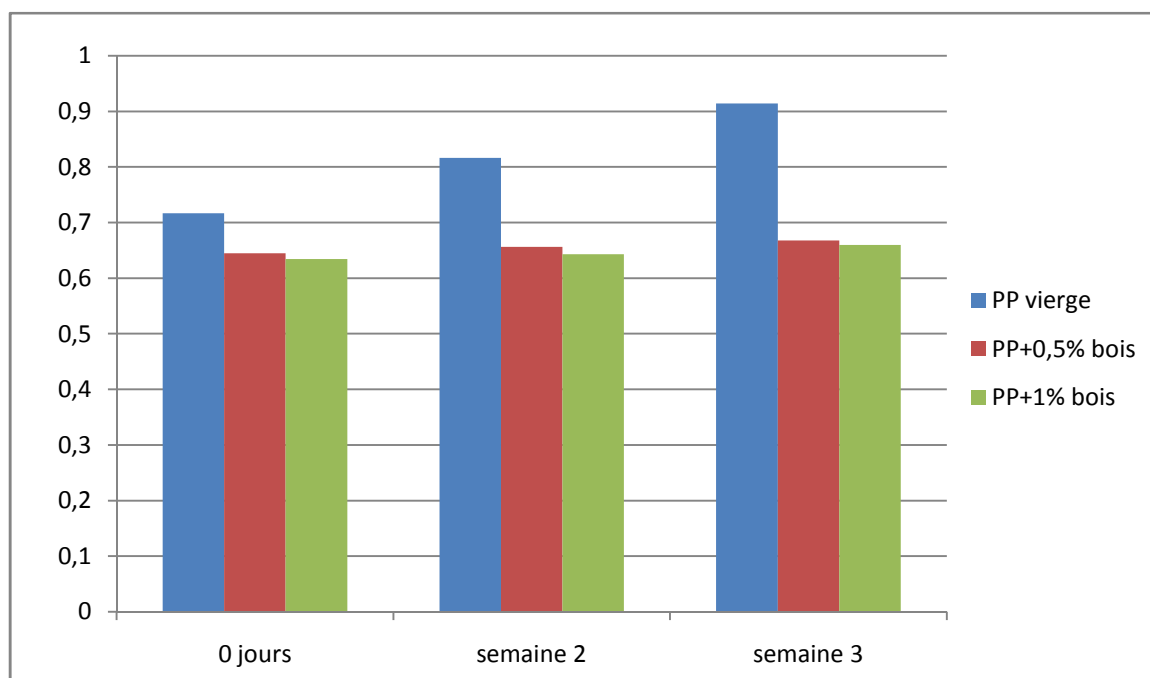


Figure 26 : Variation de l'indice de fluidité en fonction du temps

On note d'après la **figure [26]** :

L'augmentation de la valeur de l'indice de fluidité pour les trois échantillons vierge, 0.5% et 1% d'additif avec l'augmentation de la période d'exposition de ces derniers à haute température dans l'étuve. Cette augmentation durant le temps de traitement thermique est due à la scission de chaînes qui deviennent plus petites.

D'après les résultats enregistrés, nous constatons clairement que le PP vierge présente une valeur plus élevée au début ainsi qu'après deux et trois semaines dans l'étuve par rapport aux autres formulations. L'introduction de molécules de bois fait diminuer l'indice de fluidité.

Conclusion générale

Le but principal de cette étude est de préparer des formulations à base de polypropylène auxquelles on introduit de la sciure de bois à différentes concentrations et d'étudier l'effet de cette dernière sur le matériau, tout en profitant des caractéristiques et propriétés qui revêtent la fibre naturelle du bois mais aussi des propriétés du thermoplastique employé. Un des points les plus importants à souligner et qui a incité au développement de cette recherche est le fait d'utiliser des techniques simples et peu coûteuses par rapport aux autres. En effet, au cours de cette étude, des échantillons ont été fabriqués à partir de la farine de bois et des granulés de polypropylène. La farine de bois n'a pas subi de traitement préalable, La technique de mélange à sec a été adoptée pour la préparation des mélanges avant leur mise en œuvre. Les conditions de mélange ont été établies à travers des essais effectués au laboratoire.

Dans la première partie de notre étude on a préparé la farine de bois, (séchage, broyage et tamisage de la sciure de bois). L'étape suivante consiste en la préparation des films PP - farine de bois à 0 ; 0,5 et 1% en poids par extrusion – gonflage. Les échantillons ainsi obtenus ont été soumis à une température de 70°C durant 49 jours et étudiés par spectroscopie Infrarouge, perte de masse, indice de fluidité (MFI) et les tests de traction, au cours du temps de séjour dans l'étuve. Au terme de cette étude et sur la base des résultats expérimentaux, nous pouvons tirer les conclusions suivantes :

La perte de masse pour les échantillons à 0.5% de farine de bois est plus élevée par rapport à celle des autres échantillons (0 et 1%).

La spectroscopie IR des échantillons exposés aux conditions expérimentales révèle des bandes caractéristiques des groupements carbonyles, hydroxyles et aromatiques qui indiquent -une dégradation des échantillons sous l'effet de la température. D'après l'intensité des pics la meilleure dégradation est obtenue pour l'échantillon à 0.5 % d'additif.

L'étude de traction a montré que les propriétés mécaniques du polypropylène n'ont pas été améliorées par l'ajout du bois avec un grand pourcentage de poids (1%). En conséquence le PP avec 0.5% de farine de bois est recommandé pour les applications industrielles.

L'indice de fluidité du PP vierge présente une valeur plus élevée durant 3 semaines par rapport au composite PP/Farine de bois. L'introduction de la farine de bois diminue l'indice de fluidité.

La sciure de bois est un déchet, son introduction en faibles quantités au sein du polypropylène a conduit à sa valorisation et à la dégradation du polymère, d'où la protection de l'environnement. Toutefois, il est recommandé d'ajouter un compatibilisant permettant l'adhésion entre les chaînes du polypropylène et les molécules du bois durant son utilisation.

Références bibliographiques

[1] Michael F Ashby/David R.H. Jones, Matériaux 2. Microstructures, mise en œuvre et conception. 3ème édition Dunod, 2008

[2] <http://www.meriplast.dz/pages/present.html>

[3] Patrick Combette, Isabelle Ernoult, I. Structure, Fabrication, Emploi, tome I, 2005

[4] Marc Carrega et coll, Matériaux polymères, 2ème édition (DUNOD), 2007

[5] Harrington J.J. Microfibril Angle in wood ED. B. G. Butterfield, IAWA/IUFRO New Zealand, 1998.

[6] Michel Fontanille, Yves Gnaoui, Chimie et physico-chimie des polymères, 3ème édition DUNOD, 2014.

[7] Serge Etienne, David Laurent, Emilie Gaudry, Philippe Lagrange, Julian Ledieu, Jean Steinmetz, Les matériaux de A à Z, Edition (DUNOD), 2008.

[8] M. Fontanille, Yves Ghanou, Chimie et physico-chimie des polymères, 2002.

[9] Gugumus, «Reexamination of thermal oxidation reaction of polymers, thermal oxidation of PE», Polymer Degradation and stability, 76 329-34, 2012.

[10] Marc Carrega, Matériaux polymères, Dunod, Paris, 2000

[11] J. Verdu, « Vieillessement des plastiques », Edition Afnor technique, Paris (1984).

[12] Maharbi Abdelkader. Etude du comportement des films polymériques à base de polystyrène et des mélanges (PVC/PS). Biskra. 2013/2014.

[13] Bledzki AK ; Gassan J. Composites reinforced with cellulose based fibres. Progress in polymer science, 1999, 221-274, 24p.

[14] A.Gharbi,R.B.Hassan and S.Bufi ,[composite materials from unsaturated polyester resin and olive nuts residue :the effect of silane treatment],Industrial Crops Products,vol62,pp,491-498,2014

[15] Sjostrom.E.Wood Chemistry :Fundamentals and Applications,San Diego,Academic,Press,INC,1993

[16]F.Gugums, «Thermo oxidative degradation of polyolefins in the solid state, Part 2: Homogeneous and heterogeneous aspects of thermal oxidation», Polymer Degradation and Stability, 52 , 145-157,(1996).

[17]M. Hogos, «Role of the interface dynamic», Polymer Degradation and Stability, 91 1433-1442, (2006).

[18]H. Nakatani, S.Suzuki, T.Tanaka, M.Terano, «New kinetic on the mechanism of thermal oxidative degradation of PP with various tacticities», Polymer, 46,12366-12371,(2015).

[19] M. Kato, Z.Ozawa, «Effect of stereo regularity on thermo oxidative degradation of polypropylene», Polymer Degradation and Stability, 65 , 457-461(1999).

[20]M. Elvira, P.Tiemblo, J.M.Gomez-Elvira, «Changes in the crystalline phase during the thermo-oxidation of ametallocene isotactic polypropylene. A DSC study», Polymer Degradation and Stability, 83, 509-518,(2004).

[21] N. Olivares, P. Tiemblo, J.M.Gomez-Elvira, «Physicochemical processes along the early stages of the thermal degradation of isotactic polypropylene I. Evolution of the gamma relaxation under oxidative conditions», Polymer Degradation and Stability, 65, 297-302,(1999).

[22]F.Gugums, «thermo oxidative degradation of polyolefins in the solid state, 6 Kinetics thermal oxidation of polypropylene», polymer Degradation and Stability, 62 , 235-243,(1998).

[23] M. Kato, Z.Ozawa, «Effect of stereo regularity on thermo oxidative degradation of polypropylene», Polymer Degradation and Stability, 65, 457-461,(1999).

[24] A. B. Mathur, G. N. Mathur, «Thermo-oxidative degradation of isotactic polypropylene film: Structural changes and its correlation with properties», Polymer, 23 (1982) .

[25] M. S. Rabello, J.R. White, «The role of physical structure and morphology in the photo degradation behavior of PP», *Polymer Degradation and stability*, 56 (1997) 55-73.

[26] J. Kotek, I. Kelnar, J. Baldrian, M. Raab, «Structural transformations of isotactic polypropylene induced by heating and UV light», *European polymer journal*, 40 (2004) 2731-2738.

[27] J. S. Fabiyi, A. G. McDonald, M. P. Wolcott, P. R. Griffiths, «Wood plastic composites weathering: visual appearance and chemical changes», *Polymer Degradation and Stability*, 93 (2008) 1405-1414.

[28] F. Djerada, Cours de polymères III, Master II Chimie des Matériaux, Université Abderrahmane mira, Béjaia, (2021-2022).

[29] Sophie Grima, thèse de doctorat, « Biodégradation de matériaux polymères a usage agricole : étude et mise au point d'une nouvelle méthode de teste, analyse des produits de dégradation et impact environnemental », Université de Toulouse (France), 2002.

[30] Antoine Longieras, thèse de doctorat, « Mise au point d'un milieu solide inerte pour l'étude de la biodégradation des polymères dans le compost », Université de Reims Champagne Ardenne (2005).

[31] Gerald Scott, «Consultation to the polymer industry», the Philosophy and practice of degradable plastics, Aston University, Birmingham (2005).

[32] David M. Wiles, Gerald Scott, «Polyolefins with controlled environmental degradability», *Polymer degradation and stability*, Vol91, 1581-1592 (2006).

[33] Mark Orhan, Jasna Hernivice, et Hanafe Byyukgungor, «Biodegradation of plastic compost bags under controlled soil condition», *ActaChim. Slov*, Vol51, 579-588 (2004).

[34] Tayloret Francis, A Review of plastic Waste Biodegradation, «Critical Reviews in Biotechnology», Vol25, 243-250 (2005).

[35] Pierre Feuilloey, Guy César, Ludovic Benguigui, Yves Grohens, Isabelle Pillin, Hillin Bewa, Sandra Le faux, and Mounia Jamel, «Degradation of Polyethylene Designed for agricultural Purposes», *Journal of polymers and the environment*, Vol13, N°4 (2005)

[36] Nabila Rouba, mémoire de magister, « Etude de la biodégradation de films de polyéthylène basse densité/amidon », 2003, Université de Bejaia (Algérie)

[37] M.Carrega,les polymères :de la molécule À l'objet. Eddition EDP science, (avril 1999).

[38]A.Ammala et . An overview of degradation and biodegradable polyolefins, Progress in Polymer Science Vol36, 1015-1049 (2011).

[39]A. KARZAN .Standardization and certification in the area of environmentally degradable plastics polymers.Degrad .Stab, Vol 91,(2006).

[40]<http://www.qapa.fr/metiers/Opérateur ou opératrice d'extrusion de matières plastiques>.

[41]Bouterfa Meriem, « Etude de la détermination du paramètre d'interaction entre deux polymères par voie mécanique » Algérie.2011.