

Ecole Nationale Polytechnique



Département de Génie de l'Environnement

Laboratoire des Sciences et Techniques de l'Environnement

**Mémoire de projet de fin d'études pour l'obtention du diplôme d'ingénieur
d'état en génie de l'environnement**

Thème

**Valorisation de déchets farine du bois pour l'élaboration de
matériaux composites**

Présenté par AMMOUR Ismail

Soutenu le 20/06/2017

Composition du Jury

A. CHERGUI	Professeur (ENP)	Président
N. BELHANECHÉ	Professeur (ENP)	Promotrice
B. BOUBEKEUR	Maître de conférences à l'UMBB	Promotrice
H. BALOUL	Maître assistant à l'UMBB	Examineur
R. HACHEMI	Docteur (ENP)	Examinatrice

Ecole Nationale Polytechnique



Département de Génie de l'Environnement

Laboratoire des Sciences et Techniques de l'Environnement

**Mémoire de projet de fin d'études pour l'obtention du diplôme d'ingénieur
d'état en génie de l'environnement**

Thème

**Valorisation de déchets farine du bois pour l'élaboration de
matériaux composite**

Présenté par AMMOUR Ismail

Soutenu le 20/06/2017

Composition du Jury

A. CHERGUI	Professeur (ENP)	Président
N. BELHANECHÉ	Professeur (ENP)	Promoteur
B. BOUBEKEUR	Maître de conférences à l'UMBB	Promoteur
H. BALOUL	Maître assistant à l'UMBB	Examineur
R. HACHEMI	Docteur (ENP)	Examineur

DEDICACES

A mes chers parents

A mes sœurs bien aimées Houaria, Sara et Shahra

A mon oncle Bennissa

A ma famille

A mes cousins

Remerciements

Ce travail a été effectué au niveau du Laboratoire des Sciences et Techniques de L'Environnement (LSTE) du département de Génie de l'environnement de l'Ecole Nationale Polytechnique (ENP) sous la direction du madame N.BELHANACHE professeur à l'ENP et madame. B.BOUBEKEUR maître de conférences à l'UMBB.

Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde reconnaissance et mes chaleureux remerciements les plus sincères à madame N.BELHANECHÉ et madame B.BOUBEKEUR pour les conseils avisés qu'elles m'ont prodigué toute au long de cette étude, pour l'aide que j'ai trouvé auprès d'elles, le sérieux et la patience dont elles ont fait preuve à mon égard.

J'exprime mes plus vifs remerciements et ma reconnaissance à monsieur A.CHERGUI, Professeur à L'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger de m'avoir fait l'honneur de présider le jury ce mémoire.

J'adresse également mes sincères remerciements au Dr R. HACHEMI et à monsieur H.BALOUL maître assistant à l'UMBB pour avoir accepté d'examiner et de juger le travail.

Je présente également l'expression de ma reconnaissance et mes remerciements à MHAMED Asseli et Rida techniciens de laboratoire à l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger.

Je remercie également tous les enseignants de la spécialité Génie d'Environnement pour avoir contribué à ma formation.

Je tiens aussi à remercier tous mes amis en particulier Othmane qui fut un soutien infailible dans les moments difficiles, ma grande sœur Houaria. Mes remerciements vont enfin à tous ceux qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce mémoire.

ملخص

أصبحت حماية البيئة موضوعا مهما كونها تجذب اهتمام الباحثين من أجل إيجاد حلول لأطنان النفايات الناتجة عن ارتفاع الاستهلاك الحالي من اللدائن الحرارية مثل البولي بروبيلين والبولي ايثيلين. ومن بين الحلول، استخدام الموارد الخضراء في تطوير المواد الجديدة التي بعد استعمالها يمكن التخلص منها في البيئة بشكل طبيعي. في الوقت الحاضر تستخدم المواد المألثة النباتية القابلة للتحلل بشكل متزايد لعدة مزايا، و ذلك أنها مشتقة من مصادر الطاقة المتجددة، سعر معقول وغير سامة. وفي هذا السياق، نحن مهتمون في تعزيز الدقيق الناتج عن النفايات الخشبية

في هذه الدراسة قمنا بتطوير المركبات البوليمرية ذات مصفوفة البولي ايثيلين والبولي بروبيلين معززة بدقيق الخشب المعالج وغير المعالج. تم اختبار عدة تركيبات من ظاهرة امتصاص الماء وتحديد الكثافة. تحقيقا لهذه الغاية تابعنا تغيرات الكثافة و تطور وظيفة امتصاص الماء في مدة من الوقت في درجات حرارة مختلفة.

الكلمات المفتاحية البولي بروبيلان, البولي ايثيلان, الخشب, المعالجة القلوية والحرارية.

Abstract

Protecting the environment has become a topical issue being addressed by researchers in order to find solutions to the tons of waste generated by the high consumption of current thermoplastics such as polypropylene and polyethylene. Among the solutions, the use of green in the elaboration of new materials that once used, thrown into the environment will be degraded naturally. Nowadays biodegradable vegetable fillers are increasingly used for several advantages, they are derived from renewable resources, reasonable price and non-toxic. It is in this context that we are interested in the valorization of a vegetable waste wood meal.

In this study we have developed polyethylene and polypropylene polymer-matrix composites reinforced with treated and untreated wood flour. Several formulations were tested by the phenomenon of water absorption and the determination of the density. For this purpose, we have followed the evolution of the rate of water absorption and the density as a function of time at different temperatures.

Key words: Polyethylene, polypropylene, wood, alkaline and thermal treatment

Résumé

Protéger l'environnement est devenu un sujet d'actualité pris en charge par les chercheurs afin de trouver des solutions aux tonnes de déchets générés par la consommation importante des thermoplastiques courant tel le polypropylène et le polyéthylène. Parmi les solutions, l'utilisation du vert dans l'élaboration de nouveaux matériaux qui une fois utilisés, jetés dans l'environnement seront dégradés naturellement. De nos jours les charges végétales biodégradables sont de plus en plus utilisées pour plusieurs avantages, elles sont issues de ressource renouvelables, prix raisonnable et non toxiques. C'est dans ce contexte que nous nous sommes intéressées à la valorisation d'un déchet végétale farine de bois.

Dans le cadre de cette étude nous avons élaboré des composites à matrice polymérique le polyéthylène et le polypropylène renforcés par la farine de bois traitée et non traitée. Plusieurs formulations ont été testées par le phénomène d'absorption d'eau et la détermination de la densité. A cet effet nous avons suivie l'évolution du taux d'absorption d'eau et la densité en fonction du temps à différentes températures.

Mots clés : Polyéthylène, polypropylène, bois, traitement alcalin et thermique

Table des Matières

Liste des Figures

Liste des Tableaux

INTRODUCTION GENERALE	10
CHAPITRE I POLYMERES	12
I.1 Introduction	13
I.2 Définitions	13
I.3 Classification des polymères organiques	14
I.3.1 Selon leur origine.....	14
I.3.2 Selon leur domaine d'application	14
I.3.3 Selon leur structure (dimensionnalité).....	14
I.4 Interactions moléculaires.....	16
I.5 Propriétés des polymères.....	16
Polymères thermoplastiques, thermodurcissables.....	16
I.6 Conclusion.....	19
CHAPITRE II COMPOSITES WPC ET TRAITEMENTS DE SURFACE	20
II.1 Introduction.....	21
II.1.1 Définition des matériaux composites	21
II.1.2 La matrice.....	22
II.1.3 Le renfort.....	22
II.2 Les composites bois/polymères	24
Composites thermoplastiques à base de bois	25
II.3 Procédés de fabrication des composites	29
II.3.1 Extrusion	29
II.3.2 Injection.....	30
II.3.3 Compression.....	30
II.4 Traitement de farine du bois	31
II.4.1 Interface d'un matériau composite: notion d'adhésion	31
II.4.2 Hydrophobicité du bois	31
II.4.3 Interface bois/polymère.....	33
II.4.4 Modification de l'interface bois/thermoplastiques.....	33
II.5 Conclusion	38
CHAPITRE III THECHNIQUES EXPERIMENTALES	20
III.1 Introduction	40

III.2 Produits utilisés.....	40
III.2.1 Le polyéthylène basse densité.....	40
III.2.2 Le polypropylène	41
III.2.3 L'agent de couplage	41
III.2.3 La farine de bois.....	41
III.3 Méthodes	41
III.3.1 Traitements du bois.....	41
III.3.2 Préparation des composites.....	42
III.3.3 Caractérisation de la Farine de bois	44
III.3.4 Caractérisations des composites.....	44
CHAPITRE IV RESULTATS ET DISCUSSIONS	36
IV.1 Analyse spectroscopique par infrarouge a transformé de Fourier.....	47
IV.1.1 Farine de bois non traitée.....	47
IV.1.2 Farine de bois traitée par la soude	48
V.1.3 Farine de bois traité thermiquement à 150°C et 180°C	48
IV.2 Absorption d'eau.....	50
IV.2.1 Traitement thermique à 150°C.....	50
IV.2.2 Traitement thermique à 180°C.....	52
IV.2.3 Traitement alcalin	55
Comparaison entre les traitements	57
IV.3 Détermination de la densité.....	58
IV.3.1 Détermination de la densité des composites PP/FB et PEBD/FB	58
IV.3.2 Détermination de la densité des composites PEBD/PE-g-MA/FB.....	59
CONCLUSION GENERALE	60
REFERENCE.....	61

Liste des Figures

Figure 1.1 : Représentation de la chaîne d'un polymère linéaire.....	6
Figure 1.2 : Représentation schématique d'un polymère bidimensionnel, ici le carbone graphite.....	6
Figure 1.3 : Représentation schématique d'un polymère tridimensionnel	6
Figure 2.1 : Structure du bois avec des observations multi-échelles.....	14
Figure 2.2 : Structure de la biomasse végétale lignocellulosique.....	15
Figure 2.3 : Schémas de principe de composites, selon la forme des fibres employées.....	16
Figure 2.4 : Classification des composites WPC.....	16
Figure 2.5 : Effet du type de matrice sur le module d'élasticité (MOE) et sur le module de rupture (MOR), avec VPE (polymère vierge), RVPE (polymère vierge et recyclé 50/50), RPE (polymère recyclé) et WF (farine de bois).....	19
Figure 2.6 : Schéma typique d'une extrudeuse.....	21
Figure 2.7 : Schéma d'une presse à injection.	21
Figure 2.8 : Schéma d'une presse à compression	22
Figure 2.9 : Illustration schématique du processus de gonflement.....	23
Figure 2.10 : Liaison chimique MAPP / matière lignocellulosique.....	28
Figure 3.1 : Processus de l'élaboration des composites.....	34
Figure 3.2 : Schéma du pycnomètre.....	36
Figure 4.1 : Spectre FTIR de la farine de bois non traitée.....	38
Figure 4.2 : Spectre FTIR de la farine de bois traitée par NaOH.....	39
Figure 4.3 : Spectre FTIR de la farine de bois traitée à 150°C et 180°.....	39
Figure 4.4 : Spectre FTIR de la farine de bois non traitée et traitée.....	40
Figure 4.5 : Taux d'absorption de l'eau des composites PP/FB traitée à 150°C en fonction du temps à la température de 25°C.....	41
Figure 4.6 : Taux d'absorption de l'eau des composites PP/FB traitée à 150°C en fonction du temps à la température de 40°C.....	42
Figure 4.7 : Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée à 150°C en fonction du temps à la température de 25°C.....	42
Figure 4.8 : Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée à 150°C en fonction du temps à la température de 40°C.....	43

Figure 4.9 : Taux d'absorption de l'eau des composites PP/FB traitée à 180°C en fonction du temps à la température de 25°C.....	43
Figure 4.10 : Taux d'absorption de l'eau des composites PP/FB traitée à 180°C en fonction du temps à la température de 40°C.....	44
Figure 4.11 : Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée à 180°C en fonction du temps à la température de 25°C.....	44
Figure 4.12 : Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée à 180°C en fonction du temps à la température de 40°C.....	45
Figure 4.13 : Taux de saturation d'absorption de l'eau des composites PEBD, PP/FB traitée à 180°C avec et sans PPgMA aux températures de 25°C et 40°C.....	45
Figure 4.14 : Taux d'absorption de l'eau des composites PP/FB traitée par NaOH en fonction du temps à la température de 25°C.....	46
Figure 4.15 : Taux d'absorption de l'eau des composites PP/FB traitée par NaOH en fonction du temps à la température de 40°C.....	46
Figure 4.16 : Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée par NaOH en fonction du temps à la température de 25°C.....	47
Figure 4.17 : Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée par NaOH en fonction du temps à la température de 40°C.....	47
Figure 4.18 : Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitées différemment greffés avec PPgMA en fonction du temps à la température de 25°C.....	48
Figure 4.19 : Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitées différemment greffés avec PPgMA en fonction du temps à la température de 40°C.....	48
Figure 4.20 : L'absorption d'eau à la saturation des composites PP et PEBD à 30% pour différents traitement aux deux températures 25°C et 40°C.....	49
Figure 4.21 : Densité des composite PEBD/FB.....	50
Figure 4.22 : Densités des composites PP/FB.....	50
Figure 4.23 : Densités des composites PEBD/FB avec et sans PPgMA à 30% en charge.....	50

Liste des Tableaux

Tableau 1.1: caractéristiques des différents types de PP.....	9
Tableau 1.2 : Caractéristiques physiques et mécaniques du PEBD.....	9
Tableau 2. 1 : Classification des études sur les WPC selon le polymère utilisé.....	17
Tableau 3.1 : Caractéristiques du PEBD NA980 [Fiche technique « Petrothene® »].....	31
Tableau 3.2 : Caractéristiques <i>du PP</i> (PP 1102K) [Fiche technique « Petrothene® »].....	32
Tableau 3.3 : caractérisation du compatibilisant PP-g-MA Fusabond 353, fabriqué par DUPONT(USA).....	32
Tableau 3.4 : conditions d'élaboration des composites.....	33
Tableau 3.5 : Les compositions de composites PP /Farine de bois.....	34
Tableau 3.6 : Les compositions de composites PEBD /Farine de bois.....	34
Tableau 4.1 : Désignation des principales bandes d'absorption impactées par l'humidité révélées par l'analyse de variance des spectres infrarouges caractéristiques du bois.....	40

INTRODUCTION GENERALE

Les matériaux composites, appelés souvent composites, sont des matériaux solides et multiphasiques. Ils sont une combinaison de matériaux de composition ou de formes différentes et sont constitués d'au moins deux matériaux immiscibles aux caractéristiques complémentaires. La zone de contact entre chacun des matériaux constitue l'interface, dont la qualité est très influente sur les caractéristiques mécaniques et physiques du composite[3]. Ils sont développés pour répondre au besoin de matériaux forts et légers[4].

Le choix des constituants repose sur plusieurs critères. Le plus important est le fait que les matériaux associés ensemble doivent donner naissance à un composite ayant des propriétés plus intéressantes que celles de chaque matériau pris seul; et ce pour répondre aux exigences de conception, fabrication, résistance et sécurité[5].

Dans un matériau composite, différentes phases coexistent. On peut donc distinguer la matrice, le renfort et l'agent de remplissage. La matrice constitue la phase continue à l'intérieur du composite, alors que le renfort et l'agent de remplissage désignent la phase discontinue, dispersée d'une manière aléatoire.

Il existe plusieurs types de matériaux composites. Cependant, deux grandes familles se distinguent en fonction des caractéristiques de la matrice et des renforts:

- Les composites de grande diffusion, qui sont peu dispendieux et occupent une grande part du marché;
- Les composites à hautes performances, qui se trouvent le plus souvent renforcés par des fibres de carbone ou d'aramide, et sont surtout réservés à des secteurs de forte valeur ajoutée comme le secteur médical, l'aéronautique, les sports et les loisirs[1]. Cependant, le problème rencontré lors de l'utilisation de ces matériaux vient de leurs impacts négatifs pour l'homme et pour l'environnement (allergie de la peau, cancer pulmonaire...etc.).

Les composites renforcés de fibres végétales et farine de bois sont de plus en plus utilisés dans un souci de protection de l'environnement. Ce sont des matériaux utilisés dans divers domaines tels que le bâtiment, l'industrie automobile et la vie quotidienne pour divers raisons leur faible coût, leur faible densité, leur biodégradabilité, leur capacité à être recyclé, leur facilité de mise en œuvre. Néanmoins ces matériaux présentent un inconvénient : absorption d'humidité. La farine de bois possède un caractère hydrophile dû au groupement hydroxyde contenu dans le composé principal, la cellulose. L'absorption d'humidité dans les composites affaiblit et détruit les liaisons interfaciales matrice/renfort d'où la dégradation des propriétés mécaniques [6]. A cet effet, différentes méthodes de traitements farine de bois ont été utilisées dans le but de diminuer cette sensibilité à l'humidité.

C'est dans ce contexte que nous avons orienté notre étude : élaboration d'un composite toute en valorisant un déchet de farine de bois provenant de la société Transbois (Bejaia) comme renfort et deux polymères, le polyéthylène et propylène comme matrice.

Le présent travail comporte deux étapes :

- Traitement chimique et thermique de la farine de bois,
- Elaboration des composites.

Le mémoire comprend quatre chapitres.

- Le premier chapitre est consacré aux polymères utilisés
- Le deuxième chapitre présente composites et les fibres végétales en particulier la farine de bois et les différentes méthodes de traitements.
- Le troisième chapitre les matériaux utilisés ainsi que les méthodes d'élaboration des composites.
- Le quatrième chapitre comporte les résultats et les interprétations suivi d'une conclusion

CAPITRE I
POLYMERES

I.1 Introduction

Le taux de croissance des matériaux de synthèse, après avoir connu une allure exponentielle dans les années 1960 à 1980 s'est ralenti, mais de nouveaux développements sont attendus car on demeure encore loin de la phase de saturation.

Outre le fait qu'on ne revient pas sur des substitutions réussies, même une nouvelle crise pétrolière n'aurait que peu d'effet sur ces polymères qui ne consomment en fait que 5 % du pétrole (position qui reste marginale face aux transports et au chauffage 80%). Sous la pression écologique actuelle, on a trop tendance à oublier les atouts spécifiques apportés par les plastiques, en particulier, la baisse de coût drastique qu'ils ont permis de réaliser dans les industries de grandes séries : automobile, électroménager, électronique grand public, emballage... Ceci grâce à la possibilité de pouvoir réaliser, souvent en une seule opération, un produit fini multifonctions, léger, rigide ou souple, avec une large possibilité de formes, dans des conditions économiques satisfaisantes [7].

Le but de ce chapitre est d'expliquer clairement et simplement la chimie macromoléculaire des polymères.

I.2 Définitions

Le **polymère** est définie comme un système formé par un ensemble de macromolécules, c'est-à-dire d'entités moléculaires de grande taille, issues de l'assemblage covalent d'un grand nombre d'*unités répétitives* plus communément appelées *unités* (ou *motifs*) *monomères*. Les édifices macromoléculaires ainsi définis ont des dimensions moléculaires (caractérisées par leur masse molaire) très supérieures à celles des molécules simples ; il en résulte, pour le polymère résultant, des propriétés nouvelles utilisables, en particulier, dans le domaine des matériaux structuraux. Le nombre d'unités monomères constitutives d'une chaîne polymère est appelé le *degré de polymérisation* (DP) ; il est directement proportionnel à la masse molaire du polymère.

L'assemblage, au sein d'une chaîne macromoléculaire, d'un petit nombre d'unités monomères, est appelé *séquence* et les premiers termes de la série des séquences sont désignés par *diade*, *triade*, *tétrade*, *pentade*, etc. Les chaînes constituées d'un petit nombre d'unités monomères sont appelées *oligomères* ; typiquement, les degrés de polymérisation des oligomères varient de 2 à quelques dizaines. Les polymères synthétiques sont issus de réactions dites *de polymérisation*, qui transforment des molécules simples appelées molécules monomères (ou monomères) en un assemblage covalent d'unités monomères ou polymères. Lorsqu'un polymère est issu de la polymérisation de plusieurs monomères (désignés dans ce cas par *comonomères*) de structure moléculaire différente, on le désigne par le terme *copolymère*.

L'assemblage covalent des unités monomères peut faire intervenir un nombre variable de liaisons ; ce nombre est appelé valence, terme préférable à celui de fonctionnalité dont l'utilisation peut prêter à confusion. Les unités monomères peuvent donc être mono-, di-, tri- ou tétravalentes et les molécules monomères dont elles sont issues sont elles aussi qualifiées de mono-, di-, tri- ou tétravalentes. La valence moyenne des unités monomères d'un système macromoléculaire détermine sa dimensionnalité [8].

I.3 Classification des polymères organiques

Plusieurs classifications sont rapportées dans la littérature [8] :

I.3.1 Selon leur origine

On peut les classer en trois catégories :

I.3.1.1 Les polymères naturels

Ils sont issus des règnes végétal ou animal. Leur importance est considérable mais ils ne seront que succinctement décrits dans la première partie de cet ouvrage. 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

Ils 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

Ils sont totalement issus du génie de l'Homme, sont obtenus par polymérisation de molécules monomères.

I.3.2 Selon leur domaine d'application

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 (polymères de commodité)

Ils sont devenus d'un car la production annuelle s'évalue en millions de tonnes 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

Ils 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 polyacétals... font partie de cette famille ;

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

Ils présentent généralement une propriété spécifique qui induit leur utilisation pour une application particulière. C'est dans cette catégorie que se trouvent les polymères conducteurs, photoactifs, 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 ; un choix a été fait dans le cadre de cet ouvrage, qui veut être une proposition.

I.3.3 Selon leur structure (dimensionnalité)

Les polymères peuvent encore être classés en trois catégories :

I.3.3.1 Les polymères linéaires (ou monodimensionnels)

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 (Figure 1.1) ; un ensemble de chaînes polymères est constitué d'entités de longueur variable, propriété désignée par le terme *dispersité*.



Figure 1.1 : Représentation de la chaîne d'un polymère linéaire.

I.3.3.2 Les polymères bidimensionnels

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 feuillets bidimensionnels, d'épaisseur comparable à celle des molécules simples (Figure 1.2) ;

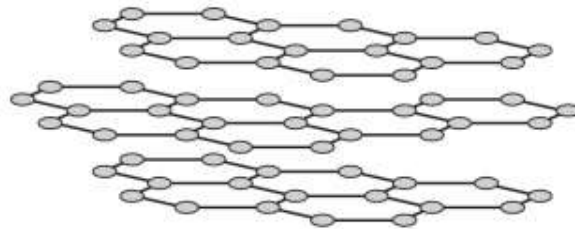


Figure 1.2 : Représentation schématique d'un polymère bidimensionnel, ici le carbone graphite.

I.3.3.3 Les polymères tridimensionnels

Les 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 polymères 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 1.3.

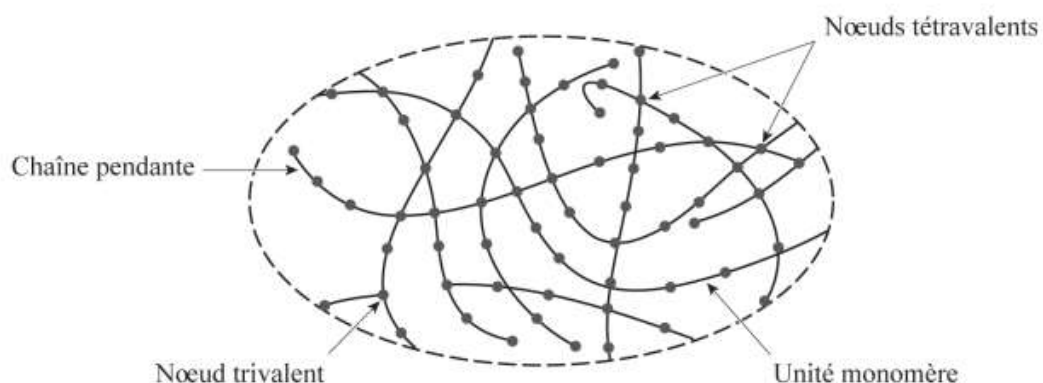


Figure 1.3 : Représentation schématique d'un polymère tridimensionnel.

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*. Pour bien le souligner, les monographies des familles des polymères synthétiques correspondants, seront présentées dans deux chapitres différents.

I.4 Interactions moléculaires

La plupart des propriétés des polymères, qui sont exploitées dans une très grande variété d'applications, sont étroitement liées à leur cohésion. Celle-ci dépend essentiellement de l'intensité des interactions moléculaires qui se développent entre groupements moléculaires. Considérées individuellement, ces interactions ne sont pas plus énergétiques que celles qui se développent dans les systèmes moléculaires simples ; mais, dans les systèmes polymères, la multiplicité des groupements interactifs et les forces qu'ils engendrent par leur répétition le long d'une même chaîne correspondent à des énergies cohésives considérables, responsables des propriétés mécaniques particulières des matériaux qui en sont issus.

I.5 Propriétés des polymères

Les polymères présentent des caractéristiques mécaniques propres. Ils présentent un comportement vitreux lorsqu'ils sont amorphes, des caractéristiques de fibres lorsqu'ils sont cristallisés mais également un comportement viscoélastique. Ces différents états dépendent principalement de la nature chimique du polymère et de la température. La nature chimique des macromolécules est liée à leur origine qui est soit naturelle, soit synthétique. Leur structure, leur masse moléculaire, leur caractère linéaire ramifié ou non, réticulé ou non déterminent fortement leurs propriétés physico-chimiques. Le paradoxe des macromolécules est que des chaînes très différentes par leur composition chimique peuvent avoir des propriétés physiques analogues. Certains polyesters ou silicones présentent des propriétés viscoélastiques analogues à certains hydrocarbures insaturés. À l'inverse, des polymères à chaînes chimiquement identiques peuvent avoir des propriétés physiques totalement différentes. Un même composé peut être hautement élastique ou complètement amorphe en fonction de la température et de l'arrangement macromoléculaire [9].

Polymères thermoplastiques, thermodurcissables

Dans le cadre des résines constituées de macromolécules pour réaliser des matières plastiques, deux types de comportement très différents sont décrits en fonction de la nature et de la structure des polymères les constituant :

1. Les résines thermodurcissables

Les résines thermodurcissables représentent la grande majorité des résines adhésives. Les colles, ou polymères thermodurcissables, sont largement utilisées pour le collage du bois ou dans les composites à base de bois, en particulier ceux à base de fibres cellulosiques [10]. Ces résines servent à lier les fibres entre elles dans les panneaux reconstitués afin d'assurer la cohésion de l'ensemble. L'essentiel des colles employées sont l'urée formaldéhyde [11], les résines phénoliques (phénol formaldéhyde : PF) et les colles isocyanates [12, 13].

Les plastiques thermodurcissables sont préférés aux thermoplastiques dans les composites structuraux car ils présentent une résistance mécanique plus élevée. La plupart des résines thermodurcies non durcies sont liquides et leur viscosité est sensiblement inférieure aux thermoplastiques, ce qui rend la production composite plus facile à température ambiante en utilisant un certain nombre de méthodes de traitement. Il offre également une imprégnation facile des fibres et la possibilité d'enlever l'air lors du traitement composite. Les résines époxy

et polyester non saturées sont des produits thermodurcissables couramment utilisés dans des applications composites. Les résines époxydes sont plus résistantes, ont une meilleure résistance chimique et thermique que les résines polyester non saturées et sont utilisées dans des applications performantes comme les avions, les bateaux, les éoliennes, etc. Dernièrement, les résines thermodurcissables sont synthétisées à partir de ressources renouvelables telles que les huiles végétales [14].

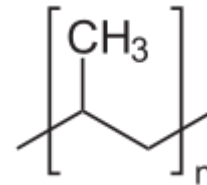
2. Les thermoplastiques

Les thermoplastiques sont dérivés de monomères linéaires ou légèrement ramifiés qui forment le motif de base d'une chaîne où ils sont maintes fois répétés. Sous l'action de la chaleur, le thermoplastique se ramollit conduisant à l'apparition de mouvements à longue portée dans les chaînes moléculaires. Le thermoplastique peut alors être solidifié par refroidissement en prenant la forme souhaitée [15].

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. 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. Cette structure conduit à différentes propriétés notamment en ce qui concerne le polypropylène. Ce dernier est, de par sa composition et sa structure, chimiquement inerte, résistant à l'humidité (hydrophobe) et à la putréfaction. Il possède aussi une bonne résistance à la fissuration ou aux chocs. Sa plage de thermoformage, située entre 110-130°C, est assez élevée pour un polyoléfine mais elle convient toutefois aux fibres cellulosiques qui se dégradent réellement à partir d'une température supérieure à 200°C [1].

Polypropylène

Le polypropylène (PP) est synthétisé par polymérisation radicalaire à partir du propylène monomère selon le procédé Ziegler-Natta [16]. Les groupements méthyles et les atomes d'hydrogène peuvent se répartir de différentes manières de part et d'autre du plan de la chaîne principale. Trois différentes configurations sont obtenues [17]:



Si les radicaux méthyles se trouvent tous du même côté du plan moyen de la chaîne, le PP est dit *isotactique*

Si les groupements latéraux sont alternativement placés de part et d'autre du plan moyen de la chaîne, le PP est dit *syndiotactique*

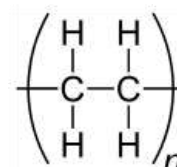
Si les groupes méthyles se répartissent de façon aléatoire de part et d'autre du plan moyen de la chaîne, le PP est alors dit *atactique*

Tableau 1.1: caractéristiques des différents types de PP

Grade	Atactique (PPa)	Syndiotactique (PPs)	Isotactique (PPi)
Polymérisation		Catalyse avec unmétallocène	Catalyse de Ziegler-Natta
Taux de cristallinité	Amorphe (~0%)	Cristallinité moyenne (30 - 40 %)	Cristallinité élevée (70 - 80 %)
Densité	0,85 à 0,90	0,89 à 0,91	0,92 à 0,94
Point de fusion (F)	Aucun	130 °C (pour une cristallinité de 30 %) à 150 °C	171 °C pour un PP parfaitement isotactique. 160 à 166 °C pour les grades commerciaux.

Polyéthylène basse densité

Le PEBD est un polymère transparent, semi-cristallin et il possède une bonne résistance chimique. C'est un polymère olfactif, gustatif et chimiquement neutre pour les denrées alimentaires. Le PEBD est facilement transformable [6]. Les propriétés physiques et mécaniques sont données dans le tableau 1.2

**Tableau 1.2 :** Caractéristiques physiques et mécaniques du PEBD [6]

Masse volumique (g/cm³)	0,92
Température de fusion (°C)	115
Température de transition vitreuse (°C)	-110
Module d' Young en traction (MPa)	200
Contrainte à la rupture en traction (MPa)	10
Allongement (%)	500
Taux de cristallinité (%)	65 à 70

I.6 Conclusion

Les polymères représentent une branche de la chimie à part entière car avec des molécules dont la chimie est proche (les dérivés vinyliques avec la double liaison C=C), on obtient des polymères avec des propriétés physico-chimiques très différentes. Les uns sont des thermoplastiques solubles ou non dans l'eau, les autres des thermodurcis insolubles et infusibles. C'est la connaissance des mécanismes de « prise » et de la chimie des polymères des matériaux polymères, d'une façon simple et schématique, qui permet aux praticiens de discuter avec les fabricants et de choisir au mieux le matériau adapté à chaque cas tout en connaissant leurs limites et les précautions à prendre pour optimiser le résultat.

CHAPITRE II
COMPOSITES WPC
ET
TRAITEMENTS DE
SURFACE

II.1 Introduction

Les matériaux composites ne cessent d'évoluer vers des produits qui sont les moins coûteux, les plus légers et les plus performants. Ils doivent satisfaire les nouvelles exigences notamment celles relatives au respect de l'environnement. On retrouve ces matériaux en électricité et en électronique (isolants, disjoncteurs, circuits imprimés, etc.) dans le domaine agricole (pulvérisateurs, silos) ou encore dans divers équipements industriels (cuves, réservoirs pour la chimie). Ils offrent de nombreuses perspectives pour l'avenir, et ce, dans des secteurs d'activités comme l'aéronautique, le médical, l'automobile, la construction, le sport et les loisirs pour les composites de hautes performances.

II.1.1 Définition des matériaux composites

Un matériau composite peut être défini comme l'assemblage de plusieurs matériaux non miscibles pour former un nouveau matériau qui possède des propriétés que les éléments seuls ne possèdent pas. Ce matériau est constitué d'un renfort ou ossature qui permet la tenue mécanique et d'une matrice plastique (résine thermoplastique ou thermodurcissable) qui assure la protection chimique du matériau et transmet les efforts vers le renfort. Lorsqu'un composite est formé d'une matrice et/ou d'un renfort biosourcés (résine naturelle, fibres de bois, fibres de lin, amidon, cellulose...), il prend le nom de biocomposite, d'agrocomposite (quand il y a utilisation de ressource agricole), ou encore de composite biosourcé.

Les composites peuvent aussi être classés selon la nature de leur matrice, en cinq familles principales[18] :

- Les composites à matrice céramique CMC (*Ceramic Matrix Composites*).
- Les composites à matrice métallique MMC (*Metal Matrix Composites*).
- Les composites à matrice intermétallique IMC (*Intermetallic Matrix Composites*).
- Les composites carbone-carbone CCC (*Carbon-Carbon Composites*).
- Les composites à matrice polymère PMC (*Polymer Matrix Composites*).

Matrice : phase continue qui assure la cohésion, transfère et répartit les contraintes, protège des agressions extérieures les renforts et commande la mise en œuvre. est un matériau contraignant qui lie le renforcement ensemble. Les matrices utilisées commercialement sont souvent du polyester, de la polyoléfine, des résines époxy etc. dérivées des ressources pétrolières[4].

Renfort : consiste l'armature de la structure. Il assure la tenue mécanique (résistance à la traction et la rigidité). Il est souvent de nature filamentaire, minérale comme la fibre de verre, synthétique organique (carbone, aramide) ou encore les fibres naturelles cellulosiques (jute, bois, alfa, kenaf, etc) [3, 4].

Parmi les matériaux composites on trouve les plus abordables qui sont adaptés à la grande série telles que en électricité et en électronique (isolants, disjoncteurs, circuits imprimés, etc.) dans le domaine agricole (pulvérisateurs, silos) ou encore dans divers équipements industriels (cuves, réservoirs pour la chimie) et ceux avec de meilleures propriétés mécaniques offrent de nombreuses perspectives pour l'avenir, et ce, dans des secteurs d'activités comme l'aéronautique, le médical, l'automobile, la construction, le sport et les loisirs pour les composites de hautes performances.

II.1.2 La matrice

Le choix de la matrice dans les composites est très important. On trouve les polymères synthétiques qui sont de plus en plus utilisés, dans un nombre croissant d'applications. Le plastique répondant à des besoins spécifiques en termes de caractéristiques physiques, mécaniques ou même électriques. Deux grandes catégories de polymères sont utilisées pour élaborer des composites WPC : les matériaux polymères réticulés dits thermodurcissables (époxy, polyuréthane, colles phénoliques) et les thermoplastiques qui contrairement aux précédents ont la capacité d'être moulés, mis en forme une fois leur température suffisamment élevée (PP, PE, PVC)[1].

II.1.3 Le renfort

1. Les fibres de renfort usuelles

Il existe une multitude de types de fibres employées pour renforcer une matrice polymère. On cite les fibres de verre, les fibres de carbone et les fibres de polyamide aromatique (Kevlar). Il existe d'autres fibres qui sont également commercialisées, mais elles restent peu fréquentes en raison de la complexité de leur mise en œuvre et de leur coût. On peut citer les fibres de bore, de carbure de silicium, d'alumine, de silice, de zircone, etc [19]. Les fibres de verre représentent les fibres les moins dispendieuses, mais ceci au dépend d'une extrême fragilité qu'elles possèdent. Les fibres de carbone, quant à elles, sont synthétisées à partir de plusieurs précurseurs et diverses méthodes de mise en œuvre. Elles sont constituées essentiellement de graphite et possèdent des propriétés mécaniques moyennes. L'autre type de fibre couramment utilisée est la fibre de polyamide aromatique. Elle présente des propriétés mécaniques intermédiaires entre celles de la fibre de verre et celles de la fibre de carbone[3].

En raison de préoccupations environnementales croissantes et la santé publique, il est intéressant de remplacer ces renforts conventionnels par des matériaux biologiques dans diverses applications[4].

2. Les fibres naturelles

L'utilisation de fibres naturelles comme renfort de matériaux composites se justifie pour valoriser une ressource locale dans des pays peu industrialisés ou développer des matériaux et des technologies prenant en compte les impacts sur l'environnement. Si de nombreuses variétés de fibres naturelles existent, pour la fonction de renfort on constate que les fibres présentant les performances les plus intéressantes ont un rôle structurel dans la nature. Mais, compte tenu de leur caractère naturel, leurs performances sont très variables [1].

2.1. Classification

Les fibres naturelles peuvent être classées selon leur origine. Il est donc possible de distinguer trois grandes familles:[20]

- Les fibres végétales: elles se subdivisent elles-mêmes selon leur provenance. On peut donc citer les fibres libériennes qui sont extraites de tiges de plantes (chanvre, lin, ramie, jute), les fibres dures qui sont extraites de feuilles, de troncs ou d'écorces de fruits (sisal, chanvre de Manille, noix de coco), et les fibres qui proviennent des poils séminaux de graines (coton, kapok).

- Les fibres animales: elles peuvent émaner des poils (toison animale) ou encore des sécrétions (soie).
- Les fibres minérales : celle qui sont directement issues de roches par exemple l'amiante.

2.2. Structure

Les fibres naturelles sont des structures biologiques, Pour les cellules végétales dont le bois en fait partie, principalement composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine [21]. Dans une proportion beaucoup plus faible elles contiennent aussi des extractibles, des protéines et certains composés inorganiques [22]. La Figure 2.1 illustre la structure du bois.

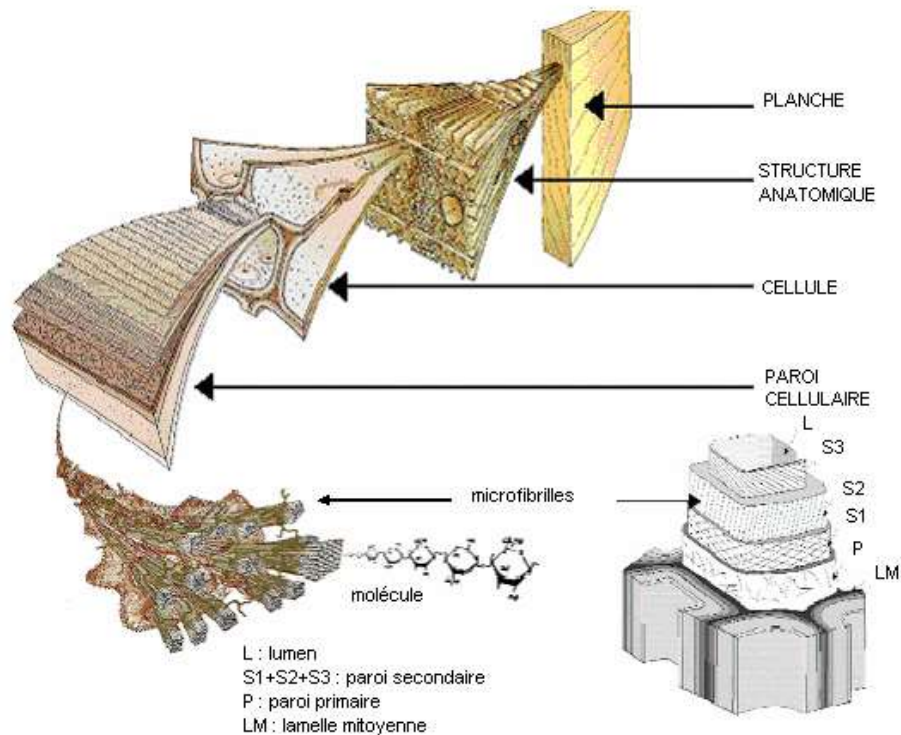


Figure 2.1 : Structure du bois avec des observations multi-échelles [2].

La proportion de la cellulose, l'hémicellulose et de la lignine varie selon la nature, l'âge des fibres et les conditions climatiques. Ces composants jouent également un rôle très important dans la détermination des propriétés caractéristiques de la fibre [6]. Chaque fibre se présente sous la forme d'un composite multicouches dans lequel la lignine joue le rôle d'une matrice enrobant un élément structurant très rigide (Figure 2.2) qu'est la cellulose [15]. Les hémicelluloses, ainsi que la lignine polymère aromatique, interagissent avec les fibrilles de cellulose, créant une structure rigide renforçant la paroi cellulaire de la plante [23].

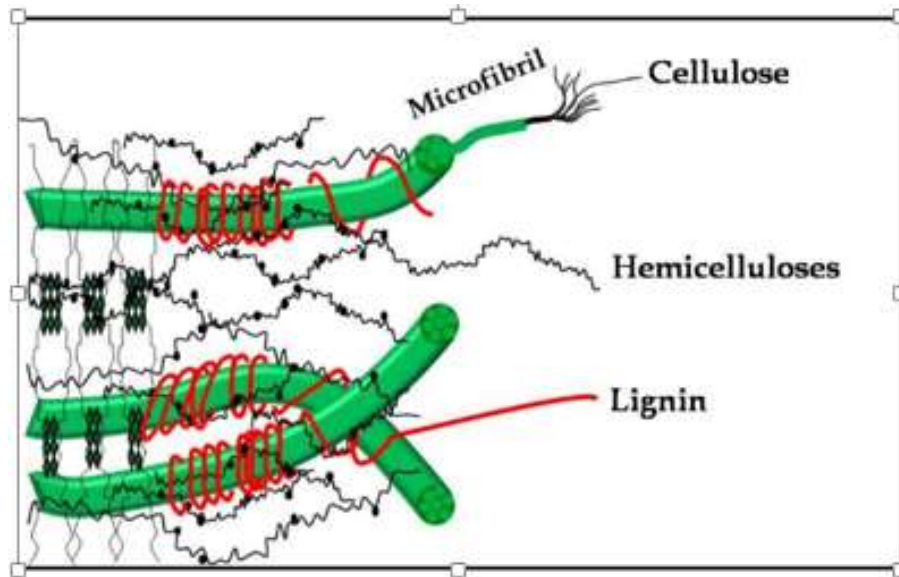


Figure 2. 2 : Structure de la biomasse végétale lignocellulosique [24].

L'utilisation de biocomposites, matériaux constitués de biopolymères (polymères biodégradables) et de biofibres (fibres biodégradables), est très avantageuse pour la préservation de l'environnement, et ceci grâce à la possibilité de les incorporer dans un compost en fin de vie [1]. Le bois est présent dans le composite sous forme de fibres, de farine ou de sciure, en dimension suffisamment fine pour permettre une mise en forme par des procédés standard, tels que l'extrusion ou l'injection.[25]

II.2 Les composites bois/polymères

Les problèmes écologiques au cours des dernières décennies ont insisté sur la nécessité de rechercher de nouvelles alternatives qui pourraient remplacer les FRC (*Fibre reinforced composite*) traditionnels par des matériaux à faible impact environnemental [26]. Cela a suscité un intérêt renouvelé pour les matériaux naturels qui pourraient être utilisés comme renforts ou charges dans les composites et sont donc appelés «composites renforcés de fibres naturelles» ou «écomposites» [27]. Ils sont également appelés «biocomposites» [28, 29]. L'utilisation de fibres naturelles comme renforts dans les composites a été en croissance depuis lors et a remplacé plusieurs composites renforcés de fibres synthétiques dans de nombreuses applications en raison de la faible densité, du caractère écologique/biodégradable, des vêtements à faible encombrement et des propriétés intéressantes [4]

Les composites à partir de fibres naturelles ont bénéficié d'un soutien en raison de l'environnement comme élément significatif en tant que réduction considérable des ressources non renouvelables utilisées dans les composites en remplaçant les matériaux inorganiques minéraux par des matières organiques naturelles. L'utilisation de fibres naturelles dans l'industrie composite a créé une nouvelle activité alternative pour les agriculteurs. De plus, les possibilités d'utilisation de plastiques recyclés comme la polyoléfine ont réussi à réduire la consommation de polymères non-biodégradable [30]. Plus tard, les thermoplastiques et les thermodurcissables à base de biologie proviennent de ressources renouvelables telles que les huiles végétales et l'acide lactique, et les

composites ont été fabriqués entièrement à partir de ressources renouvelables, et ont donc été désignés sous le nom de «composites verts» [4].

Les composites bois-polymère, ou encore bois-plastique, notés WPC (*Wood Polymer Composites*), résultent d'un mélange de fibres de bois et d'un ou plusieurs polymères thermoplastiques (voir Figure 2.3). Ils possèdent ainsi certaines caractéristiques tirées de ces deux ressources à savoir, l'apparence du bois et la performance du plastique en milieu humide.

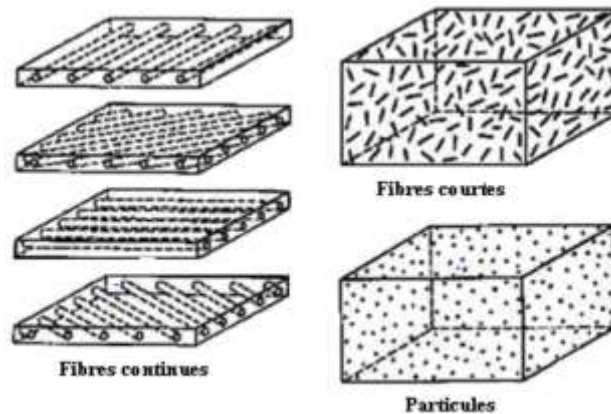


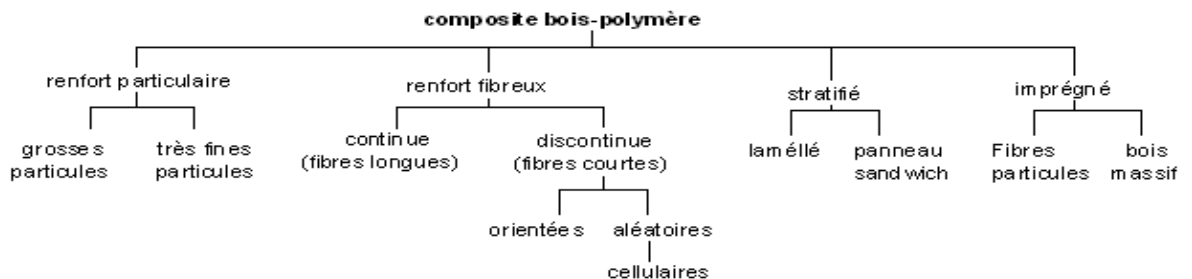
Figure 2.3 : Schémas de principe de composites, selon la forme des fibres employées [1].

Le matériau composite fabriqué à partir de fibres synthétiques comme le verre et le bioplastique tel que l'acide polylactique pourrait également être appelé biocomposite [31]. Les biocomposites fabriqués à partir de fibres synthétiques ou de matrices à base de pétrole ne sont pas entièrement respectueux de l'environnement car seule une partie du composite provient de ressources renouvelables. Ces derniers temps, les «composites verts» sont issus de la biofibre et de la matrice biologique. Les composites verts possèdent un haut niveau de biocontabilisation et peuvent être biodégradés avec un minimum de dommages à l'environnement. [29].

Composites thermoplastiques à base de bois

Un composite bois/polymères contient des entre 30 et 70% de matières plastiques. Ce sont les composites bois/polyoléfine, fabriqués par le procédé du « melt-blending », qui sont les plus étudiés les tableaux 3 présentent une classification de quelques composites WPC rencontrés les plus fréquemment. Les composites WPC font l'objet de différentes méthodologies. La Figure 2.4 présente une vision claire des différentes possibilités[15].

Figure 2.4 : Classification des composites WPC



Le tableau 2.1 contient la partie de la littérature consacrée aux polymères synthétiques les plus communs. Le classement se fait, tout d'abord, par polymère, puis en fonction du procédé et de la nature des fibres biologiques employées. Un bref aperçu des préoccupations des auteurs y est associé [15].

Tableau 2.1 : Classification des études sur les WPC selon le polymère utilisé

Polymère	Procédé	Renfort	spécificités	Auteurs
PE	Mélange	fibres de bois	greffage, conditions extrêmes	<i>Kotka et al 1986</i>
			propriétés thermiques	<i>Oladipo et al 1999</i>
			modification, pptés physiques	<i>Beshay et al 1985</i>
		fibres de bois	pptés mécaniques	<i>Yam et al 1998</i>
			effets des procédés	<i>Bledzki et al 1998a</i>
			adhésion, élastomère, DMTA	<i>Oksman et Lindberg 1998</i>
		MAPP, T° d'extrusion sur pptés	<i>Myers et al 1993</i>	
		MAPE, MAPP, SEBS-MA	<i>Lai et al 2003</i>	
PE	Réseau fibreux	fibres de bois	stratifié « air laid »	<i>Faessel 1999</i>
		fibres naturelles	hybride (fibre de verre) : pptés (T°)	<i>Kalapasad et al 2000</i>
PET	Réseau fibreux	fibres de bois	(MDF/PF) ppté méca + stabilité	<i>Yang et al 1994</i>
			(MDF/PF) déformation, moulage	<i>Yang et Sasaki 1994</i>
		fibres naturelles	ciguë + PF pptés physiques	<i>Youngquist et al 1992</i>
PP	Mélange	fibres de bois	(MAPP, silane) + pptés + %bois	<i>Coutinho et Costa 1999</i>
			effets des fibres,	<i>Stark et Sanadi 2000</i>
			interface, modification, pptés	<i>Kazayawoko et al 1999ab</i>
			(PP+MAPP), pptés, plan factoriel	<i>Costa et al 2000</i>
			« electronbeam », pptés (T°)	<i>Czvikovszky 1996</i>
			MAPP, pptés (T°), cristallinité	<i>Sain et al 1994</i>
		farine de bois	Effets de tailles (mesh)	<i>Stark 1997</i>
			effets de tailles, facteur de forme	<i>Stark et Sanadi 2000</i>
			effet fibres, pptés (MAPP)	<i>Myers et al 1991</i>
			pptés (MAPP)	<i>Krzysik et al 1991</i>
			Silane, MAPP, Melt Index	<i>Ichazo et al 2001</i>
		Concentration en bois, MAPP	<i>Côté 2002</i>	
		morpho+pptés DMTA, DSC	<i>Amash et Zugenmaier 2000</i>	
		influence du taux de compression	<i>Geimer et al 1993</i>	
PVC	Mélange	farine de bois	effets bois, pptés, tenue à l'eau	<i>Takatani et al 2000</i>
		fibres de cellulose	greffage, adhésion	<i>Canché-Escamilla et al 1999</i>

Pptés : propriétés, T° : température, Morpho : morphologie, méca : mécaniques, MAPP : polypropylène maléaté, MAPE : polyéthylène maléaté, SEBS-MA : styrène-éthylène-butylène tribloc copolymère greffé avec de l'anhydride maléique, PP : polypropylène, PE : polyéthylène, PET : polyéthylène téréphtalique, DMTA : analyse dynamique thermomécanique, DSC : analyse enthalpique différentielle, MDF : panneau de fibres de moyenne densité, PF : phénol formaldéhyde, Melt Index : indice de fusion, NMT : matelas naturel renforçant un thermoplastique, Hybride : composite hybride possédant 3 constituants principaux, PVC : polychlorure de vinyle,

1. Composites polypropylène/bois

On citera quelques travaux réalisés :

Bledzki et al. 2003 ont étudiés les composites à base de fibres de bois (FB), avec des pourcentages en fibres de 50% en masse. Dans cette étude, différents types de fibres de bois ont été employés, à savoir des FB dures, souples (150 - 500 µm) et de longues (4 - 25 mm) et des copeaux de bois. En présence d'un agent couplant le MAH-PP à 5% en masse (polypropylène anhydride maléique les propriétés mécaniques des composites

(tension, flexion et impact) ont été exploitées en fonction de l'agent couplant et de la structure et longueur des fibres.

Il a été démontré que la résistance à la traction et la flexion ont été renforcées de 65% et 50% respectivement, avec l'ajout de copeaux de bois. Par contre, ce sont les composites PP-FB durs présentent de bonne résistance au choc.

Une autre étude comparative entre différents procédés de mise en œuvre a été menée par Bledzki et al. en 2004, employant le PP comme matrice et des fibres de bois comme renfort (FB durs et souples), ainsi que différents agents couplants: deux formes commerciales de MAPP et un PVMA (*Terpolymer of polypropylene–vinylacetate–maleic anhydride*). Les caractéristiques mécaniques de ces composites ainsi que l'absorption de l'eau ont été étudiées [3, 32].

Trombetta et al. 2010 se sont investis, des composites de PP renforcé par des fibres de bois (sciures) de 250 μm , avec des pourcentages allant de 0 à 40% en masse ont été développés. Ils ont aussi étudié l'effet de l'agent couplant MAPP sur les caractéristiques mécaniques de ces composites (tension, flexion impact Izod) et sur l'absorption en eau [3, 33]. Une étude sur l'inflammabilité et les caractéristiques mécaniques de composites PP/farine de bois a été menée par Abu Bakar et al. [34] avec l'ajout d'un agent couplant (MAPP) et d'un retardateur de l'inflammabilité [3]. Stark et al. [35] ont étudié l'effet de la nature et de la taille des particules de bois dans les composites polypropylène/farine de bois [3, 36]. Un mélange préliminaire des constituants a été effectué par extrusion. L'extrudé, refroidi dans un bain d'eau puis séché dans un four à 105°C, a été injecté à l'aide d'une presse standard. En premier lieu, l'effet de la concentration de bois sur les propriétés des échantillons a été étudié, avec des teneurs de bois (40 mesh) allant de 20 à 60%. Ils ont constaté que l'augmentation de la teneur en bois a en effet augmenté les modules en tension et en flexion, la densité, la température de déviation et l'énergie d'impact avec entaille, tandis qu'elle a diminué la résistance en traction, l'élongation en traction, le retrait, l'indice de fluidité et l'énergie d'impact sans entaille. Cependant, la résistance en flexion a atteint un optimum pour une teneur de 40% de bois, au-delà de cette teneur, une diminution a été observée. Ils ont également vérifié l'effet de la nature de la farine de bois sur les composites, quatre types de bois ayant été expérimentés. En effet, deux types de pins, d'érables et de chênes ont été utilisés. De façon générale, les composites à base de feuillus présentent de meilleures propriétés en tension et en flexion que leurs contreparties à base de bois résineux. Enfin, ils ont étudié l'effet de la taille des particules sur les propriétés mécaniques. Quatre distributions étroites de tailles de particules, entre 2 et 120 mesh (0,841 et 0,125 mm respectivement), ont été utilisées. Ces tests ont été effectués en maintenant la teneur en bois constante à 40% massique. L'augmentation de la taille de particules accroît l'indice de fluidité et l'énergie d'impact avec entaille, tandis qu'elle décroît l'énergie d'impact sans entaille. Pour des particules de taille inférieure à 0,25 mm, les modules en flexion et en tension augmentent avec l'accroissement de la taille des particules. Ils ont conclu aussi que la densité des échantillons est indépendante de la taille des particules.

Douglas et al. [37] ont étudié le polychlorure de vinyle (PVC), le polypropylène (PP), et le polyéthylène de basse densité LDPE (*low density polyethylene*) renforcés par la farine de bois (sciure de 90-150 microns et 212-850 microns) de 20 à 60% en masse, avec l'ajout

de deux agents couplants (*l'anhydride maléique et d'une base de titanate composé*) de 1 à 2% en masse. Les mélanges ont été préparés par extrusion, et les échantillons mis en œuvre par injection. L'étude des caractéristiques mécaniques réalisée sur les composites a montré que l'impact, la résistance à la rupture et le module de tension ont été les plus améliorés pour les composites de PP et de LDPE avec 1% d'agent couplant (*l'anhydride maléique*)[3].

Une étude a porté sur des composites PP/farine de bois (70-150 μm) de 0 à 70% en masse, avec l'ajout d'agent couplant MAPP de 0 à 0,25% masse/masse du bois. La caractérisation mécanique de ces composites a été réalisée, et il a été démontré que le module de Young augmentait avec l'augmentation du pourcentage en fibres de bois [3, 38].

2. Composites polyéthylène/bois

Najafi et al. [39] ont étudié les composites HDPE/Fibre de bois. Ils ont eu recours à un mélange à sec de poudre de bois (60% en masse) et de poudre de HDPE, et les Composites ont été moulés par compression. Ils ont étudié l'effet de la charge et du type du polymère (recyclé ou vierge) sur la flexion, les modules d'élasticité (MOE) et de rupture (MOR), ainsi que la déformation de fluage [3, 39]. La Figure 2.5 indique les résultats de MOE et MOR pour les différents types de HDPE utilisés.

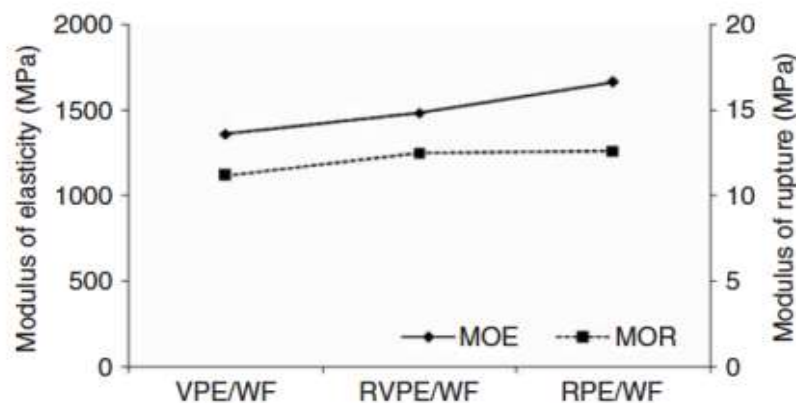


Figure 2.5 : Effet du type de matrice sur le module d'élasticité (MOE) et sur le module de rupture (MOR), avec VPE (polymère vierge), RVPE (polymère vierge et recyclé 50/50), RPE (polymère recyclé) et WF (farine de bois), selon Najafi et al [39].

D'après cette étude, les chercheurs ont constaté que les modules des composites contenant du HDPE recyclé sont plus élevés que ceux des composites avec du HDPE vierge. Avec l'ajout de 40% de HDPE recyclé (RPE), les modules ont augmenté. Ils ont conclu que les composites contenant du HDPE vierge et de la farine de bois ont montré une déformation de fluage et des modules plus importants que ceux du polymère vierge, et que l'augmentation de la concentration en polymère recyclé a induit une diminution de la déformation de fluage, mais une augmentation des modules d'élasticité et de rupture.

Erchiqui et al. 2009 ont étudié les propriétés mécaniques et les propriétés de relaxation des composites HDPE/Fibres de bois (0 à 60% en masse), avec l'ajout d'un agent couplant MAPE. Les échantillons ont été fabriqués par extrusion ensuite par compression [3, 40]. D'après les résultats de cette étude, il convient de conclure que l'augmentation de la teneur en fibres de bois a amélioré les modules G' et G'' .

Des chercheurs se sont intéressés à l'étude des propriétés mécaniques (tension, flexion et compression) ainsi que la performance de durabilité et d'inflammabilité des composites HDPE/Fibres de bois (300-500 μm), avec l'emploi d'un agent couplant MAPE à 3% en masse [3, 41].

D'autres recherches ont investigué l'effet du pourcentage en renfort, de la taille des particules et de la méthode du procédé de mise en œuvre (injection, extrusion ou compression) sur des composites HDPE/Fibres de bois (sciure), avec l'ajout du MAPE comme agent couplant. Des pourcentages de fibres de bois allant de 25 à 45% en masse ont été employés et trois gammes de taille de particules ont été choisies (150-300 μm , 300-425 μm et 600-850 μm). Ces études ont investigué les propriétés thermiques, la cristallinité, les propriétés mécaniques et physiques de ces composites [3, 42, 43].

Kuan et al. 2008 se sont intéressés aux propriétés rhéologiques et mécaniques des composites à base de farine de bois (60% en masse), utilisant une matrice de PP/HDPE, extrudée avec un agent couplant MAH [44]. Une autre étude menée par Yao et al. [45] s'est intéressée à l'influence de la teneur en bois et de l'épaisseur des couches de structures sandwichs de composites HDPE/LDPE à base de farine de bois, sur les propriétés mécaniques et l'absorption en eau [3, 45].

Plusieurs autres études ont investigué la fibre de bois comme renfort, avec différentes autres matrices tels que le polyéthylène de basse densité LDPE (*low density polyethylene*) [3, 37, 46], le polyéthylène linéaire de basse densité LLDPE (*linear low density polyethylene*) [3, 47], et le polyéthylène linéaire de densité moyenne LMDPE (*linear medium density polyethylene*) [3, 48].

Outre le polyéthylène, d'autres thermoplastiques ont attiré l'attention de plusieurs chercheurs comme matrices pour des composites à fibres de bois tel que le poly(acide lactique) PLA, le PVC et le PS [3].

II.3 Procédés de fabrication des composites

Une large gamme de méthodes de production composites est disponible. Ils ont été conçus pour répondre à des défis de fabrication spécifiques. Chaque processus a ses propres avantages et limitations. Le choix du procédé est en fonction du renforcement et de la matrice. d'autres facteurs qui influencent le choix du processus sont la taille et la forme du composant, la qualité requise, le volume et le temps de traitement[4].

II.3.1 Extrusion

L'extrusion est le plus important des procédés de mise en forme des polymères. Elle présente l'avantage de fonctionner en continu.

L'extrusion des composites de bois-polymères se définit comme le mélange de fibre de bois et de polymère thermoplastique. Le but est de fabriquer un matériau qui ressemble au bois naturel. C'est un procédé à basse température (70 à 200°C) qui permet à la fois de mélanger de la farine de bois et un thermoplastique, ainsi que la mise en forme du matériau grâce à une filière adaptée [1].

Une extrudeuse est constituée principalement d'une vis ou de doubles vis tournant en continu à l'intérieur d'un fourreau chauffé (Figure 2.6). Le système se divise habituellement en trois zones: alimentation, compression et pompage. La zone

d'alimentation a un grand entrefer et permet la plastification du polymère. La zone de compression comprime le polymère. Enfin, le polymère est homogénéisé dans la zone de pompage[49].

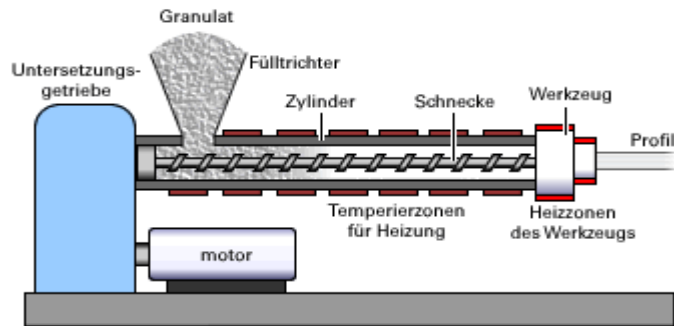


Figure 2.6 : Schéma typique d'une extrudeuse [3].

II.3.2 Injection

L'injection ou procédé RTM « Resin Transfer Moulding » est une autre façon de produire des WPC. L'injection est un procédé semi-continu dans lequel un polymère fondu est injecté dans un moule tempéré, retenu sous pression et retiré lorsque le moule est refroidi et le polymère est solidifié. En fait, une presse à injection peut être représentée comme un hybride entre une extrudeuse et une presse à compression (Figure 2.7) [3].

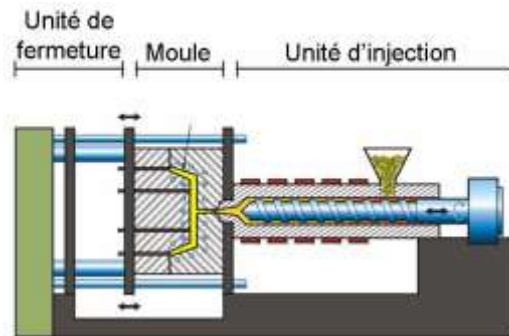


Figure 2.7 : Schéma d'une presse à injection [49].

II.3.3 Compression

Le moulage par compression nécessite un pré-mélange du polymère et du bois (et des additifs s'ils ont lieu) pour assurer une dispersion adéquate. Le composite est alors introduit entre deux plaques chauffantes et soumis à de grandes pressions (Figure 2.8). La température doit être choisie de façon à assurer la minimisation de la dégradation thermique de la fibre. Si un agent gonflant est ajouté, la température est choisie pour assurer aussi une décomposition adéquate de ce dernier. La température et la pression appliquées conduisent à la solubilisation du gaz ainsi produit. Le moulage n'aura lieu que suite au retrait de la pression, d'une manière brève et rapide et le moule doit être refroidi rapidement pour limiter la coalescence des cellules.

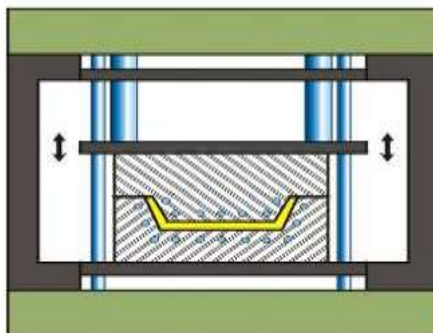


Figure 2.8 : Schéma d'une presse à compression [49].

Il existe aussi d'autres procédés comme le drapage en autoclave, la centrifugation, la stratification en continu, le thermoformage sous vide, l'estampage, etc. Certains modèles de ces processus sont expliqués en détail par Strong [50].

La diversité des techniques, des constituants et de leurs caractéristiques, que ce soit les polymères ou les fibres naturelles, laisse présager un immense choix dans la constitution des WPC. Cependant les fibres naturelles, bien qu'elles possèdent de nombreuses qualités, présentent certains défauts majeurs lorsqu'il s'agit de les associer aux polymères thermoplastiques. En effet la matière ligneuse possède une forte affinité avec l'eau (caractère hydrophile fort) ce qui crée une incompatibilité d'interface entre le bois et les thermoplastiques à caractère fortement hydrophobe.

II.4 Traitement de farine du bois

II.4.1 Interface d'un matériau composite: notion d'adhésion

L'adhérence et l'interphase jouent un rôle très important dans la détermination des propriétés telles que la résistance et la ténacité, et des propriétés à long terme telles que le fluage et la stabilité à l'humidité. Les surfaces de fibres peuvent varier considérablement ce qui entraîne une interaction variable avec la matrice polymère [1].

La nature hydrophile des fibres cellulosiques affecte négativement l'adhérence à la matrice hydrophobe non polaire, ce qui entraîne une mauvaise interface fibre-matrice et de mauvaises propriétés des composites [2,4].

Les fibres naturelles subissent généralement un traitement avant d'être utilisées comme renforts en composites. Ceci est principalement pour améliorer la compatibilité entre fibre et matrice, éliminer les impuretés et réduire l'hydrophilie des fibres [2].

II.4.2 Hydrophobicité du bois

Les groupes hydroxyle (-OH) dans la cellulose, l'hémicellulose et la lignine forment une grande quantité de liaisons hydrogène entre les macromolécules des polymères du bois. La soumission du bois à l'humidité entraîne la rupture de ces liaisons. Les groupes hydroxyle forment alors de nouvelles liaisons hydrogène avec des molécules d'eau qui induisent un gonflement (Figure 2.9). Le gonflement du bois exerce de très grandes forces. La sorption de l'humidité augmente avec l'augmentation de la teneur en charge dans les composites bois-themoplast non traités [51].

Principalement, c'est l'eau liée par les régions amorphes et l'eau libre dans les cavités de cellulose, qui est responsable des changements dans les propriétés mécaniques [52].

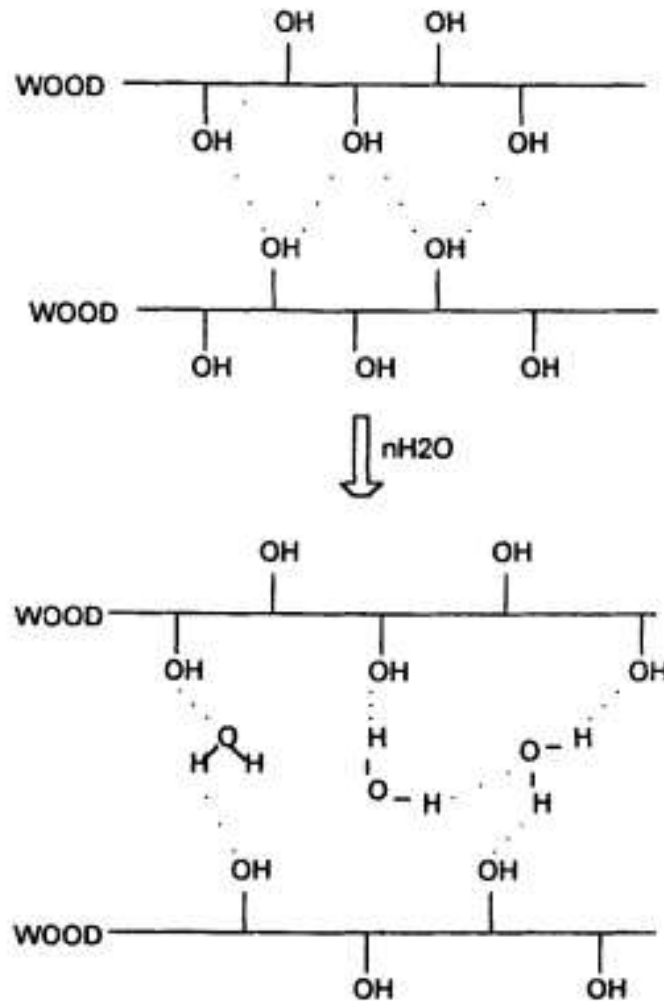


Figure 2.9 : Illustration schématique du processus de gonflement

Les groupes OH dans les régions cristallines des fibres de cellulose forment des liaisons d'hydrogène mutuelles entre des chaînes parallèles et ne sont donc pas disponibles pour l'eau de liaison [52].

La quantité d'eau absorbée dépend de l'humidité relative de l'atmosphère avec laquelle la fibre est en équilibre. L'isotherme de sorption du matériau cellulosique (water sorpped versus water pressure partielle) dépend de:

- La pureté de la cellulose: la matière cellulosique brute telle que les fibres de sisal non lavées absorbent au moins deux fois plus d'eau que les fibres lavées.
- Le degré de cristallinité: tous les groupes OH dans la phase amorphe sont accessibles à l'eau alors que seule une petite quantité d'eau interagit avec la Groupes OH de surface de la phase cristalline [53].

II.4.3 Interface bois/polymère

Les liaisons créées à l'interface entre les fibres de bois et les polymères déterminent les propriétés physico-mécaniques des matériaux composites. L'interface bois/polymères thermodurcissables a été très largement étudiée et, en réalité, est souvent une interface bois/adhésif/bois permettant une meilleure et plus large utilisation des ressources forestières. L'interface bois/polymères thermoplastiques pose beaucoup plus de problèmes puisqu'il s'agit d'une association contre nature entre des compositions chimiques antagonistes [15].

Les fibres naturelles subissent généralement un traitement avant d'être utilisées comme renforts en composites. Ceci est principalement pour améliorer la compatibilité entre fibre et matrice, éliminer les impuretés et réduire l'hydrophilie des fibres [2].

II.4.4 Modification de l'interface bois/thermoplastiques

Il existe de nombreuses techniques afin d'augmenter la compatibilité entre le bois et les thermoplastiques, permettant ainsi la mise en place de liaisons chimiques au niveau de l'interface [54]. Ces diverses techniques peuvent être divisées en deux catégories : les méthodes de modification physiques et les méthodes chimiques.

1. Les méthodes physiques

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 [55, 56]. 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 [57].

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 [57].

Cependant, ces méthodes physiques ne sont pas largement utilisées en raison de la complexité inhérente et du nombre insuffisant d'enquêtes visant à comprendre leur comportement sur les fibres [58].

1-Le traitement thermique

Ce traitement a été considéré comme une bonne technique pour améliorer la stabilité dimensionnelle du bois et une grande partie de la recherche a été ciblée. L'exposition à des températures élevées pendant le traitement thermique décompose les composants les plus vulnérables du bois en termes de stabilité thermique. La décomposition devrait aboutir à une stabilité thermique plus élevée. En théorie, l'ajout de bois traité thermiquement dont les composants sensibles sont décomposés ou au moins soumis à des changements structurels pendant le traitement, devrait conduire à une amélioration de la stabilité thermique des composites. En outre, le traitement thermique pourrait modifier la nature polaire du bois, ce qui pourrait entraîner une meilleure compatibilité entre le bois et le polymère et, éventuellement, les matériaux composites de haute qualité. Les propriétés thermiques, à savoir la stabilité thermique, constituent un facteur critique imposant une restriction sur le temps et la température de traitement et par conséquent les

types de polymères qui peuvent être utilisés avec des fibres naturelles. D'une manière générale, l'instabilité thermique du bois ou d'autres fibres naturelles restreint les thermoplastiques qui peuvent être utilisés avec le polypropylène, le polyéthylène (faible et haute densité), le polystyrène et le polychlorure de vinyle (PVC). Les températures de traitement en bois / composites plastiques ne peuvent dépasser 190°C. L'optimisation du temps et de la température de traitement ainsi qu'une meilleure compréhension de la matrice (polymère), de la fraction de renforcement et de l'interface entre la matrice (polymère) et la fraction de renforcement peuvent aboutir à un meilleur équilibre entre les propriétés des composites, y compris la résistance, la rigidité, les propriétés dynamiques et thermiques [59].

2- *Les agents dispersifs* (cires, paraffine) sont largement utilisés dans les composites à base de bois qu'ils soient ou non associés à des polymères thermoplastiques. D'autres *additifs* comme les élastomères et les plastifiants sont utilisés. Ces produits agissent sur des propriétés spécifiques qui entraînent des modifications de surface permettant d'améliorer directement le composite ou indirectement en facilitant sa fabrication (changements des paramètres du procédé : baisse de la température, homogénéisation du mélange, diminution des contraintes mécaniques lors du processus). De nombreux travaux sur les WPC traitent des effets de ce type de modification et des améliorations qui en découlent [15].

3- *Les traitements par décharges électriques* (corona, plasmas froids)

Ce sont très efficaces sur les polymères non actifs comme les polyoléfinés. La modification des fibres celluloses par ce type de méthode a connu plusieurs succès dans le cadre d'études sur les composites WPC (propriétés mécaniques, réduction de la viscosité au point de fusion). Le traitement Corona, ou effet couronne, est une technique d'activation de surface par oxydation. Cela se traduit par une augmentation de la concentration des groupements aldéhyde lors de l'activation de la surface du bois. On obtient sensiblement le même type d'action avec les plasmas à basse température. La variété de modifications possibles avec les plasmas provient du choix du gaz impliqué dans le traitement. L'oxygène entraînera la formation de groupes plutôt acides (accepteurs d'électrons), alors que l'azote ou l'ammoniaque entraînera la formation de groupes plutôt basiques (donneurs d'électrons). Ce type de solution par décharge électrique nécessite toutefois une technologie assez complexe. Les mêmes remarques s'appliquent aux traitements aux plasmas, froids ou chauds [60, 61].

2. Les méthodes chimiques

La modification chimique peut être définie comme une réaction chimique entre certains constituants réactifs de la fibre naturelle et du réactif chimique, avec ou sans catalyseur, pour former une liaison covalente entre les deux. Comme les fibres naturelles résultent de la chimie des composants de la paroi cellulaire, la modification de la chimie des polymères de paroi cellulaire peut modifier les propriétés basiques d'une fibre. Les produits chimiques à utiliser pour la modification chimique doivent pouvoir réagir avec des hydroxylés lignocellulosiques dans des conditions neutres, alcalines ou acides à des températures inférieures à 150 ° C. Le système chimique devrait être simple et capable de gonfler la structure pour faciliter la pénétration. La molécule complète devrait réagir rapidement avec les composants de lignocelluloses obtenant des liaisons chimiques

stables, et les lignocelluloses traitées doivent encore posséder les propriétés souhaitables des lignocellulosiques non traitées [27].

1-Le traitement alcalin du FB

C'est la méthode qui produit des fibres de haute qualité. En supprimant les impuretés naturelles et artificielles, le traitement aux alcalis réduit le diamètre de la fibre et augmente ainsi le rapport d'aspect [62, 63].

Par conséquent, le développement d'une topographie de surface rugueuse et d'une amélioration du rapport d'aspect offre une meilleure adhérence à l'interface fibre-matrice et une augmentation des propriétés mécaniques. Le traitement alcalin augmente la rugosité de la surface, entraînant une meilleure interconnexion mécanique et la quantité de cellulose exposée sur la surface de la fibre. Cela augmente le nombre de sites de réaction possibles et permet un meilleur mouillage des fibres [62]. La réaction du traitement alcalin, **Eq. (1)**:



En outre, le traitement aux alcalis influe sur la composition chimique des fibres, le degré de polymérisation et l'orientation moléculaire des cristallites de cellulose, en l'hémicellulose. En raison de l'élimination des substances telles que la lignine et par conséquent, la mercerisation a un effet durable sur le comportement mécanique des fibres, telle que leur résistance et leur rigidité. Plusieurs études menées sur des traitements alcalins ont révélé que la mercerisation a entraîné une augmentation de la quantité de cellulose amorphe au détriment de la cellulose cristalline et l'élimination des liaisons hydrogène dans la structure du réseau [62, 64].

2-L'acétylation des FB

L'acétylation a été largement appliquée à la cellulose du bois pour stabiliser la paroi cellulaire, améliorant la stabilité dimensionnelle et la dégradation de l'environnement. L'une des techniques de modification employées par la société Okura au Japon était de produire des bois estérifiés, qui seraient moulés en feuilles de plastique par pressage à chaud [62].

L'acétylation est basée sur la réaction de groupes hydroxyle de paroi cellulaire de matériaux lignocellulosiques avec de l'anhydride acétique ou propionique à température élevée (habituellement sans catalyseur) [**Eq. (2)**]:



Selon Rowell [65] les groupes hydroxyle qui réagissent avec le réactif sont ceux de la lignine et des hémicelluloses (matériau amorphe), tandis que les groupes hydroxyle de la cellulose (matériau cristallin), étroitement lié aux liaisons hydrogène, empêchent la diffusion du réactif et aboutissent ainsi à des effets très faibles de réaction. Il a été démontré que l'estérification améliore la dispersion des matériaux lignocellulosiques dans une matrice polymère, ainsi que la stabilité dimensionnelle et l'interface des composites finaux [27, 62].

3-Une autre méthode efficace de modification chimique de surface des fibres de bois est la *copolymérisation greffe*. Les fibres naturels améliorés, greffés de vinyle, consistent en

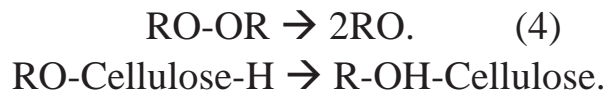
un arrangement ordonné de segments greffés, agissent comme des fibres de renforcement compatibles avec plusieurs systèmes de résine pour obtenir une meilleure adhérence fibre-matrice des éco-composites résultants [62].

4-*L'isocyanate* C'est une méthode qui mis en évidence un groupe fonctionnel $-N=C=O$, très sensible à la réaction avec le groupe hydroxyle de la cellulose et de la lignine dans les fibres, et forme de fortes liaisons covalentes, créant ainsi une meilleure compatibilité avec la matrice polymère dans les composites [Eq. (3)]. Kokta et al. Ont étudié la performance de l'isocyanate comme agent de couplage. Les isocyanates ont permis une meilleure interaction avec les thermoplastiques, ce qui donne des propriétés supérieures. Les isocyanates pourraient agir comme un promoteur, ou comme un inhibiteur de l'interaction [66].

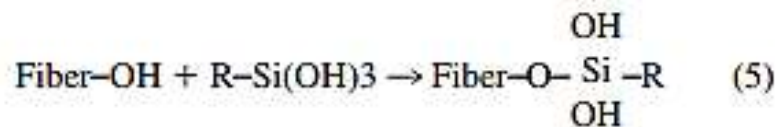


5-*L'adhésion induite par des peroxydes* dans des composites thermoplastiques renforcés par des fibres de cellulose a attiré l'attention de divers chercheurs en raison de la facilité de traitement et de l'amélioration des propriétés mécaniques [67]. Sapiaha et al. Ont constaté que l'addition d'une petite quantité de peroxyde de benzoyle ou de peroxyde de dicumyle aux systèmes de polymère de cellulose (LLDPE) pendant le traitement améliorerait les propriétés mécaniques composites [66].

L'amélioration des propriétés mécaniques est attribuée au greffage induit par le peroxyde de polyéthylène sur les surfaces de cellulose, suite à la réaction [Eq. (4)]:



6-Plusieurs auteurs ont étudié l'effet de *l'agent de couplage de silane* sur la performance de l'interface des composites renforcés NF. La silanisation de la surface des fibres a permis une meilleure efficacité de transfert de charge interfaciale, en raison de l'accroissement de l'adhérence. On peut trouver des mécanismes de liaison à l'hydrogène et à la liaison covalente dans le système NF-silane [Eq. (5)]. On a supposé que les chaînes hydrocarbonées fournies par l'application de silane ont influencé la mouillabilité des fibres, améliorant ainsi l'affinité chimique de la matrice polymère. Le traitement au silane a également amélioré la résistance à la traction du composite [67], a minimisé l'effet de l'humidité sur les propriétés composites, accroît l'adhérence et donc la résistance du composite.



7-Le traitement à l'acrylate, le traitement au polypropylène maléique et à l'anhydride maléique et au traitement au titanate de fibres cellulosiques ont également été rapportés [68]. Le traitement à l'acrylate a entraîné une forte déformation des composites.

La capacité des composites à résister à la contrainte de flexion appliquée se manifeste par des valeurs de déformation plus élevées, ce qui indique la nature élastique du matériau. Le polypropylène greffé à l'anhydride maléique (MAPP) a été largement utilisé comme agent de couplage ou comme agent de compatibilité dans les composites de polypropylène renforcé par NF. Le traitement des NF avec un copolymère MAPP fournit des liaisons covalentes à travers l'interface (Figure 2.10). Grâce à un tel traitement, l'énergie de surface des fibres augmente, fournissant ainsi une meilleure mouillabilité et une meilleure adhérence interfaciale. Beaucoup d'autres composés (tels que les complexes de chrome et les titanates) peuvent être utilisés comme agents de couplage. Le traitement des composites avec des agents de couplage titanate a révélé que le dépôt d'une monocouche de titanate fonctionnel organique éliminait l'eau d'hydratation, améliorant ainsi la dispersion et la compatibilité à l'interface [3].

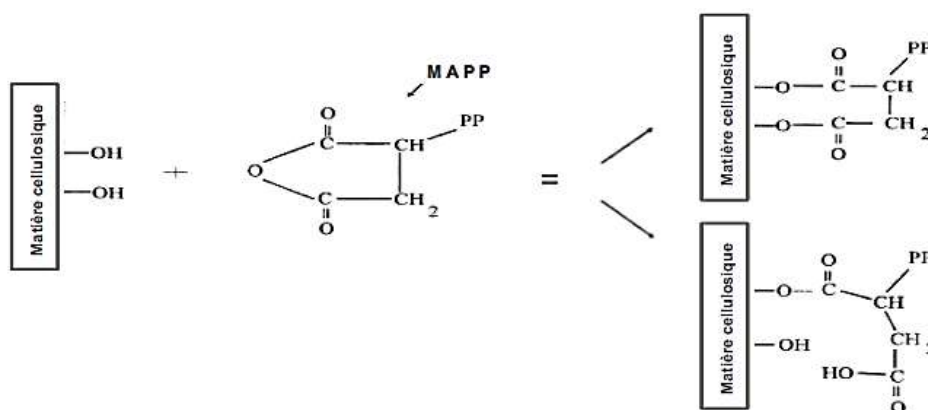


Figure 2.10 : Liaison chimique MAPP / matière lignocellulosique (adapté de Matuana et al. en 2001) [69].

II.5 Conclusion

Les modifications de surface des fibres naturelles hydrophiles ont atteint un certain degré de réussite dans la réalisation d'une interface supérieure, mais une modification de la surface à moindre coût doit être soulignée pour les biocomposites pour remplacer les composites de fibres de verre dans de nombreuses applications à l'avenir.

CHAPITRE III
**TECHNIQUES
EXPERIMENTALES**

III.1 Introduction

Ce chapitre sera consacré à la présentation des produits, des méthodes d'élaboration et les techniques expérimentales utilisées pour l'étude et la caractérisation des mélanges PP/FB et PEBD/FB.

- ✓ Les polymères de base sont : **PEBD, PP** polymères traditionnels,
- ✓ Un agent de couplage Les mélanges PP-g-MA (1,4% d'anhydride maléique)
PP-g-MA (% élevé d'anhydride maléique),
- ✓ L'utilisation de **déchets de farine de bois** comme renfort pour l'élaboration des composites.

III.2 Produits utilisés

III.2.1 Le polyéthylène basse densité

Le polyéthylène basse densité (PEBD) utilisé au cours de cette étude est commercialisé sous le nom de NA980 par la compagnie «**Pethrothene Lyondell Chemical**» sous forme de granulés blancs. Les principales caractéristiques du PEBD sont regroupées dans le tableau 3.1.

Tableau 3.1 : Caractéristiques du PEBD NA980 [Fiche technique « Petrothene® »]

Caractéristiques	Valeurs	Méthode ASTM Test
Densité	0,92	D 1505
Indice de fluidité	0,25 g/10min	D 1238
Température de fusion (°C)	115	DSC

III.2.2 Le polypropylène

Le polypropylène utilisé est commercialisé sous le nom (PP 1102K) dont les caractéristiques sont données dans le Tableau 3.2.

Tableau 3.2 : Caractéristiques *du PP* (PP 1102K) [Fiche technique « Petrothene® »].

Caractéristiques	Valeurs	Méthodes
Densité	0.86-0.89	pesée
Indice de fluidité	3.4 g/10min	ASTM D-1238
Température (°C)	163	DSC

III.2.3 L'agent de couplage

Tableau 3.3 : caractérisation du compatibilisant **PP-g-MA** Fusabond 353, fabriqué par DUPONT (USA).

Compatibilisant	T _f (°C)	Densité	IF (g/10min) (190°C /2.16 Kg)	Référence
PP-g-MA	135	0.90	470	DUPONT

III.2.3 La farine de bois

Les farines du bois utilisées proviennent de déchets récupérés la Societé TRANSbois de Béjaia. Les déchets sont sous forme de farine.

Afin de réduire l'humidité, le sont étuvées à 105°C, pendant toute la nuit avant utilisation.

III.3 Méthodes

III.3.1 Traitements du bois

Les différents traitements utilisés sont :

- _ Traitement alcalin,
- _ Traitement thermique.

Afin de réduire l'humidité, la farine de bois été étuvées à 105°C, pendant toute la nuit avant utilisation.

1. Traitement alcalin

Le traitement alcalin consiste à immerger la farine de bois dans un volume de solution de NaOH à une concentration de 09% en poids pendant un temps de 40 minutes et à une température ambiante. Après le traitement, la farine du bois a été lavée soigneusement avec de l'eau distillée en tenant compte de la neutralisation de pH. Ensuite, la farine du bois a été séchée à la température ambiante, à l'air libre pendant 48 heures puis séchée au four à 80° C pendant 06 heures.

2. Traitement thermique

La farine de bois a été traitée thermiquement dans une étuve pendant 40 minutes à deux différentes températures (150°C et 180°C) puis elle a été couverte par une feuille d'aluminium pour éviter le contact avec l'humidité.

III.3.2 Préparation des composites

Les composites ont été préparés à différents taux de farine de bois non traitée et traitées (voir tableaux 3.5 et 3.6). Nous avons utilisé un agent de couplage PP-g-MA. Les composites ont été préparés par une méthode de dissolution en solution. A cet effet nous avons utilisé le solvant xylène et nous avons fait varier la température en fixant le temps et la quantité de solvant utilisée (voir tableau 3.4).

Tableau 3.4 : conditions d'élaboration des composites.

Température (°C)	Temps (min)	Observations PP	Observations PEBD
40	40	Aucun changement	Aucun changement
60	40	Aucun changement	Aucun changement
100	40	Aucun changement	Fusion partielle
120	40	Aucun changement	dissolution de polymère
140	40	dissolution de polymère	

Le Polypropylène (PP) et le polyéthylène (PEBD) ont été dissouts dans le Xylène à température de 140°C et 120°C respectivement. La dissolution a été réalisée dans un bécher sous agitation continue sur la plaque chauffante. Une fois le polymère est dissout on rajoute de la farine de bois. Une fois le composite est prêt, il est récupéré dans des verres à montre sous forme de grains de formes sphériques et il séché à la température ambiante ensuite à l'étuve pendant 15 min à la température 50°C (voir Figure 3.1)

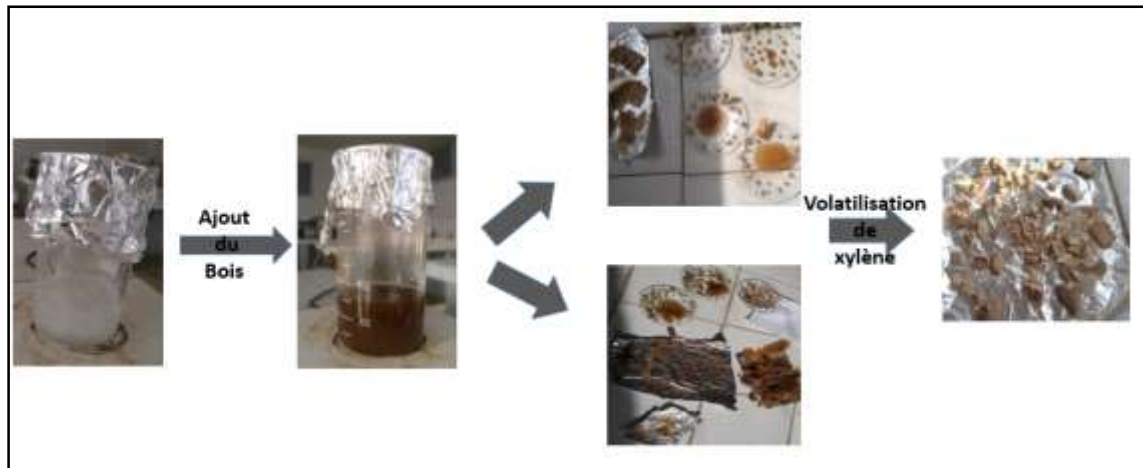


Figure 3.1 : Processus de l'élaboration des composites

Tableau 3.5 : Les compositions de composites PP /Farine de bois

Type de traitement du bois	Taux (%)	PP (%)	CODE
Sans traitement	15	85	PPnt2
Traitement alcalin (NaOH)	10	90	PP/FBA1
	15	85	PP/FBA2
	30	70	PP/FBA3
	40	60	PP/FBA4
Traitement thermique à 150°C	10	90	PP/FBTb1
	15	85	PP/FBTb2
	30	70	PP/FBTb3
	40	60	PP/FBTb4
Traitement thermique à 180°C	10	90	PP/FBTh1
	15	85	PP/FBTh2
	30	70	PP/FBTh3
	40	60	PP/FBTh4

Tableau III.6 : Les compositions de composites PEBD /Farine de bois

Type de traitement du bois	Bois (%)	PEBD (%)	PP-g-MA (%)	CODE
Sans traitement	15	85	-	PEnt2
Traitement alcalin (NaOH)	10	90	-	PE/FBA1
	15	85	-	PE/FBA2
		80	05	PE/FBA2g
	30	70	-	PE/FBA3
Traitement thermique à 150°C		65	05	PE/FBA3g
	10	90	-	PE/FBTb1
	15	85	-	PE/FBTb2
		80	05	PE/FBTb2g
	30	70	-	PE/FBTb3
	65	05	PE/FBTb3g	

Traitement thermique à 180°C	10	90	-	PE/FBTh1
	15	85	-	PE/FBTh2
		80	05	PE/FBTh2g
	30	70	-	PE/FBTh3
		65	05	PE/FBTh3g

III.3.3 Caractérisation de la Farine de bois

Caractérisation par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

Afin d'étudier l'influence des traitements sur la structure de la farine de bois, nous avons utilisé la méthode spectrale FTIR. Les spectres FTIR de la farine non traitées et traitées ont été obtenus sur le Spectrophotomètre FTIR, Les spectres infrarouges ont été enregistrés dans des unités d'absorbance dans la gamme 4000-400 cm^{-1} . Les échantillons utilisés sont sous forme de pastilles

Une presse hydraulique est utilisée pour former la pastille. Les figures ci-contre montre L'échantillon est placé entre deux pastilles métalliques tenues dans le cylindre. La connexion latérale sert à évacuer l'air, ce qui est nécessaire pour éviter l'inclusion de bulles qui provoqueraient la cristallisation du KBr.



- 1 Piston
- 2 Pastilles métalliques
- 3 Cylindre
- 4 Echantillon de KBr
- 5 Branchement du vide

0,5 à 1,5 mg de la substance à analyser sont mélangés avec 100 mg de KBr dans un mortier. Le mélange est broyé très finement. Une pression de 10 tonne pendant 2 à 5 minutes est appliquée sur le moule pour obtenir le verre de pastille.



III.3.4 Caractérisations des composites

1. Absorption de l'eau

Les échantillons de composites de la forme sphérique sont étuvés à 105°C jusqu'à poids constant ensuite, ils sont immergés dans un bain d'eau distillée à une température constante de 25°C et 40°C. Le taux d'absorption d'eau est exprimé par le gain de la masse en fonction du temps. Il est déterminé à partir de l'équation III.1

Le pourcentage d'absorption d'eau a ensuite été calculé par la formule suivant :

$$Q_{H_2O} = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100 \quad \text{III.1}$$

m_1 : la masse de l'échantillon sec (g)

m_2 : la masse de l'échantillon saturé en eau (g)

Q_{H_2O} : le taux d'absorption d'eau (%)

2. Mesure de la densité des composites

Des mesures de densité ont été effectuées par utilisation d'un pycnomètre de 50 ml et une balance électronique pour améliorer la précision. La densité a été calculée comme suite :



1- pycnomètre rempli d'eau jusqu'au trait de jauge et le solide à côté : M_1

2- pycnomètre contenant le solide et rempli d'eau jusqu'au trait de jauge : M_2

3- pycnomètre rempli d'eau jusqu'au trait de jauge : M_e

Figure 3.2 : Schéma du pycnomètre

La masse du solide s'obtient par différence :

$$m_s = M_1 - M_e$$

La masse d'eau occupant le même volume s'exprime par :

$$m_e = M_1 - M_2$$

L'expression de la densité du solide est donc donnée par l'équation suivante:

$$d = \frac{m_s}{m_e} = \frac{M_1 - M_e}{M_1 - M_2} \quad \text{III.2}$$

CHAPITRE IV
RESULTATS
ET
DISCUSSIONS

Les résultats obtenus des différents tests effectués sont présentés et interprétés dans ce chapitre. Nous avons caractérisé la farine de bois traitée et non traitée par FTIR. Nous avons suivie l'évolution de l'absorption d'eau en fonction du temps à différentes températures et la densité pour les composites PP/FB et PEBD/FB à différentes compositions de taux de Farine de bois

IV.1 Analyse spectroscopique par infrarouge a transformé de Fourier

Afin de déterminer l'ensemble de changements de la structure causés par les différents traitements de la farine de bois, on a effectué une analyse par IFTR. Les spectres de la farine de bois non traitée et traitée par les traitements alcalin et thermique sont représentés sur la figure 4.1. à 4.4.

IV.1.1 Farine de bois non traitée

La Figure 4.1 montre l'analyse par infrarouge de la farine de bois non traitée. Le spectre est caractérisé par une bande large et intense au environ de 3500 cm^{-1} , elle est attribuée au groupement hydroxyde O-H liés, on observe une bande moyenne à 2900 cm^{-1} qui correspond aux vibrations des liaisons C-H du groupe C-H₂ des segments de la cellulose et hémicellulose. Une bande caractéristique au environ de 1740 cm^{-1} et 1269 cm^{-1} attribuée à la vibration des groupements carbonyles C=O des esters ou des substances acétyle contenant dans l'hémicellulose.

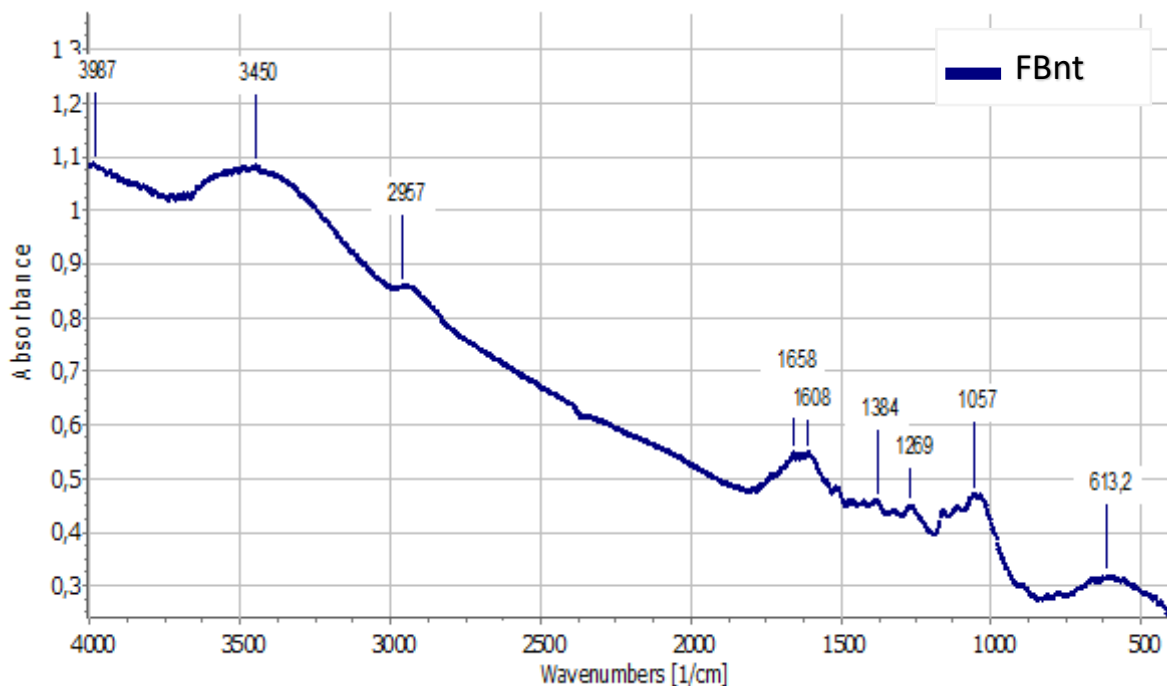


Figure 4.1 : Spectre FTIR de la farine de bois non traitée

IV.1.2 Farine de bois traitée par la soude

La Figure 4.2 représente le spectre de la farine de bois traitée par la solution NaOH à 9% montre bien un changement dans la structure de la farine de bois. On note la disparition de la bande large à 3500cm^{-1} dû aux groupements O-H liés de la cellulose et celle à 2900cm^{-1} et une diminution des bandes 1269cm^{-1} attribuée à C=O du groupe l'acétyle de la lignine ce qui mit en évidence une altération chimique dans la structure de la farine de bois.

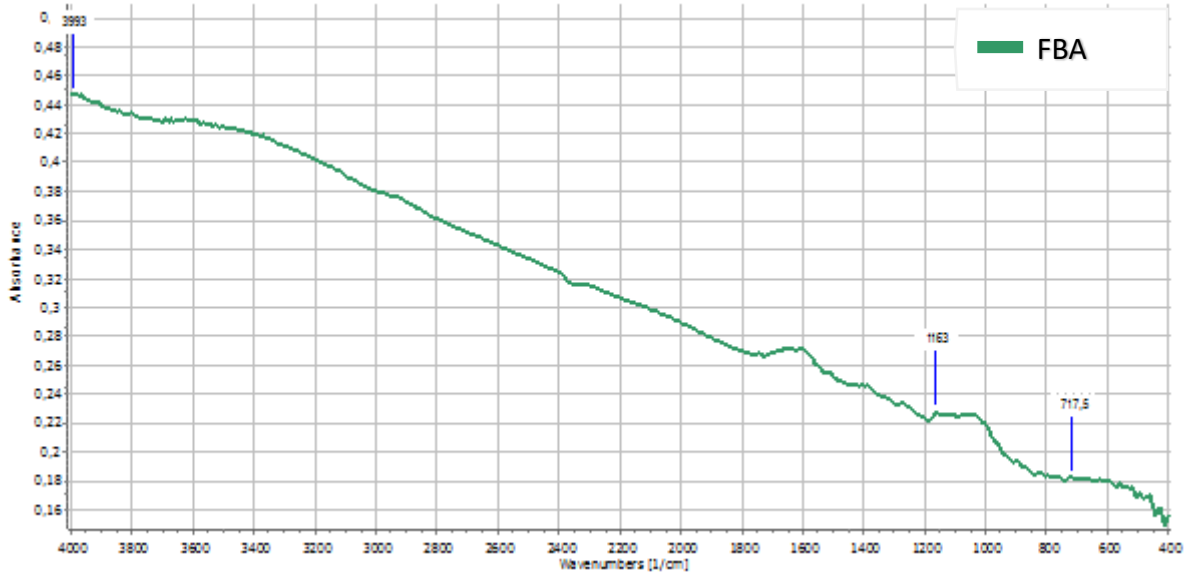


Figure 4.2 : Spectre FTIR de la farine de bois traitée par NaOH

V.1.3 Farine de bois traité thermiquement à 150°C et 180°C

La Figure 4.3 représente les spectres de la farine de bois traité à différentes Température 150°C et 180°C. Les résultats IRTF montre que la température influe sur la structure de la farine de bois, on note une diminution de l'intensité de la bande à 3500cm^{-1} et à 2900cm^{-1} . La diminution de l'intensité des bandes est plus importante dans le cas du traitement thermique à 150°

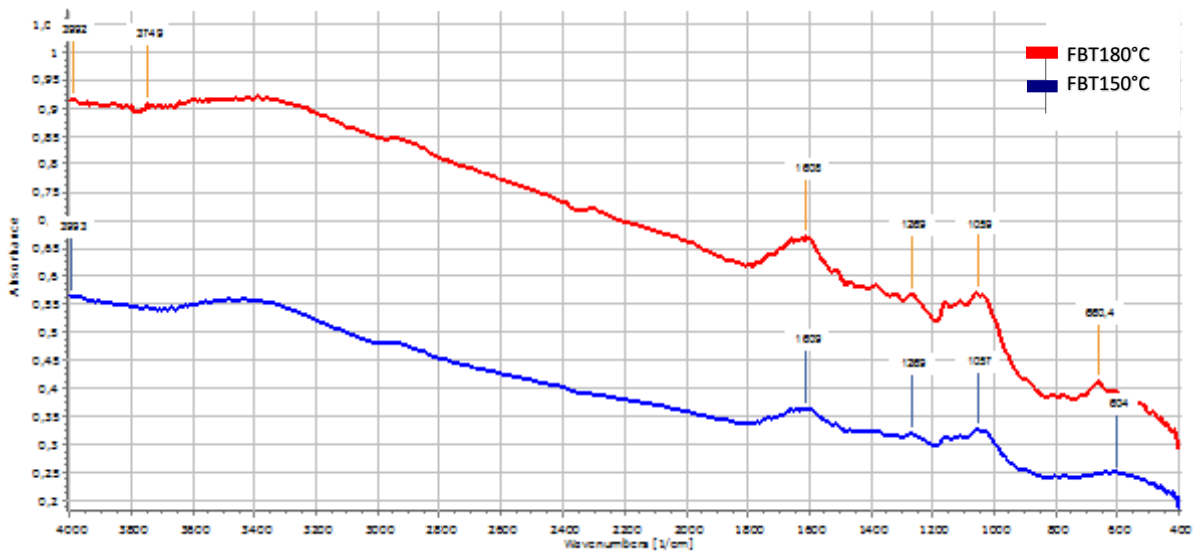


Figure 4.3 : Spectre FTIR de la farine de bois traitée à 150°C et 180°

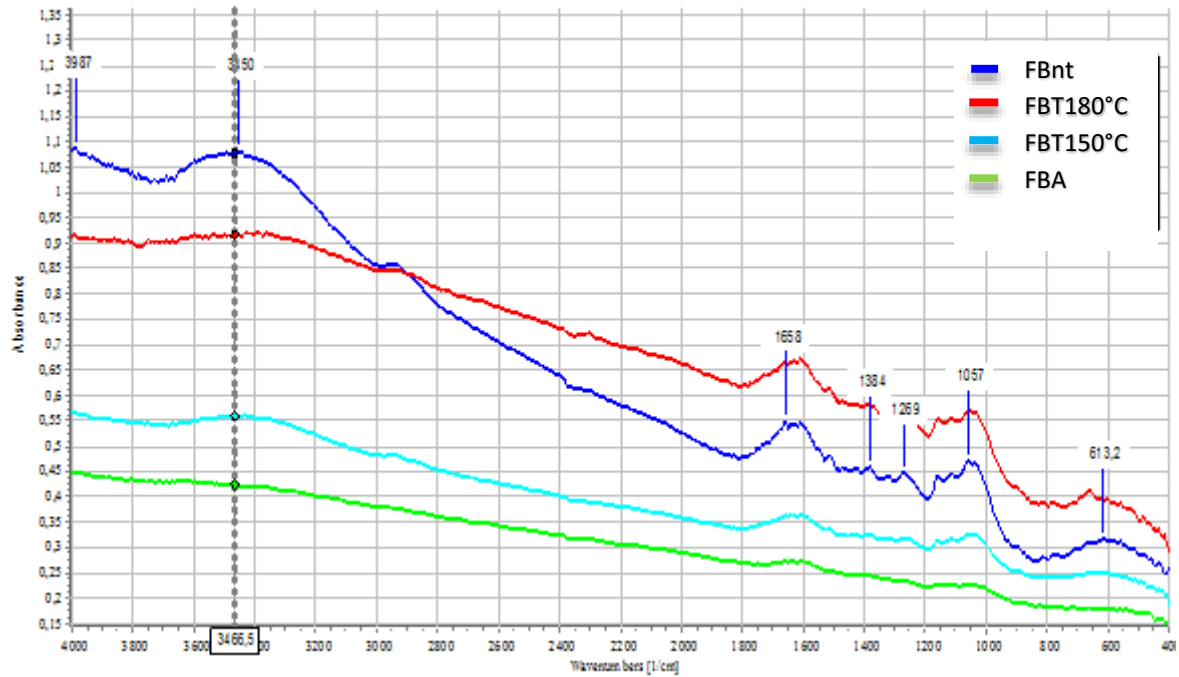


Figure 4.4 : Spectre FTIR de la farine de bois non traitée et traitée

Le tableau 4.1 représente les bandes les plus importantes étudiées et analysées.

Tableau 4.1 : Désignation des principales bandes d'absorption impactées par l'humidité révélées par l'analyse de variance des spectres infrarouges caractéristiques du bois.[70-72]

Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Désignation
3600-3100 (3466)	Caractéristique de la vibration d'étirement des liaisons –OH de la cellulose et de l'hémicellulose
1658	Vibration en cisaillement de la liaison –OH de l'eau libre
1125-895 (1057)	Étirement des liaisons C-O-C de la cellulose
700-650	Déformation hors plan de la liaison OH de l'eau
1384	Liaison O-H dans le plan

La région du spectre la plus impactée par la présence d'eau dans la fibre est la large bande comprise entre 3 600 et 3 100 cm⁻¹(Figure 4.4). Pour des matériaux cellulosiques cette zone représente les liaisons hydrogène du réseau inter et intramoléculaire de la cellulose ainsi que les groupements hydroxyles libres de l'hémicellulose [70, 72, 73]. Une bande d'absorption dans cette gamme spectrale est également caractéristique de la présence d'eau liquide [74, 75]. Cette bande représente donc à la fois les interactions macromoléculaires de la cellulose et de l'hémicellulose ainsi que la présence d'eau dans les fibres. Par conséquent, son augmentation significative avec l'absorption d'humidité montre que les molécules d'eau peuvent se fixer sur ces groupements hydroxyles caractéristiques.

L'analyse de variance montre aussi un impact significatif de l'eau sur les bandes d'absorption suivantes : 1658 et 1384 cm^{-1} ainsi que la région entre 1100 et 700 cm^{-1} . Le pic à 1658 cm^{-1} est assigné à la vibration en flexion de la molécule d'eau. Ce pic témoigne donc directement de la présence d'eau libre dans les échantillons [71, 75]. Enfin, les pics compris entre 1100 à 700 cm^{-1} sont caractéristiques de la nature polysaccharidique de la fibre. Cette signature est également impactée par l'augmentation de l'hygrométrie.

IV.2 Absorption d'eau

Le problème majeur des composites à base de la farine de bois est bien l'absorption d'humidité, pour cette raison nous nous sommes intéressés à étudier l'effet des différents traitements sur l'absorption d'eau. Nous avons suivi l'évolution de l'absorption d'eau des composites élaborés en fonction du temps pour deux températures 25°C et 40°C. Les résultats sont représentés par les Figures 4.5 à 4.19 ci-dessous, montrent que l'absorption d'eau augmente avec l'augmentation du pourcentage de la farine de bois dans le cas des deux polymères.

Les courbes de l'absorption de l'eau par les composites PP/FB et PEBD/FB présentent trois parties, la première étape montre une absorption rapide pour une durée d'immersion faible, suivie d'une absorption faible et enfin une phase de saturation où les molécules d'eau perdent leur grande activité.

IV.2.1 Traitement thermique à 150°C

1. Composites PP/FB

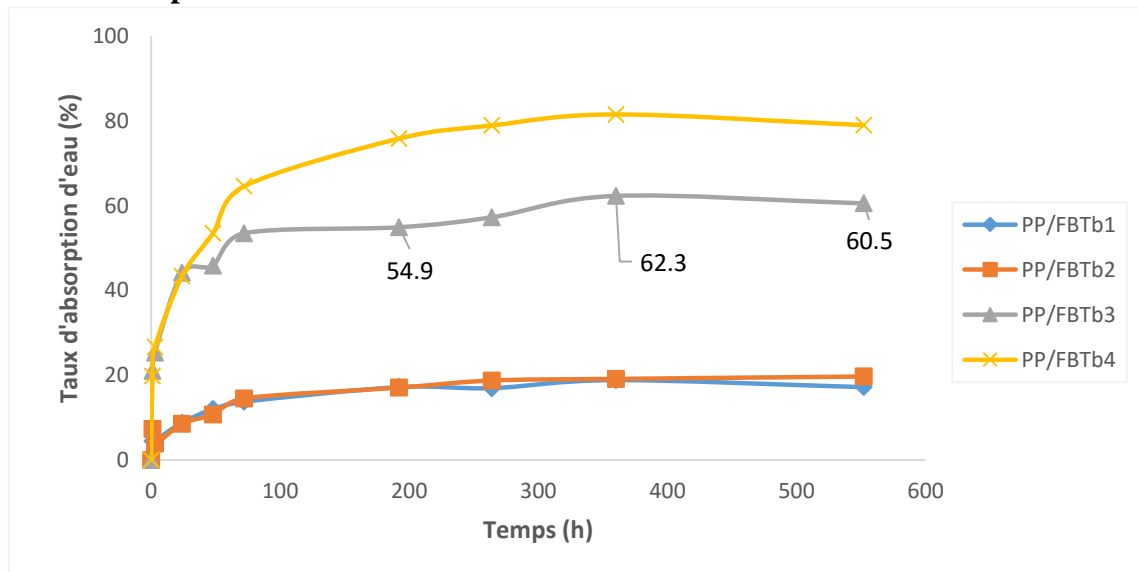


Figure 4.5 : Taux d'absorption de l'eau des composites PP/FB traités à 150°C en fonction du temps à la température de 25°C.

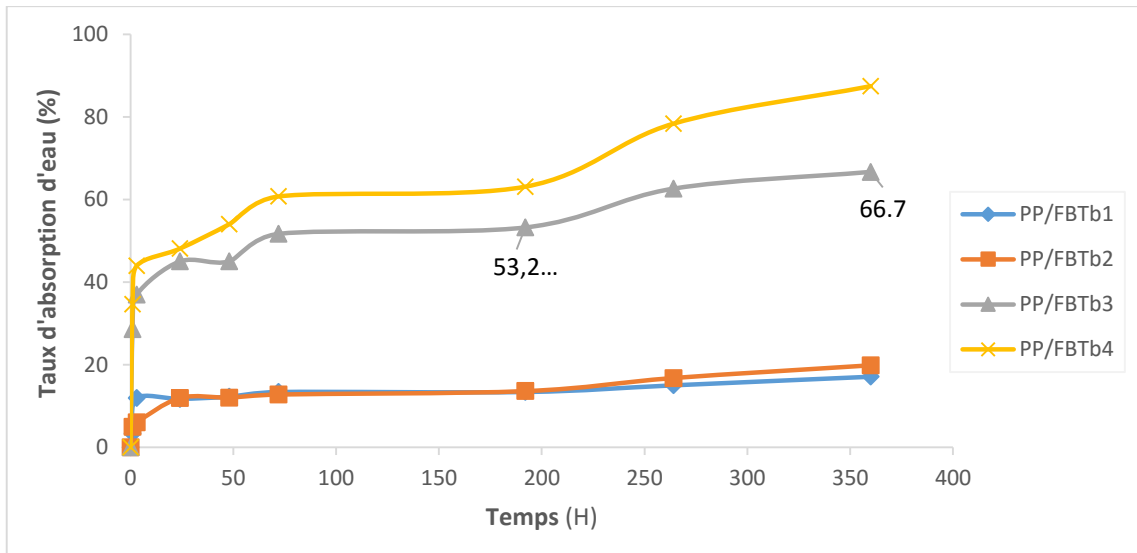


Figure 4.6 : Taux d'absorption de l'eau des composites PP/FB traitée à 150°C en fonction du temps à la température de 40°C

Les résultats montrent bien que la température d'immersion n'influe pas sur le taux d'absorption de l'eau, on note un taux de l'ordre de 53% et 54% au bout de 200H pour les composites à 30% de charge immergés à la température de 40°C et 25°C respectivement.

2. Composites PEBD/FB

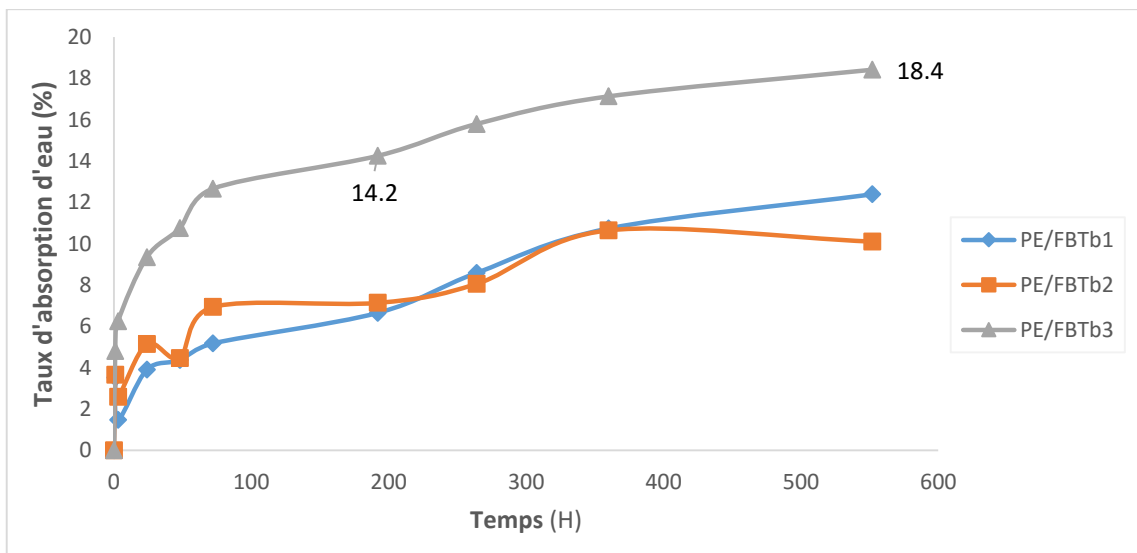


Figure 4.7 : Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée à 150°C en fonction du temps à la température de 25°C

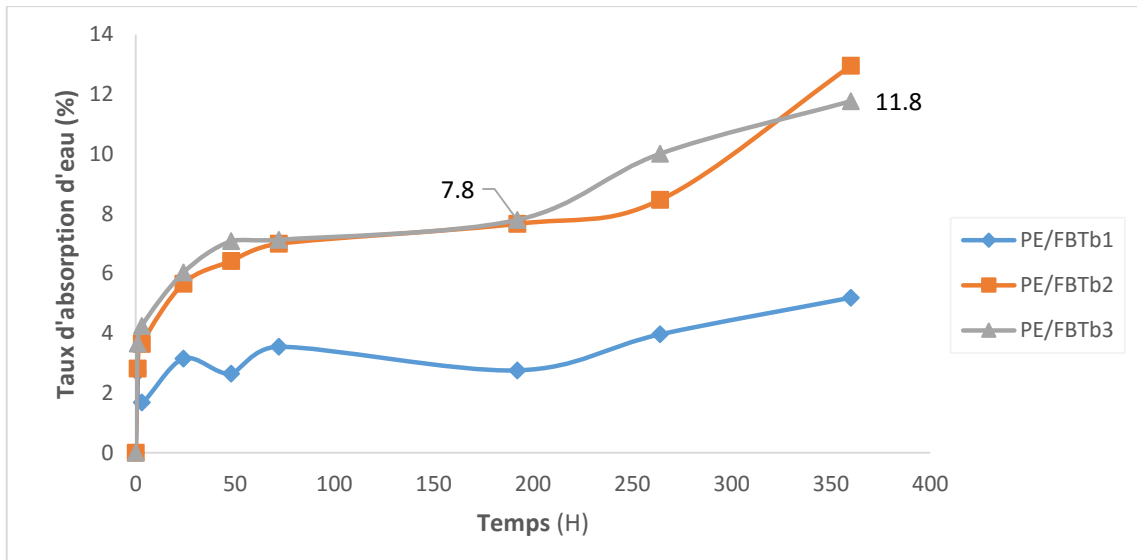


Figure 4.8 : Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée à 150°C en fonction du temps à la température de 40°C

Les résultats montrent bien que la vitesse de début d'absorption d'eau est plus importante à 25°C que à 40°C cela peut être dû aux problèmes d'hétérogénéité du composite ou à la nature du polymère. Ceci reflète les valeurs du taux obtenus l'ordre de 14% et 8% au bout de 200H pour les composites à 30% de charge immergés à la température de 25°C et 40°C respectivement.

IV.2.2 Traitement thermique à 180°C

1. Composites PP/FB

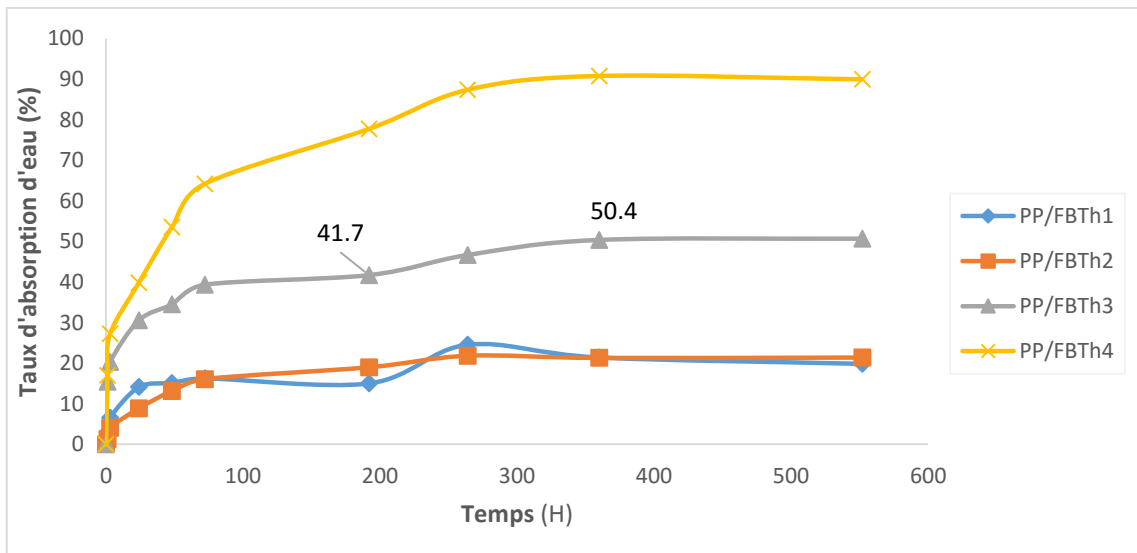


Figure 4.9 : Taux d'absorption de l'eau des composites PP/FB traitée à 180°C en fonction du temps à la température de 25°C.

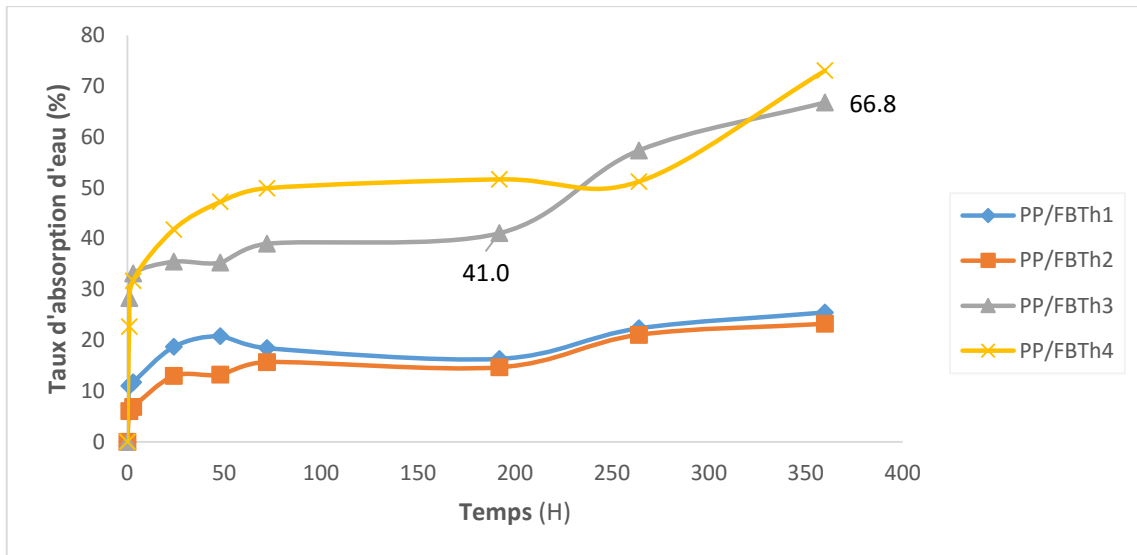


Figure 4.10 : Taux d'absorption de l'eau des composites PP/FB traitée à 180°C en fonction du temps à la température de 40°C.

Les résultats montrent bien que la température d'immersion n'influe pas sur le taux d'absorption de l'eau, on note un taux de l'ordre de 41% et 40% au bout de 200H pour les composites à 30% de charge immergés à la température de 40°C et 25°C respectivement. Au-delà de cette valeur, on remarque une augmentation du taux dans le cas PP/FB immergé à 40°C pour atteindre 68% à 350H. Ce phénomène est dû à la dilatation des pores dû à la mauvaise adhésion.

2. Composites PEBD/FB

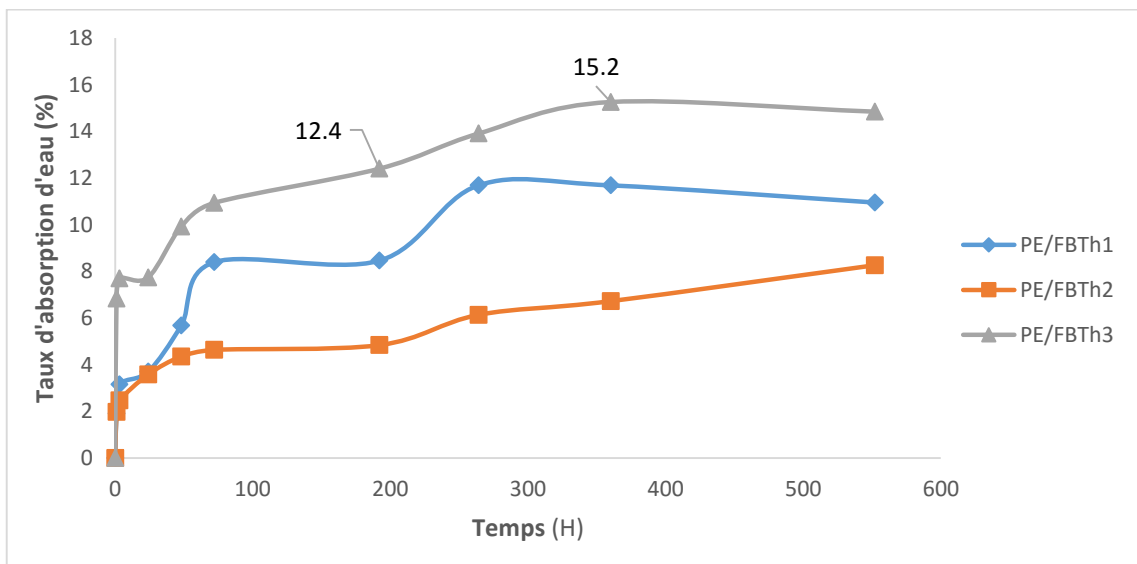


Figure 4.11 : Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée à 180°C en fonction du temps à la température de 25°C.

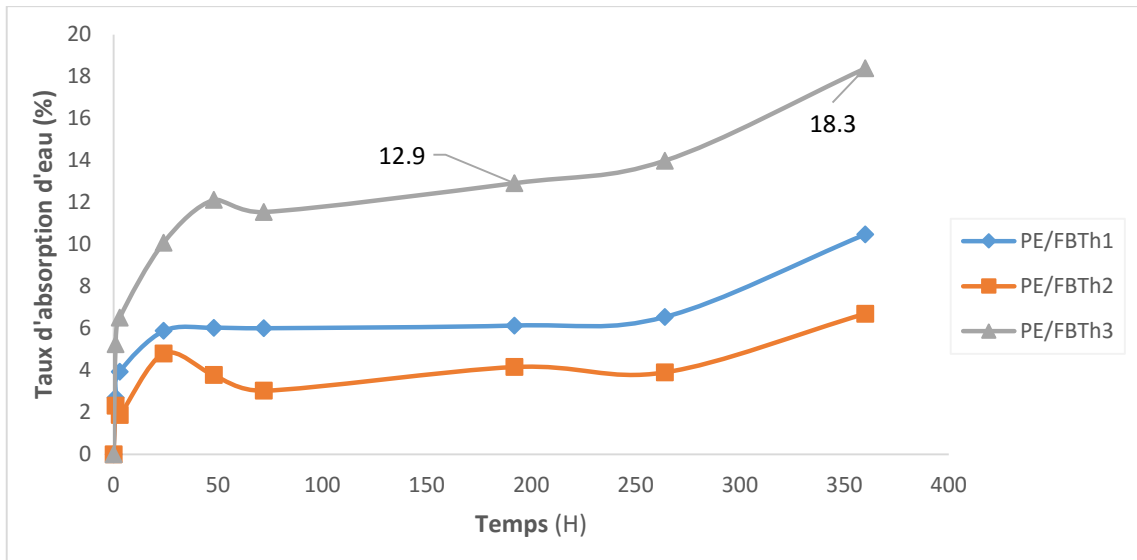


Figure 4.12 : Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée à 180°C en fonction du temps à la température de 40°C.

Les résultats montrent bien que les composites à 30% de charge immergés à la température de 40°C présente taux de 18% supérieur à la quantité 15% absorbée par les composites à 25°C.

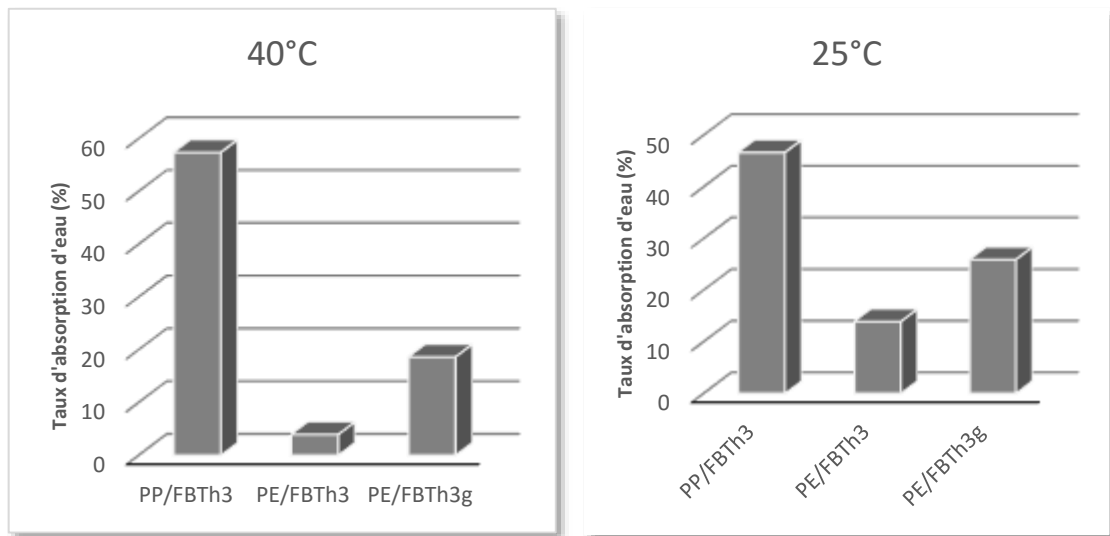


Figure 4.13 : Taux de saturation d'absorption de l'eau des composites PEBD, PP/FB traitée à 180°C avec et sans PPgMA aux températures de 25°C et 40°C.

Les composites PP /FB traités thermiquement à 180°C immergés dans de l'eau à 40°C donnent un taux de saturation plus important que les composites PEBD/FB avec ou sans l'agent de couplage. Les composites PEBD/FB présentent un taux de saturation important qui est de 13.9 % à 25°C au lieu de 3.9 à 40°C (Figure 4.13), ce phénomène peut être dû à la destruction des pores. La présence de l'agent de couplage diminue le taux d'absorption de l'eau, ce résultat montre que la farine de bois est noyée dans la matrice.

IV.2.3 Traitement alcalin

1. Composites PP/FB

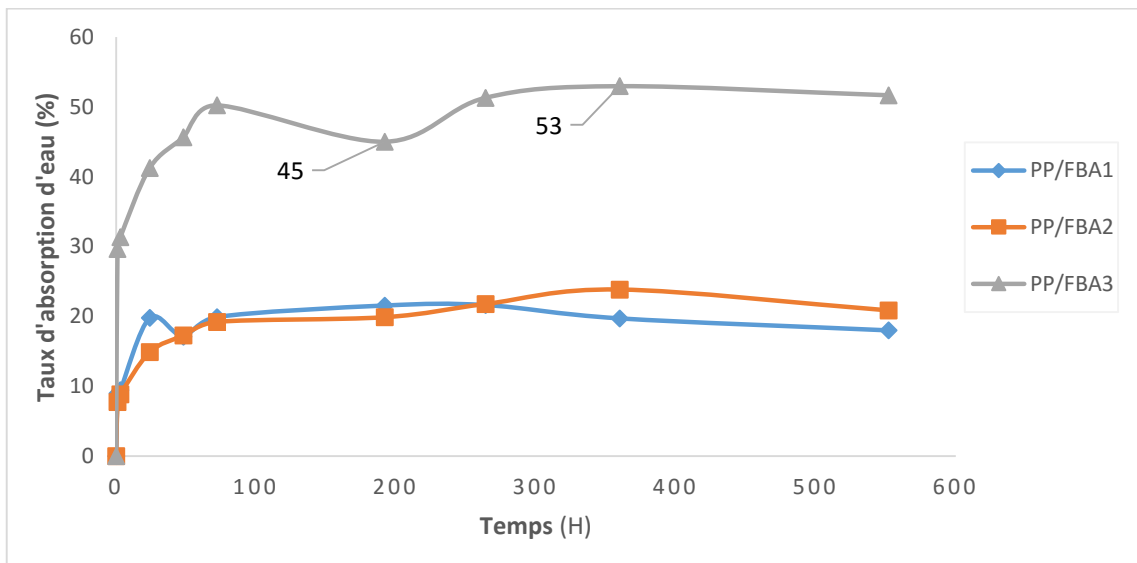


Figure 4.14 : Taux d'absorption de l'eau des composites PP/FB traitée par NaOH en fonction du temps à la température de 25°C.

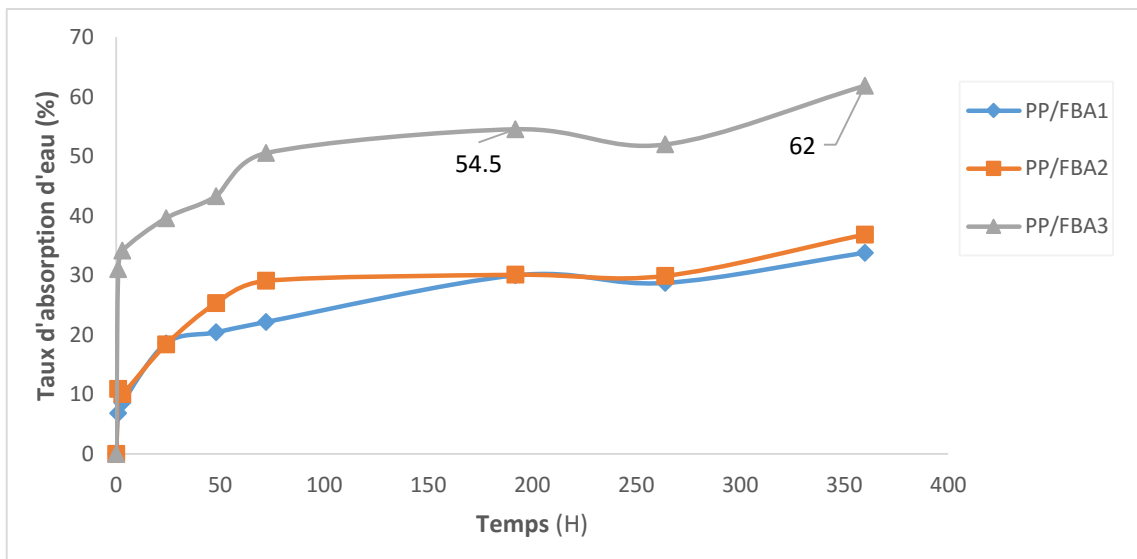


Figure 4.15 : Taux d'absorption de l'eau des composites PP/FB traitée par NaOH en fonction du temps à la température de 40°C.

2. Composites PEBD/FB

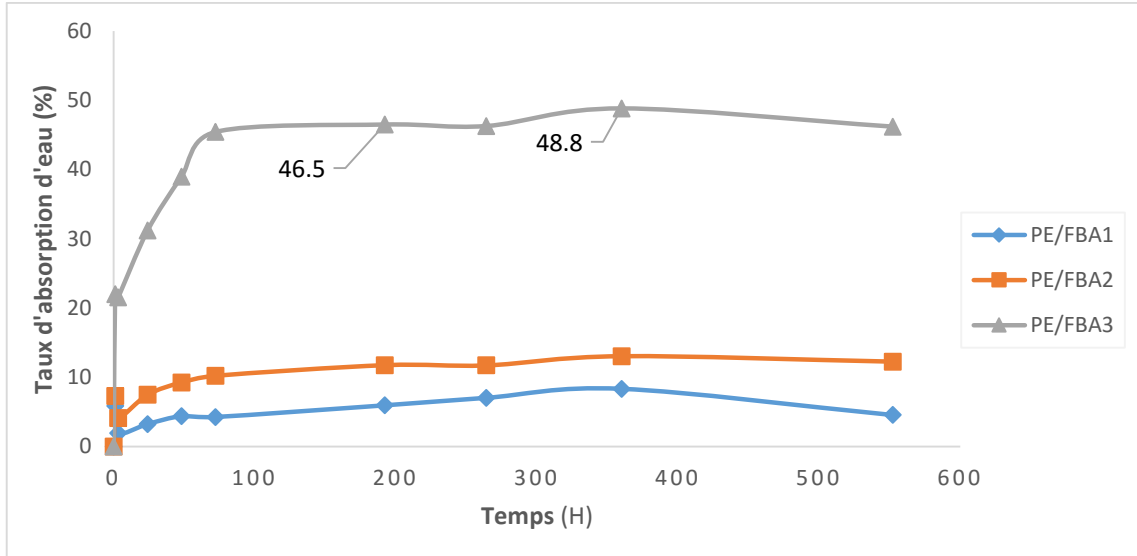


Figure 4.16 : Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée par NaOH en fonction du temps à la température de 25°C

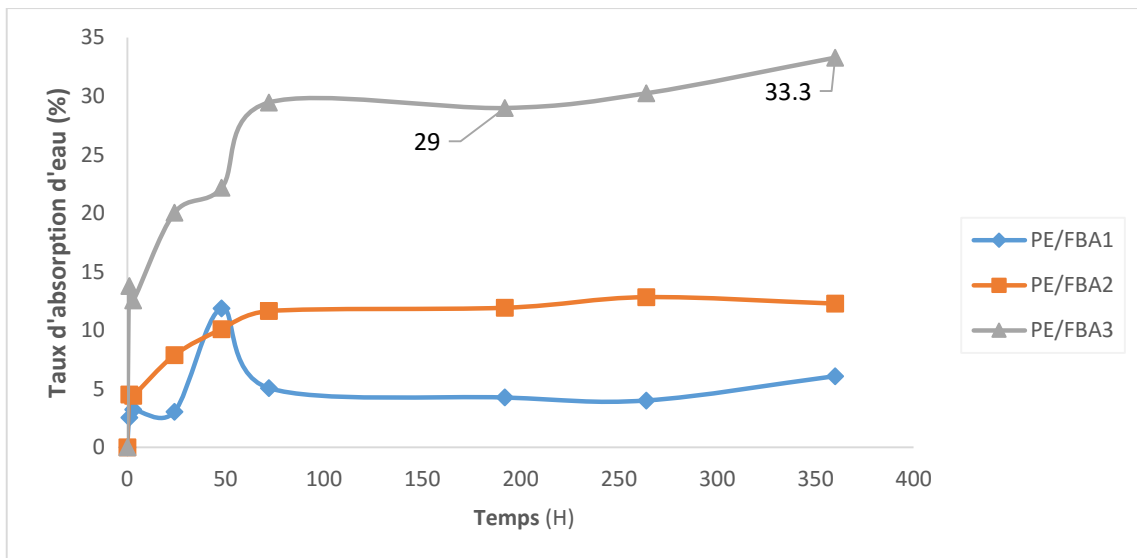


Figure 4.17 : Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée par NaOH en fonction du temps à la température de 40°C.

Les résultats obtenus pour les composites PP/FB avec le traitement alcalin (Figures 4.14 à 4.17) montrent que le taux d'absorption de l'eau dépend de la température d'immersion.

Comparaison entre les traitements

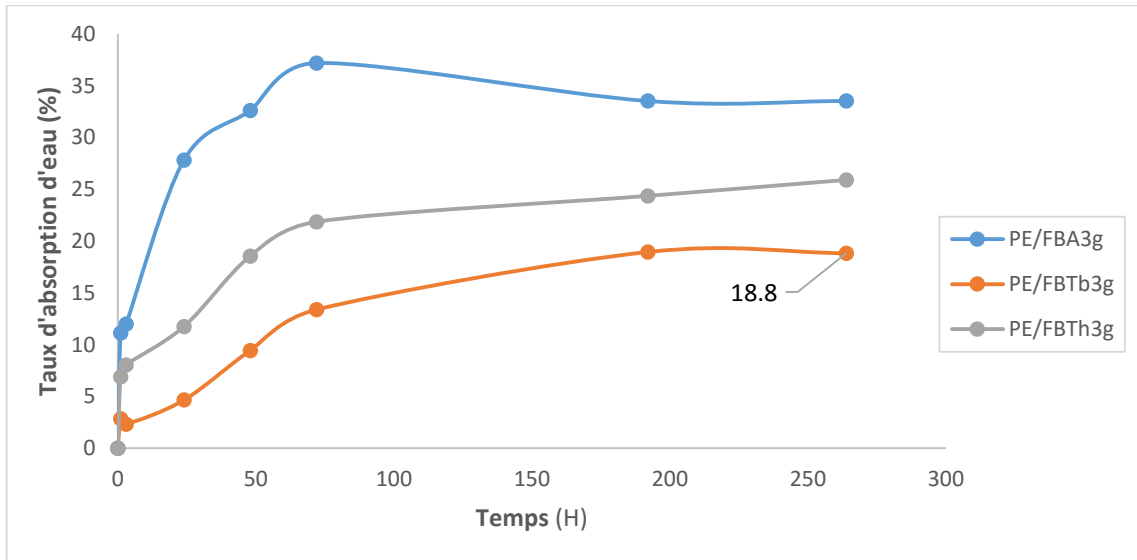


Figure 4.18 : Taux d’absorption de l’eau des composites PEBD/FB (30%) avec différents traitements traités en présence du PPgMA en fonction du temps à la température de 25°C.

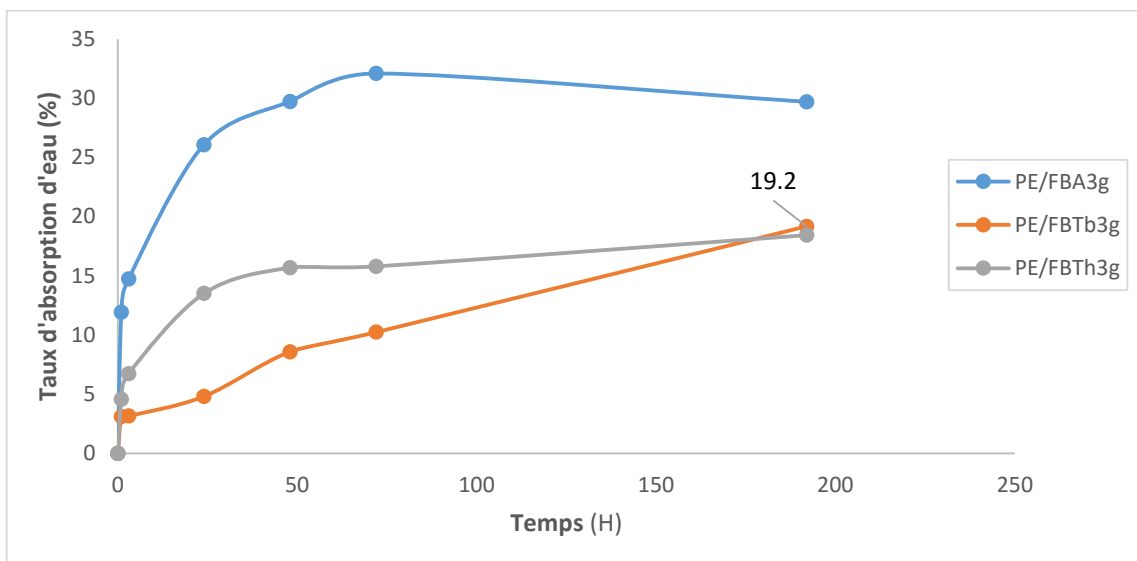


Figure 4.19 : Taux d’absorption d’eau des composites PEBD/FB (30%) avec différents traitements en présence du PPgMA en fonction du temps à la température de 40°C.

Les composites PEBD/PEgMA/FB traités thermiquement à 150°C et immergés dans l’eau à 25°C (Figure 4.19) donnent les meilleurs résultats d’absorption d’eau. On note un taux de l’ordre de 19% au bout de 190h.

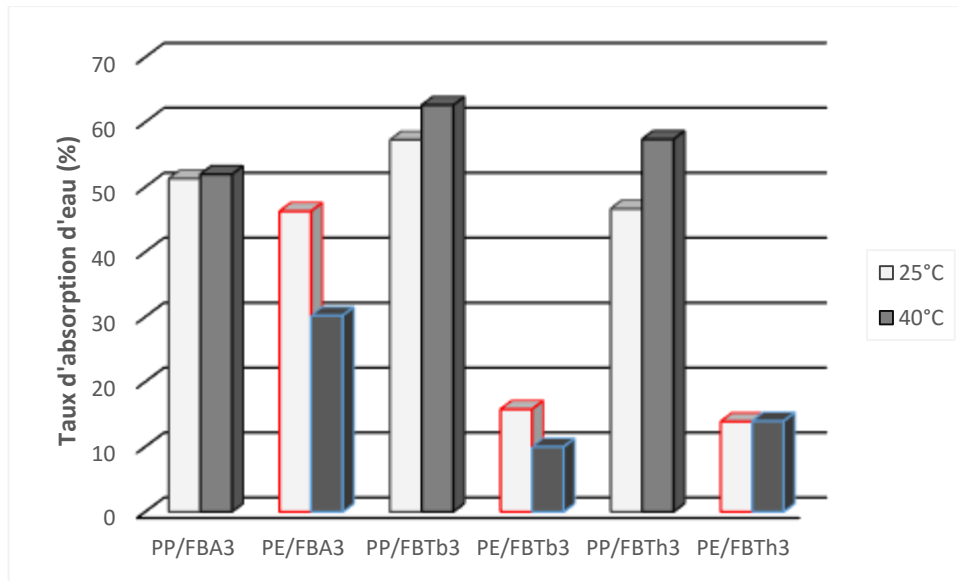


Figure 4.20 : L’absorption d’eau à la saturation des composites PP et PEBD à30% pour différents traitement aux deux températures 25°C et 40°C.

L’absorption à la saturation dans le cas des composites PP/FB est plus importante que celle des composites PEBD/FB pour les deux températures 25°C et 40°C

Le traitement thermique à 180°C est plus efficace que le traitement alcalin dans l’absorption de l’humidité dans le cas des composites PP/FB alors que pour les composites PEBD/FB le traitement thermique à 150°C est meilleur.

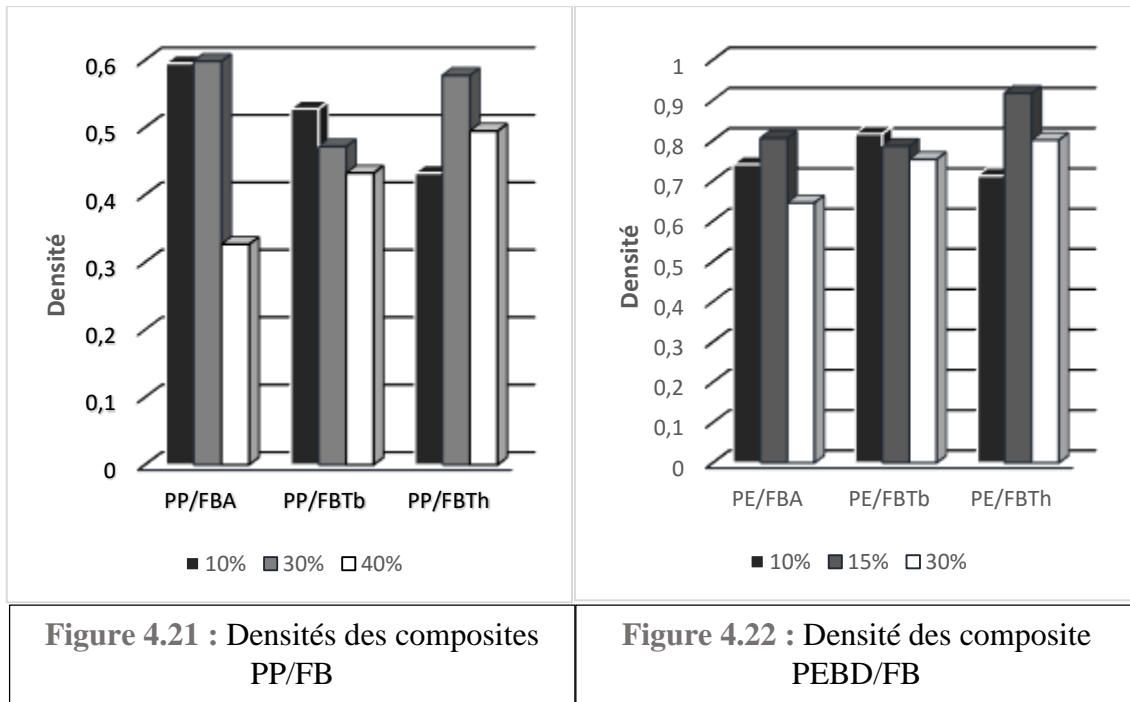
L’absorption d’eau par les composites polymère- bois traité thermiquement a enregistré des valeurs minimales par rapport au composites polymère-bois traité par NaOH en raison que le traitement thermique conduit à : une amélioration de la stabilité dimensionnelle du bois qui est le résultat de la dégradation des hémicelluloses qui sont les polymères les plus hygroscopiques du bois et de la formation des polymères insolubles dans l’eau, une augmentation de l’expansion relative due à la réduction du volume des pores ce qui réduit la géométrie des particules soit la longueur et l’épaisseur, et augmentation de la cristallinité de la cellulose en raison que la chaleur provoque une dégradation chimique des parois cellulaires du bois, ce qui résulte en un matériel plus stable.

IV.3 Détermination de la densité

L’évolution de la densité en fonction du taux de la farine de bois est donnée par les histogrammes suivants.

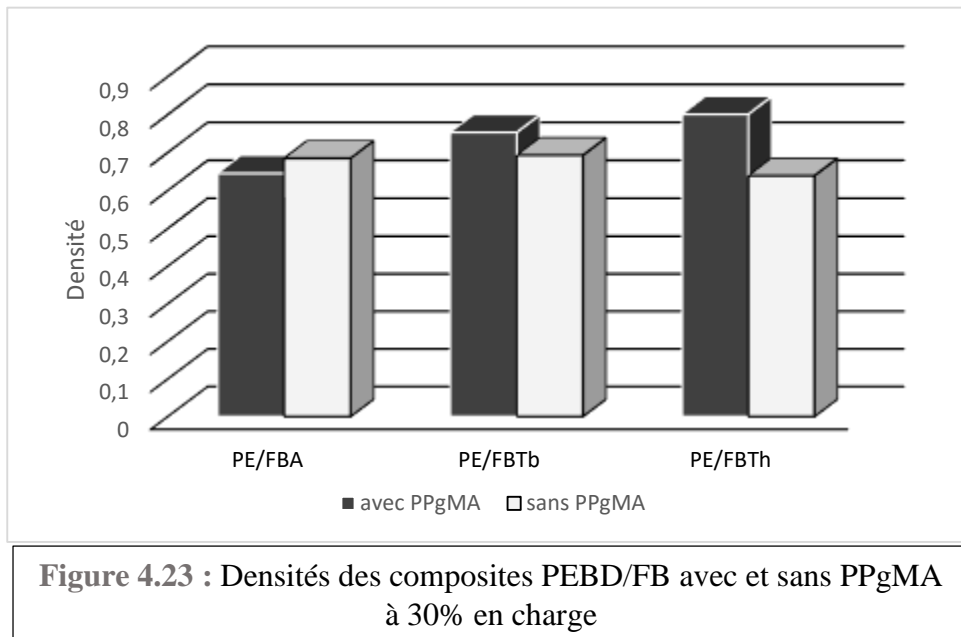
IV.3.1 Détermination de la densité des composites PP/FB et PEBD/FB

Les résultats de la densité pour les composites PP/FB et PEBD/FB sont donnés par les Figures 4. 21 et 4.22. Dans le cas du traitement thermique à 150°C, la densité des composites PP/FB et PEBD/FB diminue avec l’augmentation de la charge.



IV.3.2 Détermination de la densité des composites PEBD/PE-g-MA/FB

La présence de l'agent de couplage dans les composites PEBD/FB diminue la densité dans le cas du traitement alcalin.



CONCLUSION GENERALE

Les composites PEBD/FB élaborés par la méthode de dissolution en solution sont meilleurs que les composites PP/FB. Les matériaux sont durs et présentent une surface plus homogène.

L'analyse spectrale FTIR montre que les traitements ont modifié la forme générale du spectre de la farine de bois non traité. Un changement dans la structure de la farine de bois est observé, on note la disparition de la bande large à 3500cm^{-1} dû aux groupements O-H liés de la cellulose dans le cas du traitement alcalin. Le traitement thermique est marqué par une diminution de l'intensité de la même bande.

Le taux d'absorption d'eau a augmenté en fonction du temps d'immersion et du pourcentage de la farine de bois dans les composites PP/FB et PEBD/FB.

La cinétique de l'absorption de l'eau par les composites PP/FB et PEBD/FB présente trois parties, une absorption rapide pour une durée d'immersion faible, suivie d'une absorption faible et enfin une phase de saturation où les molécules d'eau perdent leur grande activité.

L'élévation de la température influe légèrement sur le taux d'absorption d'eau dans le cas des composites PP/FB et PEBD/FB. Les composites PEBD/FB immergés dans l'eau à la température de 25°C et à 40°C absorbent beaucoup moins que les composites PP/FB.

Le traitement thermique à 180°C donne le plus faible taux d'absorption d'eau dans le cas des composites PP/FB immergés dans l'eau à la température de 25°C et à 40°C , alors que le traitement thermique à 150°C diminue le taux d'absorption d'eau dans le cas des composites PEBD/FB immergés dans l'eau à 40°C .

Dans le cas du traitement alcalin, la densité des composites PP/FB et PEBD/FB diminue avec l'augmentation de la charge. La présence de l'agent de couplage dans les composites PEBD/FB diminue la densité dans le cas du traitement alcalin.

REFERENCE

- [1] K. Bourai, "Étude du comportement thermique d'un composite bois-polymère pour une application en rotomoulage," Université Laval, 2010.
- [2] B. Butterfield, "Microfibril angle in wood," in *Proc. IAWA/IUFRO Intn. Workshop on the significance of microfibril angle to wood quality. Christchurch, New Zealand.: University of Canterbury*, 1998.
- [3] A. Mahfoudh, "Étude de la production et de la caractérisation de composites bois-plastiques," Université Laval, 2013.
- [4] S. K. Ramamoorthy, "Properties and performance of regenerated cellulose thermoset biocomposites," *Högskolan i Borås*, 2015.
- [5] P.-E. Bourban, *Matériaux composites à matrice organique: constituants, procédés, propriétés* vol. 15: PPUR presses polytechniques, 2004.
- [6] B.-L. Bahia, "Elaboration d'un nouveau matériau composite thermoplastique à base de mélange PEBD/PLA renforcé par des déchets de fibres de jute," *Laboratoire des Sciences et Techniques de l'Environnement, Ecole Nationale Polytechnique-Algerie.*, 2015.
- [7] M. REYNE, "Aspects technico-économiques de l'utilisation des plastiques," *Techniques de l'ingénieur. Plastiques et composites*, vol. 1, pp. 1-12, 1998.
- [8] M. Fontanille and Y. Gnanou, *Chimie et physico-chimie des polymères*: Dunod, 2014.
- [9] P. Weiss, "La chimie des polymères."
- [10] R. H. Gillespie, *Adhesives for wood: research, applications and needs*: Noyes publications, 1984.
- [11] M. Dunky, "Urea-formaldehyde (UF) adhesive resins for wood," *International Journal of Adhesion and Adhesives*, vol. 18, pp. 95-107, 1998.
- [12] S. Kawai, "Production technology for low density particleboard. II," *Mokuzai Gakkaishi*, vol. 32, pp. 876-882, 1986.
- [13] J. M. Zhuang and P. R. Steiner, "Thermal reactions of diisocyanate (MDI) with phenols and benzylalcohols: DSC study and synthesis of MDI adducts," *Holzforchung-International Journal of the Biology, Chemistry, Physics and Technology of Wood*, vol. 47, pp. 425-434, 1993.
- [14] M. A. Meier, J. O. Metzger, and U. S. Schubert, "Plant oil renewable resources as green alternatives in polymer science," *Chemical Society Reviews*, vol. 36, pp. 1788-1802, 2007.
- [15] F. Michaud, "Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique: aptitude au postformage," *UNIVERSITÉ BORDEAUX I*, 2003.
- [16] G. Natta, "Progress in five years of research in stereospecific polymerization," *SPE Journal*, pp. 373-382, 1959.
- [17] M. Vite, "Relations entre microstructure, propriétés mécaniques et résistance à la rayure du polypropylène injecté," *Université de Savoie*, 2009.
- [18] D. Hull and T. Clyne, *An introduction to composite materials*: Cambridge university press, 1996.
- [19] G. Prundus, "Résines époxydes renforcées avec des fibres naturelles," ed: *Mémoire M. Sc.*), Université Laval, Québec, 2009.
- [20] C. BALEY, *Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites*: Ed. Techniques Ingénieur, 2005.
- [21] P. Jodin and J. Milton, *Le bois matériau d'ingénierie: association pour la recherche sur le bois en Lorraine*, 1994.

-
- [22] J. S. Han and J. S. Rowell, "Chemical composition of fibers," *Paper and composites from agro-based resources*, pp. 83-134, 1997.
- [23] J. A. Thomson, "Molecular biology of xylan degradation," *FEMS Microbiology Letters*, vol. 104, pp. 65-82, 1993.
- [24] D. R. Nhuchhen, P. Basu, and B. Acharya, "A comprehensive review on biomass torrefaction," *International Journal of Renewable Energy & Biofuels*, vol. 2014, pp. 1-56, 2014.
- [25] F. Godard, M. Vincent, J.-F. Agassant, and B. Vergnes, "Étude du comportement rhéologique et des propriétés mécaniques de composites sciures de bois-polyéthylène haute densité," *Rhéologie*, vol. 13, pp. Pages 9-21, 2008.
- [26] O. Faruk, A. K. Bledzki, H.-P. Fink, and M. Sain, "Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010," *Progress in polymer science*, vol. 37, pp. 1552-1596, 2012.
- [27] G. Bogoeva-Gaceva, M. Avella, M. Malinconico, A. Buzarovska, A. Grozdanov, G. Gentile, *et al.*, "Natural fiber eco-composites," *Polymer composites*, vol. 28, pp. 98-107, 2007.
- [28] A. Mohanty, M. Misra, and G. Hinrichsen, "Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: an overview," *Macromolecular materials and Engineering*, vol. 276, pp. 1-24, 2000.
- [29] S. K. Ramamoorthy, M. Skrifvars, and A. Persson, "A review of natural fibers used in biocomposites: plant, animal and regenerated cellulose fibers," *Polymer Reviews*, vol. 55, pp. 107-162, 2015.
- [30] S. E. Selke and I. Wichman, "Wood fiber/polyolefin composites," *Composites Part A: applied science and manufacturing*, vol. 35, pp. 321-326, 2004.
- [31] A. K. Mohanty, M. Misra, and L. T. Drzal, *Natural fibers, biopolymers, and biocomposites*: CRC press, 2005.
- [32] A. Bledzki, M. Letman, A. Viksne, and L. Rence, "A comparison of compounding processes and wood type for wood fibre—PP composites," *Composites Part A: applied science and manufacturing*, vol. 36, pp. 789-797, 2005.
- [33] E. Trombetta, T. Flores-Sahagun, and K. G. Satyanarayana, "Evaluation of polypropylene/saw dust composites prepared with maleated polypropylene (mapp) produced by reactive extrusion," *Matéria (Rio de Janeiro)*, vol. 15, pp. 309-318, 2010.
- [34] M. Bakar, Z. Ishak, R. Taib, H. Rozman, and S. M. Jani, "Flammability and mechanical properties of wood flour-filled polypropylene composites," *Journal of applied polymer science*, vol. 116, pp. 2714-2722, 2010.
- [35] N. Stark and M. Berger, "Effect of species and particle size on properties of wood-flour-filled polypropylene composites," *Proceeding of functional fillers for thermoplastic and thermosets. December*, pp. 8-10, 1997.
- [36] M. J. Berger and N. M. Stark, "Investigations of species effects in an injection-molding-grade, wood-filled polypropylene," in *The fourth international conference on woodfiber-plastic composites*, 1997, pp. 19-25.
- [37] P. Douglas, W. Murphy, M. Billham, and G. McNally, "Effect of Coupling Agents and Weathering on the Mechanical Properties of Wood-Polymer Composites," *Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering*, vol. 12, pp. 129-140, 2004.
- [38] L. Dányádi, K. Renner, Z. Szabo, G. Nagy, J. Moczo, and B. Pukanszky, "Wood flour filled PP composites: adhesion, deformation, failure," *Polymers for advanced technologies*, vol. 17, pp. 967-974, 2006.
-

-
- [39] A. Najafi and S. K. Najafi, "Effect of load levels and plastic type on creep behavior of wood sawdust/HDPE composites," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 28, pp. 2645-2653, 2009.
- [40] F. Erchiqui, F. Godard, A. Koubaa, M. Vincent, and H. Kaddami, "Investigation of relaxation properties and potentiality of the thermoformability of HDPE charged by wood flours," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 28, pp. 1153-1168, 2009.
- [41] M. Garcia, J. Hidalgo, I. Garmendia, and J. García-Jaca, "Wood-plastics composites with better fire retardancy and durability performance," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 40, pp. 1772-1776, 2009.
- [42] H. Bouafif, A. Koubaa, P. Perré, and A. Cloutier, "Effects of fiber characteristics on the physical and mechanical properties of wood plastic composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 40, pp. 1975-1981, 2009.
- [43] H. Bouafif, A. Koubaa, P. Perre, A. Cloutier, and B. Riedl, "Analysis of among-species variability in wood fiber surface using DRIFTS and XPS: Effects on esterification efficiency," *Journal of wood chemistry and technology*, vol. 28, pp. 296-315, 2008.
- [44] H. Gao, Y.-m. Song, Q.-w. Wang, Z. Han, and M.-l. Zhang, "Rheological and mechanical properties of wood fiber-PP/PE blend composites," *Journal of Forestry Research*, vol. 19, pp. 315-318, 2008.
- [45] F. Yao and Q. Wu, "Coextruded polyethylene and wood-flour composite: Effect of shell thickness, wood loading, and core quality," *Journal of applied polymer science*, vol. 118, pp. 3594-3601, 2010.
- [46] K. Oksman and H. Lindberg, "Influence of thermoplastic elastomers on adhesion in polyethylene-wood flour composites," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 68, pp. 1845-1855, 1998.
- [47] C.-F. Kuan, H.-C. Kuan, C.-C. M. Ma, and C.-M. Huang, "Mechanical, thermal and morphological properties of water-crosslinked wood flour reinforced linear low-density polyethylene composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 37, pp. 1696-1707, 2006.
- [48] B. Vezeau, "Caractérisation mécanique de composites LMDPE/bois en d'une application en rotomoulage," 2010.
- [49] R. Gosselin, "Injection de mousses composites bois/plastiques d'origine post-consommation," *Mémoire, Faculté des Sciences et de Génie, Université Laval, Québec*, 2005.
- [50] A. B. Strong, *Fundamentals of composites manufacturing: materials, methods and applications*: Society of Manufacturing Engineers, 2008.
- [51] A. Bledzki, S. Reihmane, and J. Gassan, "Thermoplastics reinforced with wood fillers: a literature review," *Polym.-Plast. Technol. Eng.*, vol. 37, pp. 451-468, 1998.
- [52] L. Hua, P. Zadorecki, and P. Flodin, "Cellulose fiber-polyester composites with reduced water sensitivity (1)—chemical treatment and mechanical properties," *Polymer Composites*, vol. 8, pp. 199-202, 1987.
- [53] R. Gauthier, C. Joly, A. Coupas, H. Gauthier, and M. Escoubes, "Interfaces in polyolefin/cellulosic fiber composites: chemical coupling, morphology, correlation with adhesion and aging in moisture," *Polymer Composites*, vol. 19, pp. 287-300, 1998.
-

-
- [54] J. Z. Lu, Q. Wu, and H. S. McNabb, "Chemical coupling in wood fiber and polymer composites: a review of coupling agents and treatments," *Wood and Fiber Science*, vol. 32, pp. 88-104, 2007.
- [55] L. Hua, P. Flodin, and T. Rönnhult, "Cellulose fiber-polyester composites with reduced water sensitivity (2)—surface analysis," *Polymer composites*, vol. 8, pp. 203-207, 1987.
- [56] P. Zadorecki and P. Flodin, "Surface modification of cellulose fibers. II. The effect of cellulose fiber treatment on the performance of cellulose-polyester composites," *Journal of applied polymer science*, vol. 30, pp. 3971-3983, 1985.
- [57] E. O. I. I. N. FIBER, "L'effet de l'interface dans les composites de fibres naturelles et de matières plastiques," *Revue Roumaine de Chimie*, vol. 52, pp. 409-414, 2007.
- [58] S. Mukhopadhyay and R. Fanguero, "Physical modification of natural fibers and thermoplastic films for composites—a review," *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 22, pp. 135-162, 2009.
- [59] A. Kaboorani and M. Faezipour, "Effects of wood preheat treatment on thermal stability of HDPE composites," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 28, pp. 2945-2955, 2009.
- [60] A. R. Denes, M. A. Tshabalala, R. Rowell, F. Denes, and R. A. Young, "Hexamethyldisiloxane-plasma coating of wood surfaces for creating water repellent characteristics," *Holzforschung*, vol. 53, pp. 318-326, 1999.
- [61] L. Podgorski, B. Chevet, L. Onic, and A. Merlin, "Modification of wood wettability by plasma and corona treatments," *International Journal of Adhesion and Adhesives*, vol. 20, pp. 103-111, 2000.
- [62] S. Misra, M. Misra, S. Tripathy, S. Nayak, and A. Mohanty, "The influence of chemical surface modification on the performance of sisal-polyester biocomposites," *Polymer Composites*, vol. 23, pp. 164-170, 2002.
- [63] A. Mohanty, M. Misra, and L. T. Drzal, "Surface modifications of natural fibers and performance of the resulting biocomposites: an overview," *Composite Interfaces*, vol. 8, pp. 313-343, 2001.
- [64] S. G. Lee, S. S. Choi, W. H. Park, and D. Cho, "Characterization of surface modified flax fibers and their biocomposites with PHB," in *Macromolecular symposia*, 2003.
- [65] R. M. Rowell, "Property enhanced natural fiber composite materials based on chemical modification," vol. 717, ed: Plenum Press, New York, 1998.
- [66] B. Wang, S. Panigrahi, W. Crerar, and L. Tabil, "Application of pre-treated flax fibers in composites," in *CSAE/SCGR Meeting*, 2003.
- [67] M. A. Khan, M. M. Hassan, and L. T. Drzal, "Effect of 2-hydroxyethyl methacrylate (HEMA) on the mechanical and thermal properties of jute-polycarbonate composite," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 36, pp. 71-81, 2005.
- [68] D. Feng, D. Caulfield, and A. Sanadi, "Effect of compatibilizer on the structure-property relationships of kenaf-fiber/polypropylene composites," *Polymer composites*, vol. 22, pp. 506-517, 2001.
- [69] L. Matuana, J. Balatinez, R. Sodhi, and C. Park, "Surface characterization of esterified cellulosic fibers by XPS and FTIR spectroscopy," *Wood Science and Technology*, vol. 35, pp. 191-201, 2001.
- [70] D. Fengel, "Characterization of cellulose by deconvoluting the OH valency range in FTIR spectra," *Holzforschung-International Journal of the Biology, Chemistry, Physics and Technology of Wood*, vol. 46, pp. 283-288, 1992.
-

- [71] T. Kondo, "The assignment of IR absorption bands due to free hydroxyl groups in cellulose," *Cellulose*, vol. 4, pp. 281-292, 1997.
- [72] M. L. Nelson and R. T. O'Connor, "Relation of certain infrared bands to cellulose crystallinity and crystal lattice type. Part II. A new infrared ratio for estimation of crystallinity in celluloses I and II," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 8, pp. 1325-1341, 1964.
- [73] B. Hinterstoisser and L. Salmén, "Two-dimensional step-scan FTIR: a tool to unravel the OH-valency-range of the spectrum of Cellulose I," *Cellulose*, vol. 6, pp. 251-263, 1999.
- [74] S. Cotugno, D. Larobina, G. Mensitieri, P. Musto, and G. Ragosta, "A novel spectroscopic approach to investigate transport processes in polymers: the case of water-epoxy system," *Polymer*, vol. 42, pp. 6431-6438, 2001.
- [75] D. Murphy and M. N. de Pinho, "An ATR-FTIR study of water in cellulose acetate membranes prepared by phase inversion," *Journal of membrane science*, vol. 106, pp. 245-257, 1995.