

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département de Génie Chimique

Laboratoire de Valorisation des Energies Fossiles

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie Chimique

Effet du désencrage du papier journal sur les propriétés physico-mécaniques des composites PVC/Fibre de papier journal

Seif Eddine DERRADJI

Anis BOUHOUS

Sous la direction de Mme Samira SAHI MCA (ENP)

Présenté et soutenu publiquement le (07/07/2021)

Composition du jury :

Président :	Mr A. SELATNIA	Professeur	ENP
Promotrice :	Mme S. SAHI	MCA	ENP
Examineur:	Mr T. AHMED-ZAID	Professeur	ENP
Examinatrice :	Mme S.TOUAZI	MCB	ENP

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département de Génie Chimique

Laboratoire de Valorisation des Energies Fossiles

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie Chimique

Effet du désencrage du papier journal sur les propriétés physico-mécaniques des composites PVC/Fibre de papier journal

Seif Eddine DERRADJI

Anis BOUHOUS

Sous la direction de Mme Samira SAHI

MCA (ENP)

Présenté et soutenu publiquement le (07/07/2021)

Composition du jury :

Président :	Mr A. SELATNIA	Professeur	ENP
Promotrice :	Mme S. SAHI	MCA	ENP
Examineur:	Mr T. AHMED-ZAID	Professeur	ENP
Examinatrice :	Mme S.TOUAZI	MCB	ENP

Dédicaces

En signe de respect et de reconnaissance, je dédie ce modeste travail à :

- ✓ Mes chers parents qui ont été toujours présent au moment où j'avais besoin d'eux.
- ✓ Mon binôme Anis.
- ✓ Mes amis dans les différents club VIC, CEC et PAC.
- ✓ Les responsables de la bibliothèque et la famille universitaire.
- ✓ Tous mes amis chacun en son nom.

Seif Eddine DERRADJI.

Dédicaces

En signe de respect et de reconnaissance, je dédie ce modeste travail à :

- ✓ Mes chers parents qui m'ont donné la vie, la tendresse, l'amour et le courage pour réussir, je vous offre ce modeste travail afin de vous remercier pour tous les sacrifices que vous avez faits et l'affection que vous m'avez donnée. Que Dieu vous protège et vous accorde son vaste paradis.
- ✓ Ma petite sœur.
- ✓ Mes grands-parents, mes chères tantes et oncles et toute ma famille.
- ✓ Mon binôme **Seif Eddine** et à tous mes amis.
- ✓ A toute personne ayant contribué de près ou de loin dans la réalisation de ce travail.
- ✓ A toutes personnes pour lesquelles j'ai une place dans leurs cœurs.

Anis BOUHOUS.

Remerciements

Nos remerciements et notre reconnaissance s'adressent au bon Dieu qui nous a donné la santé, le courage, la patience ainsi que la force pour réaliser ce modeste travail.

Les travaux de recherche de ce mémoire ont été menés au niveau des Société Transpolymère et CABEL d'Alger et au niveau du Laboratoire de Valorisation des Energies Fossiles de l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger, dirigés par Madame le Docteur **Samira SAHI**.

Nous exprimons nos gratitude et notre reconnaissance à notre directrice de mémoire, **Mme. Samira SAHI**, pour sa patience, son encadrement, ses qualités organisationnelles et de la planification, qui nous ont permis de mener bien ce projet de mémoire durant la préparation de notre travail.

Nous remercions aussi l'ingénieur de laboratoire du département de génie chimique Mme. **Radia BENOUGHLIS** ainsi que l'ingénieur de laboratoire du département de génie minier.

Nous remercions vivement Mr. **Mustapha BEGHDALI** chef du laboratoire chimie de l'entreprise Transpolymère d'Alger pour son aide et collaboration pour bien préparé nos formulations, et aussi Mr. **Rachid BELHOCINE** chef du laboratoire chimie de l'entreprise CABEL d'Alger pour sa précieuse collaboration, de nous avoir permis d'élaborer les matériaux composites étudiés et réaliser les tests mécaniques au sein de son laboratoire.

Nous sommes très reconnaissants à l'égard de l'ensemble des membres du jury : Le Professeur **A. SELATNIA**, le Docteur **S. TOUAZI** et le Professeur **T. AHMED-ZAID** de l'Ecole Nationale Polytechnique, qui ont accepté de porter un regard critique sur ce projet de mémoire de fin d'études.

Enfin, nous adressons nos remerciements les plus sincères à nos familles pour leurs soutiens et leurs encouragements pour poursuivre et réaliser ce travail.

الخلاصة: تأثير إزالة الحبر عن ورق الصحف على الخواص الفيزيائية الميكانيكية لمركبات ألياف PVC / ورق الصحف. بهدف تقليل الاستهلاك الهائل للـ PVC واستعادة النفايات اللجنوسيليلوزية، تم استخدام المواد المركبة القائمة على PVC، المقواة بألياف ورق الصحف الخام (PJB) وأوراق الصحف غير المحبرة (PJD) من خلال تغيير معدل التحميل من 10 إلى 30٪. كنا مهتمين بشكل خاص بتأثير دمج هذه الألياف على الخواص الفيزيائية الميكانيكية لهذه المواد. أظهرت النتائج تحسن الخواص الميكانيكية وانخفاض امتصاص الماء لمركبات PVC/PJD مقارنة بمركبات PVC/PJB.

الكلمات المفتاحية: المواد المركبة، البولي فينيل كلورايد، ورق الصحف المنقوش بالحبر، ورق الصحف الخام.

Abstract: Effect of newsprint deinking on the physico-mechanical properties of PVC / newsprint fiber composites.

With the aim of reducing the massive consumption of PVC and recovering lignocellulosic waste, composite materials based on PVC, reinforced with raw newsprint fibers (PJB) and deinked newsprint (PJD) by varying the fiber content from 10 to 30%, have been developed. We were particularly interested in the effect of the incorporation of these fibers on the physico-mechanical properties of these materials. The results showed improved mechanical properties and decreased water absorption of PVC/PJD composites compared to PVC/PJB composites.

Keywords: Composite materials, Polyvinyl chloride, de-inked newsprint, raw newsprint.

Résumé : Effet du désencrage de papier journal sur les propriétés physico-mécaniques des composites PVC/fibre de papier journal.

Dans le but de réduire la consommation massive du PVC et de valoriser les déchets lignocellulosiques, des matériaux composites à base du PVC, renforcés par des fibres du papier journal brut (PJB) et du papier journal désencré (PJD) en variant le taux de charge de 10 à 30%, ont été élaborés. Nous nous sommes tout particulièrement intéressés à l'effet de l'incorporation de ces fibres sur les propriétés physico-mécaniques de ces matériaux. Les résultats ont montré une amélioration des propriétés mécaniques et une diminution d'absorption d'eau des composites PVC/PJD par rapport aux composites PVC/PJB.

Mots clés : Matériaux composites, Polychlorure de vinyle, papier journal désencré, papier journal brut.

TABLE DES MATIERES

LISTE DES TABLEAUX

LISTE DES FIGURES

LISTE DES ABREVIATIONS

INTRODUCTION GENERALE.....	14
CHAPITRE I. SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE.....	17
I.1 Matériaux composites.....	17
I.1.1 Définition.....	17
I.1.2.1. Les matrices polymères.....	18
I.1.2.2. Procédés d'élaboration des matériaux composites à matrice polymère.....	19
I.1.2. Le polychlorure de vinyle.....	20
I.1.2.1. Définition.....	20
I.1.2.2. Structure chimique du PVC :.....	20
I.1.2.3. Propriétés du PVC.....	21
I.1.2.4. Additif du PVC.....	21
I.1.2.5. Domaines d'utilisation du PVC.....	23
I.1.2.6. Les avantages du PVC.....	23
I.1.2.7. Les inconvénients du PVC.....	24
I.1.3. Le renfort.....	24
I.1.3.1. Les fibres végétales.....	25
I.1.3.2. Avantages et inconvénients des fibres végétales.....	28
I.1.3.3. Papier journal.....	29
I.1.3.4. Recyclage du papier journal.....	29
I.1.3.5. Désencrage du papier journal.....	29
I.2. Interface matrice-renfort dans un matériau composite.....	32
I.2.1. Notion d'adhésion interfaciale.....	32
I.3. Application des composites à base de fibres végétales.....	33
CHAPITRE II. Matériaux utilisés et techniques expérimentales.....	37
II.1. Matériaux utilisés.....	37
II.1.1. Polychlorure de vinyle (PVC).....	37
II.1.2. Additifs du PVC.....	37
II.1.3. Fibre du papier journal.....	39
II.1.4. Agents de désencrage.....	39
II.2. Techniques expérimentales.....	40
II.2.1. Préparation de la fibre du papier journal.....	40

II.2.2. Désencrage du papier journal.....	40
II.2.3. Caractérisation de la fibre du papier journal brut (PJB) et de la fibre du papier journal désancré (PJD).....	41
II.2.3.1. Détermination de la matière sèche et du taux d'humidité.....	41
II.2.3.2. Détermination de la densité.....	41
II.2.4. Préparation des composites PVC/fibre du papier journal	42
II.2.4.1. Mélangeur à cylindre (DRY BLEND).....	42
II.2.4.2. Broyage du papier journal.....	42
II.2.4.3. Moulage par compression	43
II.3. Techniques de caractérisation	45
II.3.1. Propriétés mécaniques	46
II.3.1.1. Test de Traction.....	46
II.3.1.2 Test de Dureté Shore D.....	46
II.3.2. Propriétés physiques	47
II.3.2.1. Test de densité	47
II.3.2.2 Test d'absorption d'eau.....	48
II.3.3. Analyse spectrale par IRTF-ATR.....	48
II.3.4. Test de morphologie (microscopie optique).....	49
Chapitre III. Resultats et Discussions	52
III.1. Caractérisation de la fibre du PJB et du PJD	52
III.1.1. Caractérisation physico-chimique de la fibre du PJB et de la fibre du PJD	52
III.1.2. Analyse spectroscopique (IRTF-ATR).....	53
III.1.3. Test de morphologie (microscopie optique).....	54
III.2. Caractérisation des composites PVC/PJB et PVC/PJD	56
III.2.1. Analyse spectroscopique (IRTF-ATR).....	56
III.2.2 Caractérisation physique.....	58
III.2.2.1 Test de densité.....	58
III.2.2.2 Test absorption d'eau.....	58
III.2.3. Caractérisation mécanique	61
III.2.3.1. Test de traction	61
III.2.3.2. Test de dureté	64
III.2.4. Analyse morphologique (microscopie optique)	65
CONCLUSION GENERALE.....	68
PERSPECTIVES.....	70
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	71

Liste des tableaux

Tableau I.1: Propriétés mécaniques de quelques thermoplastiques.....	28
Tableau I.2: Exemples de fibres végétales et leurs compositions	28
Tableau II.1 : Propriétés du PVC.	37
Tableau II.2 : Propriétés physico-chimiques du plastifiant (DOP).	38
Tableau II.3 : Caractéristiques physiques du stabilisant thermique Ca/Zn.	39
Tableau II.4 : Caractéristiques physiques du lubrifiant.....	39
Tableau II.5 : Caractéristiques de la soude (NaOH).....	39
Tableau II.6 : Caractéristiques de l'eau oxygénée (H ₂ O ₂).	40
Tableau II.7 : Composition massique du PVC compound.	42
Tableau II.8 : Composition massique des différentes formulations.	45
Tableau III.1 : Caractéristiques physico-chimiques de la fibre du PJB et du PJD.....	52
Tableau III.2 : Bandes d'absorption enregistrées pour la fibre lignocellulosique.	54

Liste des figures

Figure I.1 : Matériau composite idéal.	17
Figure I.2 : Structure du polychlorure de vinyle.	20
Figure I.3 : Types de renfort	25
Figure I.4 : Molécule de la cellulose.	26
Figure I.5 : Structure chimique de l'hémicellulose	26
Figure I.6 : Structure moléculaire de la lignine.	27
Figure I.7 : Structure moléculaire de la pectine.	28
Figure I.8 : Structure moléculaire de la pectine.	34
Figure I.9 : Applications des composites à fibres naturelles dans les produits de construction	28
Figure II.1 : Structure chimique du plastifiant DOP.....	38
Figure II.2 : Schéma du montage de désencrage du papier journal.	41
Figure II.3 : (a) Papier journal désencré et (b) papier journal brut.	43
Figure II.4 : Moulage à presse.	44
Figure II.5 : Plaque obtenue par compression.	44
Figure II.6 : (a) Emporte-pièce, (b) Les éprouvettes.	45
Figure II.7 : Dynamomètre de type MTS..	46
Figure II.8 : Duromètre Shore D.....	47
Figure II.9 : Densimètre de type DSM.	47
Figure II.10 : Plaque carrée normalisée.	47
Figure II.11 : Test d'absorption d'eau.	48
Figure II.12 : Spectroscopie IRTF-ATR.....	49
Figure II.13 : Microscopie optique	50
Figure III.1 : Spectres IRTF de la fibre du papier journal brute et désencré.....	54
Figure III.2 : Analyse morphologique de la FPJB sous un agrandissement de : (a) $\times 4$, (b) $\times 10$ et (c) $\times 40$	55
Figure III.3 : Analyse morphologique de la FPJD sous un agrandissement de (a) $\times 4$, (b) $\times 10$ et (c) $\times 40$	56
Figure III.4 : Spectres IRTF du PVC et des composites PVC/PJB et PVC/PJD avec 30% de charg	58
Figure III.5 :Densité du PVC et des composites PVC/PJB et PVC/PJD en fonction du taux de charge..	59

Figure III.6 : Taux d'absorption d'eau du PVC et des composites PVC/PJB pour des taux de charge 10, 20 et 30% en fonction du temps.	60
Figure III.7 : Taux d'absorption d'eau du PVC et des composites PVC/PJD pour des taux de charge 10, 20 et 30% en fonction du temps.	60
Figure III.8 : Taux d'absorption d'eau du PVC et des composites PVC/PJB et PVC /PJD en fonction du taux de charge	61
Figure III.9 : Résistance à la traction du PVC et des composites PVC/PJB et PVC/PJD en fonction du taux de charge.	62
Figure III.10 : Allongement à la rupture du PVC et des composites PJB/PVC et PJD/PVC en fonction du taux de charge.	63
Figure III.11 : Module d'Young du PVC et des composites PJB/PVC et PJD/PVC en fonction de taux de charge.....	64
Figure III.12 : Dureté du PVC et des composites PJB/PVC et PJD/PVC en fonction de taux de charge	65
Figure III.13 : Analyse morphologique du PVC, PVC/PJB et PVC/PJD avec un taux de charge de 10% (agrandissement $\times 10$).....	66

Liste des abréviations et symboles

ASTM : American Standards for Testing Materials (Normes Américaines pour Tester les Matériaux).

ATG : Analyse Thermogravimétrique.

DIN : Deutsches Institut für Normung (Institut Allemand de Normalisation).

DOP : Di-octylphtalate.

DP : Degré de polymérisation.

DRX : Diffraction des rayons X.

PJB : Papier journal brut.

PJD : Papier journal désencré

IRTF : Infrarouge à Transformée de Fourier.

MG : Matière grasse.

MM : Matière minérale.

MO : Matière organique.

MS : Matière sèche.

NDF : Neutral Detergent Fiber (fibres insolubles dans les détergents neutres).

NF : Norme française.

PHB : Polyhydroxybutyrate.

PEHD : Polyéthylène à haute densité.

PEBD : Polyéthylène à basse densité.

PVC-V : Polyvinyle Chlorure vierge.

PO : Propylene oxide (oxyde de propylène).

PP : Polypropylène.

PVC : Polyvinyl Chloride (Polychlorure de vinyle).

Th : Taux d'humidité [%].

UV : Ultraviolet.

XPS : Spectroscopie de photoélectron des rayons X.

CMO : Composites à matrices organiques.

CMC : Composites à matrices céramiques.

CMM : Composites à matrices métalliques.

$d_{éch}$: Densité de l'échantillon.

d_{eau} : Densité de l'eau.

F0 : Composite avec 0% de charge.

F10 : Composite avec 10% de charge.

F20 : Composite avec 20% de charge.

F30 : Composite avec 30% de charge.

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

Les matériaux polymères nommés aussi plastiques sont présents dans la vie de chaque individu, ils sont utilisés dans plusieurs applications qu'il serait très difficile de s'en passer. On en produit plus de 400 millions de tonnes par an dans le monde [1]. L'augmentation considérable de l'utilisation de ces matériaux d'origine synthétique et leur exploitation intensive pour des usages courants a pour conséquence l'accumulation de déchets non biodégradables dans l'environnement. Ceci a causé un encombrement des décharges, une pollution des sols et des milieux marins. Plusieurs solutions ont alors été mises en place pour réduire leur impact sur l'environnement. Par exemple, il a été donné une nouvelle vie à ces polymères par recyclage pour la fabrication de nouveaux matériaux ou encore en valorisant le produit par incinération afin de produire de l'énergie. Cependant, la première méthode se heurte aux difficultés de tri et de nettoyage des matières rejetées et conduit à des matériaux recyclés avec des propriétés dégradées. La valorisation énergétique par incinération se confronte quant à elle à la nécessité du retraitement des fumées. Donc, dans le souci de préservation des ressources fossiles et dans un effort de réduction de la pollution par ces polymères non biodégradables, des chercheurs travaillent à la mise au point de nouveaux matériaux (appelés composites) qui pourraient se substituer aux matériaux issus de la pétrochimie comme le PVC, tout en ayant des propriétés comparables.

L'étude et la conception des matériaux composites suscitent depuis près d'un siècle un grand intérêt dans les domaines multiples et variés de la chimie moderne. Les matériaux composites à fibre naturelle occupent une place importante dans l'histoire de la technologie. La mise en valeur des ressources végétales apporte une alternative forte intéressante aux problèmes environnementaux engendrés et à l'épuisement probable, des ressources fossiles [2]. Cette nouvelle catégorie de matériaux se distingue par des propriétés, telles qu'une rigidité élevée, un bas prix, une faible densité, un caractère écologique du fait qu'ils sont issus de ressources renouvelables et biodégradables. Par ailleurs, elle demande peu d'énergie pour être produite et offrent une bonne isolation thermique et phonique. L'industrie des matériaux composites a bénéficié d'une croissance régulière, soutenue en particulier par la diversité des applications ciblées dans les transports automobiles, aériens, maritime et ferroviaire, le bâtiment, le matériel médical, la construction civile, l'aérospatial ainsi que dans le sport et loisirs [3].

Ces dernières années, un effort significatif a été apporté pour l'étude de la conception de matériaux composites à base du poly (chlorure du vinyle) ou PVC, renforcé par différents types

de fibre naturelle (sisal, jute, bagasse de canne à sucre...). Cependant il est rarement étudié dans les matériaux composites renforcés par le papier journal. C'est là que se situe notre choix pour l'utilisation de cette matrice. On se propose de renforcer le PVC par la fibre du papier journal qui est principalement constituée de cellulose [4].

Il est bien connu que des quantités considérables du papier sont présentes dans les déchets municipaux. Les études montrent que les décharges sont constituées d'environ 13% de papier provenant de vieux journaux imprimés [5]. Donc, la possibilité d'utiliser ces déchets dans le développement de composites est très attrayante, particulièrement au regard de la grande quantité de journaux produite. La fibre réutilisée du papier journal renforçant le PVC peut trouver plusieurs applications, qui pourrait être semblables aux composites à base de bois (les composants de l'encadrement des portes, des meubles et des pièces intérieurs des véhicules ...).

L'étude présentée dans ce mémoire a un caractère prospectif et son objectif est double. Il consiste, d'une part, à proposer des matériaux à bas coût avec des propriétés comparables à celles des composites de grande diffusion et qui devraient permettre d'associer les avantages des thermoplastiques avec ceux des fibres cellulosiques, et d'autre part : (1) de trouver un moyen de réduire la consommation du PVC largement employé à travers le monde, (2) d'étudier l'influence du désencrage du papier journal et l'effet de son incorporation sur les propriétés physico-mécaniques des composites PVC/fibre du papier journal pour des taux de charge de 10, 20 et 30%.

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

- Le premier chapitre, sera consacré aux généralités sur les matériaux composites, les différents matériaux utilisés pour la préparation des composites étudiés et leurs propriétés.
- Le deuxième chapitre, présente les différents matériaux, la préparation des composites étudiés et les méthodes d'analyse et de caractérisation utilisés dans cette étude.
- Le troisième chapitre, consacré à une discussion des différents résultats enregistrés sur les propriétés physico-chimiques de la fibre du papier journal brute et celles du papier journal désencré aussi les résultats enregistrés sur les propriétés physico-mécaniques des composites PVC renforcé par ces fibres.

Chapitre I

Synthèse bibliographique

Chapitre I. Synthèse bibliographique

I.1 Matériaux composites

I.1.1 Définition

Les matériaux composites sont des matériaux solides hétérogènes et anisotropes, constitués par l'association d'au moins deux matériaux non miscibles aux caractéristiques complémentaires et dans le but d'avoir un matériau ayant des propriétés mécaniques, thermiques ou esthétiques améliorées. Dans un matériau composite (figure I.1) on distingue généralement :

- Le renfort qui joue le rôle de squelette ou d'armature ; il assure la tenue mécanique (résistance à la traction et rigidité). Souvent il est de nature filamentaire (fibre organique).
- La matrice qui lie les fibres (renfort), répartit les efforts (résistance à la compression ou à la flexion), assure aussi la protection chimique.

Une interphase se crée entre les deux constituants et aura pour rôle de transmettre les contraintes de l'un à l'autre sans déplacement d'où l'établissement d'une bonne adhérence [6].

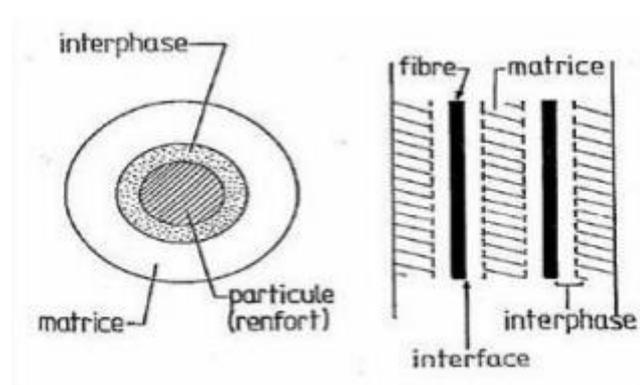


Figure I.1 : Matériau composite idéal [1].

I.1.2. La matrice

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

Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites que l'on classe généralement en trois familles en fonction de la nature de la matrice [7] :

- Les composites à matrices organiques (CMO) « ou à matrice polymères » qui constituent, de loin, les volumes les plus importants aujourd'hui à l'échelle industrielle.
- Les composites à matrices céramiques (CMC) réservés en majoritairement aux applications qui demande haute température comme dans les domaines spatial, nucléaire et militaire, ainsi que le freinage.
- Les composites à matrices métalliques (CMM).

I.1.2.1. Les matrices polymères

La matrice polymère permet de lier les fibres du renfort entre elles, de répartir les efforts (résistance à la compression ou à la flexion) et apporter la tenue de la structure et donner la forme désirée au composite. Elle est facilement déformable et assure la protection chimique des fibres. On peut utiliser des polymères thermoplastiques ou des polymères thermodurcissables [8].

- **Les thermoplastiques** : se présentent sous forme de chaînes linéaires, il faut les chauffer pour les mettre en forme et les refroidir pour les fixer. Cette opération est réversible. Les matrices les plus courantes sont le poly (chlorure de vinyle) qui est utilisé dans la fabrication des tuyauteries, le poly (acétate de vinyle) que l'on trouve dans les colles et adhésifs, le polyéthylène dont on se sert pour fabriquer les jouets, les bouteilles de shampoing ou les sacs de supermarchés, le polypropylène pour les boites alimentaires, le polystyrène qui intervient dans la composition des contenants alimentaires, de la vaisselle jetable, des jouets ou des vitres [9].

Le tableau I.1 donne quelques propriétés mécaniques des polymères thermoplastiques les plus utilisés.

Tableau I.1 : Propriétés mécaniques de quelques thermoplastiques [10].

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

- **Les thermodurcissables** : durcissent de façon définitive lors de leur synthèse. Il en résulte une transformation de la résine, initialement sous forme liquide visqueux composé de molécules non liées, en un solide ayant une structure réticulée. La transformation est donc irréversible. On trouve les résines polyester qui, associées à des fibres de verre ont une bonne tenue à la température et aux agents chimiques, les résines époxy qui possèdent d'excellentes propriétés mécaniques, thermiques et chimiques, et les résines phénoliques qui résistent bien au feu [11].

I.1.2.2. Procédés d'élaboration des matériaux composites à matrice polymère

Les deux procédés les plus utilisés pour la production de matériaux composites sont l'extrusion et le calandrage.

- **Extrusion**

Le procédé d'extrusion consiste à fabriquer en continu des produits finis ou des semi-produits, ou à transformer des matériaux, au sein d'un système vis/fourreau. On parle d'extrusion monovis lorsqu'il existe une vis unique, tournant au sein d'un fourreau cylindrique et d'extrusion bivirus lorsque l'on a affaire à deux vis, généralement parallèles, tournant à l'intérieur d'un fourreau dont la section a la forme d'un huit. Sous le vocabulaire très général d'extrusion bivirus, on trouve toutefois des machines de conceptions très différentes et d'applications variées et spécifiques. Alors que les machines contrarotatives, issues des mélangeurs internes pour l'industrie du caoutchouc ou le pétrissage de la pâte, sont apparues vers les années 1880, les extrudeuses corotatives sont nées vers 1935 en Italie. Depuis cette date, cette technologie n'a cessé de se développer et connaît actuellement une progression sans précédent [12]

- **Calandrage**

Le procédé de calandrage est basé sur un écoulement à température élevée d'une matière thermoplastique viscoélastique entre au moins deux cylindres entraînés. En fait, l'expérience montre que seul le calandrage avec quatre cylindres permet de maîtriser correctement la qualité des films ou des feuilles. Dans une calandre à quatre cylindres, la masse plastique fondue en provenance du mélangeur gélifiant passe d'un cylindre à l'autre par trois entrefers qui sont de plus en plus étroits, ce qui entraîne un reflux avant chaque entrefer, en même temps qu'un élargissement de la feuille. Ces reflux forment ce qu'on appelle les bourrelets. Seul le premier bourrelet, appelé bourrelet d'alimentation, est limité

en largeur par des guides matière. Les bourrelets 2 et 3 ont une largeur libre et une forme cylindrique, sauf aux extrémités où la forme s'ovalise. La feuille passe d'un cylindre à l'autre par différences de vitesse et de température. Les cylindres sont entraînés indépendamment, ce qui permet d'établir une friction entre eux (typiquement une différence de vitesse de 5 à 30 %) et ainsi d'assurer un passage parfait de la feuille d'un cylindre à l'autre. Le passage par simple différence de température est plus difficile à maîtriser [13].

I.1.2. Le polychlorure de vinyle

I.1.2.1. Définition

Le polychlorure de vinyle, dont le symbole international PVC découle de l'appellation anglaise polyvinyl chloride (PVC) est un polymère synthétisé pour la première fois par le chimiste Français REGNAULT en 1835. C'est une poudre blanche thermoplastique, inodore, et inflammable composée de carbone, d'hydrogène et du chlore. Le carbone et l'hydrogène proviennent de pétrole (43%), tandis que le chlore est originaire du sel (57%). Le PVC est constitué par l'addition répétitive d'un même monomère qui est le chlorure de vinyle. Une molécule de PVC contient de 750 à 1500 monomères [14,15].

Le PVC est le deuxième plastique le plus largement utilisé au monde. Il fait partie d'une famille de polymères thermoplastiques. Ils sont obtenus par polymérisation radicalaire en bloc ou en suspension de chlorure de vinyle [16].

I.1.3.2. Structure chimique du PVC

Le PVC a une chaîne hydrocarbonée avec un atome de chlore lié alternativement à un atome de carbone sur deux. Le PVC n'est pas totalement amorphe, vu qu'il présente des zones microcristallines basées sur la configuration syndiotactique, dont le taux dépend de la température de polymérisation et qui peut atteindre jusqu'à 20% de l'ensemble structural.

La formule structurale de base du PVC est la suivante :

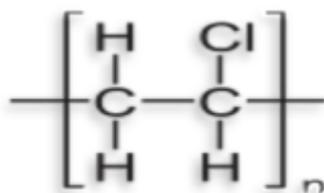


Figure I.2 : Structure du polychlorure de vinyle.

Il existe deux puissantes forces de cohésion dans le PVC dues en grandes parties aux moments de dipôle exercés par les atomes de chlore, cette polarité rend le PVC incompatible avec les hydrocarbures non polaires par contre celle-ci rend de polymère soluble dans les solvants fortement polaires (par exemple les hydrocarbures chlorés).

I.1.2.3. Propriétés du PVC

- **Propriétés physiques :** Le PVC se présente sous forme d'une poudre blanche. C'est un polymère tactique, donc essentiellement amorphe, mais il arrive qu'il soit syndiotactique sur de courts segments de chaînes et puisse s'organiser en phase cristalline qui varie de 10 à 15%. Il est inodore et inflammable [17].
- **Propriétés chimiques :** Le PVC non plastifié possède une bonne résistance aux produits chimiques : acides, bases, huiles, alcools, hydrocarbures aliphatiques, par contre, il est sensible aux hydrocarbures aromatiques et chlorés. Le PVC souple (plastifié) est beaucoup plus sensible aux agents atmosphériques et à la lumière solaire, il peut poser des problèmes de migration de plastifiant [18,19].
- **Propriétés mécaniques :** Le PVC présente une bonne rigidité à température ambiante ainsi qu'une excellente résistance à l'abrasion. Il présente, par contre, une certaine fragilité au froid, notamment une fragilité au choc à température inférieure à (-10 °C). Dans le cas de PVC plastifié, le seuil de température où apparaît cette fragilité peut être abaissé [18, 19].
- **Propriétés thermiques :** Le PVC présente sa température de transition vitreuse entre 75 et 80°C. A température ambiante, il est donc rigide mais devient caoutchouteux au-delà de 90°C. L'addition de plastifiants diminue la température de transition vitreuse et permet de proposer un PVC souple à température ambiante. Le PVC plastifié brûle plus facilement [18, 19].

I.1.2.4. Additif du PVC

• **Plastifiant :** Les matières thermoplastiques ne sont que très rarement utilisées sans adjuvant. De fait, l'ensemble des propriétés recherchées pour l'objet fini requiert un meilleur dosage de produits d'addition à action spécifique. L'adjuvant qui augmente la souplesse du polymère est un plastifiant dont la définition donnée dans la norme ISO 472 (1988) Plastiques est comme suit :

Un plastifiant est une substance de volatilité faible ou négligeable, incorporée à un polymère, destinée à abaisser son intervalle de ramollissement, faciliter sa mise en œuvre et

augmenter sa flexibilité ou son extensibilité. Son action peut aussi se traduire par une réduction de la viscosité à l'état fondu, un abaissement de la température de transition vitreuse ou une diminution du module d'élasticité de l'objet plastifié [20].

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

Les effets attendus des lubrifiants sont de deux sortes [21].

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

• **Stabilisant** : Ces additifs sont généralement utilisés en petite quantité pour faire face individuellement à des agressions particulières, mais il existe une classe de stabilisants contenant de nombreux additifs, qui concerne le polychlorure de vinyle et les polymères chlorés. On distingue des stabilisants thermiques qui sont des sels de plomb, zinc, étain.... Etc [22, 23].

• **Pigment** : Ce sont des poudres colorantes, solubles ou insolubles dans des solvants ou des liants, qui confèrent au film la couleur et le pouvoir couvrant recherchés. Les pigments peuvent être : Organiques : ce sont les plus chers. Ils ont un meilleur pouvoir colorant et une structure chimique particulièrement complexe (sels complexes de cuivre, chrome, bismuth, cadmium) [25].

• **Ignifugeant** : Le PVC rigide est ignifuge par nature. Des ignifugeants sont souvent ajoutés au PVC souple étant donné que l'ajout de plastifiants augmente son inflammabilité. Bien que la résistance au feu du PVC soit en général plus élevée que celle d'autres matières plastiques, l'ajout de certains ignifugeants comme les oxydes de métal peuvent encore augmenter cette résistance. L'ajout de ces oxydes de métal est source de préoccupation étant donné que cela augmente le dégagement de gaz toxiques en cas d'incendie. D'un autre côté, cela augmente la résistance au feu et permet d'avoir plus de temps pour s'échapper [24].

• **Charge :** Les charges sont parfois utilisées afin de réduire le prix de revient des mélanges, d'en accroître la résistance au feu ou de renforcer certaines autres propriétés (résistance électrique, résistance aux chocs, etc...). Les charges les plus utilisés sont les charges minérales (carbonates de calcium, kaolin calciné, talc, sulfate de baryum) [25].

I.1.2.5. Domaines d'utilisation du PVC

Le PVC est l'un des polymères les plus utilisés dans le monde et se caractérise par sa résistance aux produits chimiques, sa combustion, sa corrosion, son vieillissement, son isolation thermique, sa faible perméabilité aux gaz.....etc. Les applications les plus courantes du PVC sont:

- ✓ Industries du cuir : cuir artificiel.
- ✓ Secteur d'activité : Meubles de salle de bain, Matelas en plastique.
- ✓ Secteur de la consommation : jouets, chaussures et portefeuilles.
- ✓ Secteur transport et transport : Pièces en plastique utilisées dans l'industrie automobile.
- ✓ Secteur de la construction : tuyaux d'eau et de drainage, tuyaux et carreaux en plastique.
- ✓ Produits pharmaceutiques, huiles, cosmétiques et eau embouteillée, mode et accessoires.
- ✓ Bâtiments et constructions : Fabrication de fenêtres, portes, cloisons et panneaux utilisés dans la fabrication de meubles et de décoration [26].

I.1.2.6. Les avantages du PVC

Le PVC présente plusieurs avantages, comme :

- ✚ Résistant aux intempéries, à l'usure, aux flammes et à la plupart des agents agressifs.
- ✚ Insensible aux variations climatiques (contrairement à l'aluminium ou au bois).
- ✚ Bon isolant électrique, thermique et phonique.
- ✚ Etanche aux gaz et aux liquides.
- ✚ Malléable, le PVC se plie à toutes les contraintes.
- ✚ Choix important de couleurs, motifs et finitions (imitation d'autres matériaux comme le bois, la pierre, le marbre, le béton, etc.).
- ✚ Economique (moins cher que l'acier, le bois ou l'aluminium).
- ✚ Facile à entretenir.
- ✚ Ignifugeant [27].

I.1.3.7. Les inconvénients du PVC

Malgré les avantages du PVC, ce dernier présente également certains inconvénients, qui peuvent être résumés comme suit :

- ✚ Peu résistant aux UV, le PVC vieillit mal (jaunissement avec le temps).
- ✚ Toxique en cas d'incendie ou de combustion.
- ✚ Non biodégradable.
- ✚ Aspect plastique des produits d'imitation (bois, marbre, etc.).
- ✚ Peu résistant à l'usure en tant que revêtement de sol [27].

I.1.3. Le renfort

Le renfort représente la phase discontinue d'un matériau composite il contribue à améliorer la résistance mécanique de ce dernier et peut se présenter sous forme de particules ou de fibres. C'est le principal porteur constitutif dans le composite (forme, volume). Il confère aux composites leurs caractéristiques mécaniques : rigidité, résistance à la rupture, dureté. Le renfort permet également d'améliorer certaines propriétés physiques : comportement thermique, tenue en température, tenue au feu, résistance à l'abrasion, propriétés électriques, etc. Les caractéristiques recherchées pour les renforts sont des propriétés mécaniques élevées, une masse volumique faible, une bonne compatibilité avec les résines, une facilité de mise en œuvre et un faible coût [28].

La figure I.3, montre les différents types de renforts utilisés pour la préparation des matériaux composites.

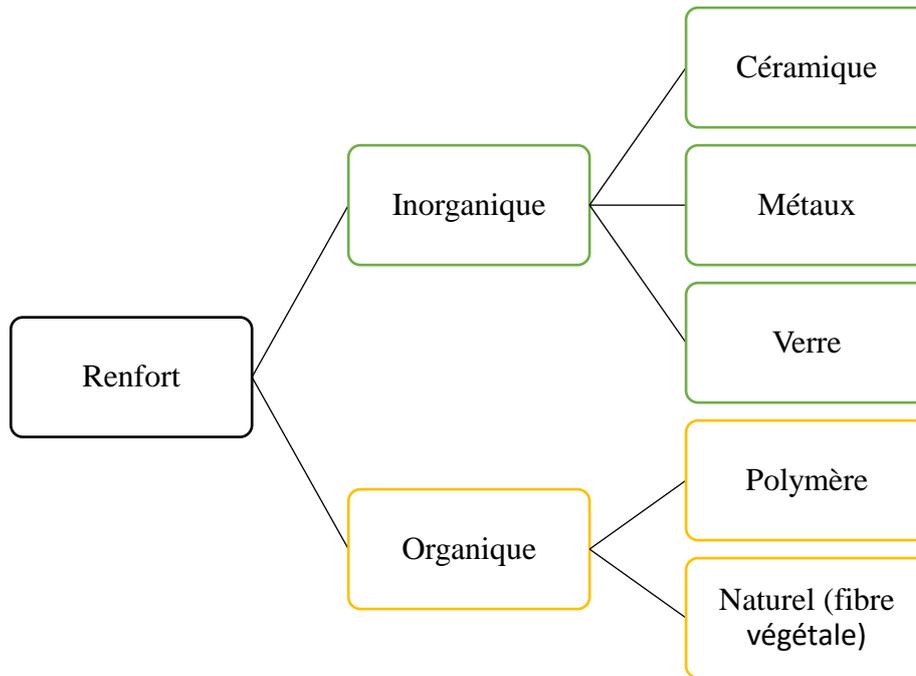


Figure I.3 : Types de renfort [28].

Dans ce chapitre, on se basera sur les fibres végétales qui feront l'objet de notre étude.

I.1.3.1. Les fibres végétales

Les fibres végétales sont des structures biologiques principalement composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine. Dans une proportion beaucoup plus faible elles contiennent aussi des extractibles, des protéines et certains composés inorganiques.

Il existe différentes classifications de ces fibres. Les fibres dures forment un groupe à part entière qui représente 90% de la production mondiale. Ce sont des fibres rigides et qui sont utilisées lors de la fabrication des WPC.

Chaque fibre se présente sous la forme d'un composite où les microfibrilles de la cellulose sont réunies entre elles par une matrice « lignine » constituée d'hémicellulose comme étant un agent de couplage et de pectines. La proportion d'holocellulose (cellulose, hémicellulose) et de lignine varie beaucoup selon les fibres naturelles (jute, bois, sisal, kéraf, etc.) [29].

a. La cellulose

La cellulose est un polymère qui existe à l'état naturel et qui est particulièrement important puis qu'il est le constituant principal de la masse végétale. C'est un homopolymère, dont l'unité de base est le glucose, ou plus exactement un dimère du glucose, la cellobiose. Les unités sont liées entre elles par des liaisons β (1-4) - glycosidiques (Figure I.4). Le degré de polymérisation (en glucose) peut atteindre 15000.

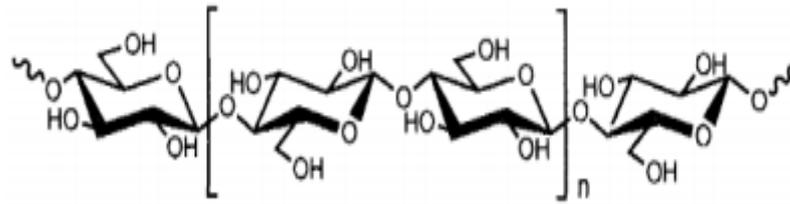


Figure I.4 : Molécule de la cellulose [29].

b. Hémicelluloses

Les hémicelluloses diffèrent de la cellulose par des chaînes moléculaires beaucoup plus courtes et par des ramifications sur la chaîne principale mais elles sont intimement liées à la cellulose. Les hémicelluloses ont une structure amorphe et sont solubles dans l'eau et pouvant être extraits de la paroi des cellules végétales par des solutions alcalines. Les hémicelluloses ont un degré de polymérisation compris entre 200 et 300 et leur structure dépend de l'espèce végétale (type cellulaire, localisation dans la paroi ou bien encore âge des tissus). On distingue différents types d'hémicelluloses (les xylanes, les mannanes, les glucanes, les galactanes et les pectines).

La structure chimique de l'hémicellulose est donnée sur la figure I.5.

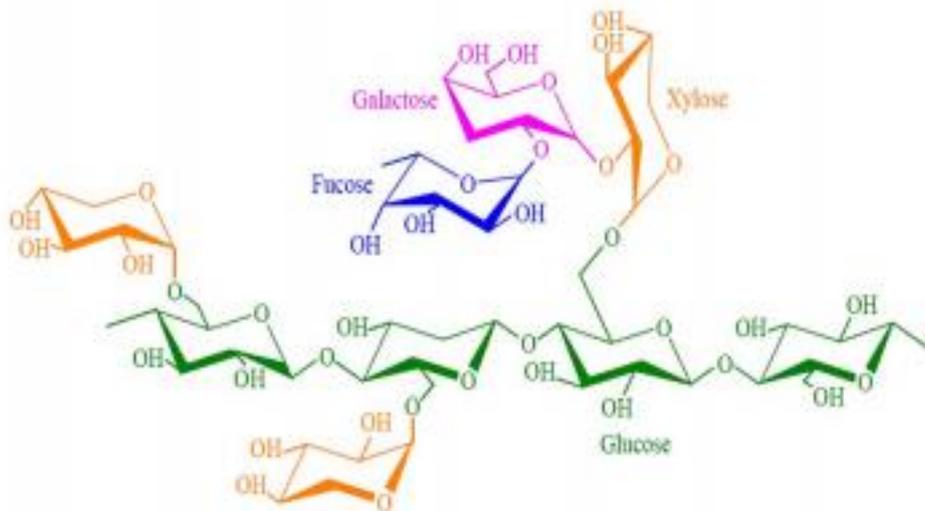


Figure I.5 : Structure chimique de l'hémicellulose [31].

c. Lignine

Après la cellulose, la lignine est la deuxième macromolécule présente dans les végétaux, sa teneur varie de 10 à 30%. Il s'agit d'un polymère réticulé in situ ayant une structure très complexe qui varie aussi en fonction de l'espèce et de l'âge du végétal, des conditions climatiques environnantes, etc. Elle contribue au renforcement mécanique des parois végétales, à leur défense contre les agents pathogènes. La structure de base est néanmoins commune à toutes les lignines, il s'agit de macromolécules ramifiées contenant des groupements phénoliques, plus au moins substitués par des fonctions méthoxys, attachés à des motifs aliphatiques, comportant généralement trois atomes de carbone, qui peuvent à leur tour porter diverses fonctions. Les trois cycles aromatiques les plus fréquents dans sa structure sont les alcools sinapylique, coniférylique et coumarylique.

La structure chimique de la lignine est donnée sur la figure I.6.

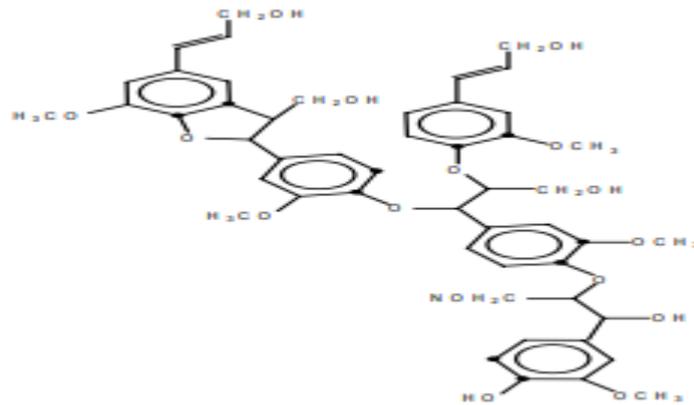


Figure I.6 : Structure moléculaire de la lignine [32].

d. Les pectines

Les pectines sont des polysaccharides acides dont la chaîne principale est composée de monomères d'acide uronique en 1-4 ; régulièrement, des molécules de rhamnose s'intercalent entre ces monomères par des liaisons 1-2 et 1-4 [28]. Les pectines sont les composés les plus hydrophiles dans les fibres végétales en raison de la présence de groupe carboxylique.

La structure chimique de la pectine est donnée par la figure I.7.

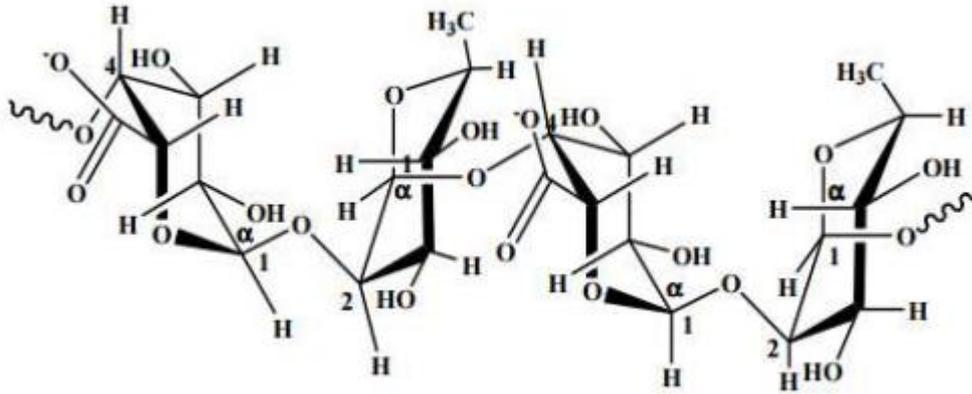


Figure I.7 : Structure moléculaire de la pectine [33].

e. La cire

La cire est une partie des fibres qui peut être extraite avec une solution organique. Elle est constituée de différents types d'alcools, qui sont insolubles dans l'eau et se gonflent dans plusieurs acides tels que l'acide palmitique, l'acide oléagineux et l'acide stéarique. La composition et les propriétés des fibres végétales varient selon la nature de la fibre.

Le tableau I.2, donne la composition et les propriétés de quelques fibres végétales utilisées comme renfort.

Tableau I.2: Exemples de fibres végétales et leurs compositions [33].

Type de fibre	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)
Kéna f	31-57	21,5	8 - 19
Coton	82,5	5,7	0
Papier	79,5	8,3	3.5
Sisal	65-78	12	9,9
Bois d'eucalyptus	37-50	32-12	19-27

I.1.3.2. Avantages et inconvénients des fibres végétales

Les fibres végétales présentent de nombreux avantages [34] :

- ✚ Faible cout ;
- ✚ Biodégradable ;
- ✚ Neutre pour l'émission de CO₂ ;
- ✚ Pas de résidus après incinération ;

- ✚ Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité) ;
- ✚ Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres ;
- ✚ Bon isolant thermique et acoustique ;
- ✚ Faible densité et facilité de mise en œuvre.

Malgré les avantages cités ci-dessus, l'utilisation des fibres végétales est limitée due à leur caractère hydrophile et leur faible stabilité thermique et à d'autres inconvénients comme :

- ✚ Nécessité de gestion d'un stock pour des applications industrielles ;
- ✚ Faible stabilité dimensionnelle ;
- ✚ Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, des conditions météorologiques ;
- ✚ Renfort discontinu.

I.1.3.3. Papier journal

Le papier journal est fabriqué sur des machines à papier à grande vitesse à partir d'un mélange de pâte à papier, ce mélange pouvant lui-même être constitué, selon les régions et selon la disponibilité de la fibre d'une ou de plusieurs des pâtes suivantes :

- Pâte thermomécanique (faite à 100 % de résineux d'abord taillés en copeaux),
- Pâte mécanique (faite à 100 % de résineux, souvent taillés en bille de 4 pieds),
- Pâte chimique (composée d'essences variables),
- Pâte recyclée (fabriquée à partir d'un mélange de vieux journaux et magazines).

C'est un papier d'une grande opacité et de blancheur médiocre (habituellement autour de 57 sur une échelle de 0 à 100) qui jaunit et vieillit rapidement à cause de son fort contenu en lignine. Il est utilisé en typo ou offset dans des grammages légers compris entre 38 et 52 g m⁻², il absorbe l'encre, a une porosité élevée et permet un séchage rapide [35].

Le papier journal est imprimé sur des machines rotatives typographiques et actuellement selon le procédé d'impression offset pour des tirages à grande vitesse, il est conditionné en bobines de 500 à 600 kg.

I.1.3.4. Recyclage du papier journal

Les papiers récupérés peuvent être divisés en deux grandes catégories :

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

Les papiers récupérés constituent une matière première très hétérogène car ils peuvent contenir de la pâte mécanique et de la pâte chimique (écru ou blanchie). Il est donc difficile de connaître la composition fibreuse exacte. Les fibres recyclées peuvent être utilisées seules ou mélangées avec des fibres vierges. La proportion de fibres recyclées dans la pâte peut varier de 5 à 100 % selon le type de papier. Le carton gris contient 100 % de fibres recyclées, le papier impression-écriture peut en contenir plus de 10%. La pâte de fibres recyclées peut être désancrée puis blanchie pour une utilisation dans la production de sorte blanche. Elle peut également être utilisée sans désencrage pour la production de papiers de sorte brune [36].

Le papier journal récupéré est utilisé aussi pour la préparation des matériaux composites à matrice polymérique.

Serrano et al. [37], ont fait l'analyse macro et micro mécanique de la rigidité des composites Polypropylène/fibre de papier Journal. Le papier journal a été traité avec une solution alcaline (1% de NaOH) pendant 3 h à 50 °C. La fibre traitée a été introduite dans le polypropylène comme renfort en variant le taux de charge de 10 à 50%. Les résultats ont montré que l'introduction et l'augmentation du taux de fibre dans la matrice, augmente la résistance et la déformation à la rupture avec une diminution du module d'élasticité. Ce résultat est attribué à une bonne dispersion de la fibre du papier journal dans la matrice.

Sekhar [38], a préparé des composites à base de papier journal et une matrice de résine en polyester.

L'étude des propriétés en traction a montré une augmentation de la contrainte à la rupture et de la rigidité des composites élaborés par rapport à la matrice vierge. L'absorption d'eau augmente avec le temps d'immersion et les propriétés mécaniques des différents composites ont enregistré une diminution après le test d'absorption d'eau, ce qu'il a expliqué par le gonflement des composites due à l'absorption d'eau.

López et al. [39], ont préparé des composites entièrement biodégradables à base d'amidon thermoplastique (ATS) renforcé avec 5, 10 et 30% (en poids) des fibres de papier journal. Les tests mécaniques ont montré une augmentation de la résistance à la traction et du module d'Young, ce qu'ils ont attribué au bon renforcement de la matrice par les fibres de papier journal. L'introduction de 10% du poly (adipate de butylène téréphtalate) dans ces composites a été aussi étudiée. Ils ont enregistré une augmentation des différentes propriétés thermiques et en traction, aussi une réduction d'absorption d'eau par rapport aux autres composites.

I.1.3.5. Désencrage du papier journal

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

- La quantité et la nature des produits chimiques ajoutés ;
- Le pH ;
- La température ;
- Le temps de contact ;

Les produits chimiques utilisés pour le désencrage de la pâte à papier sont les suivants [27] :

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

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

Baroulaki et al. [40], ont étudié le désencrage du papier journal et son utilisation comme charge dans des composites thermoplastiques tels que le PP, PEBD et PEHD. Le papier journal a été coupé en petit morceaux et ajouté à une solution aqueuse avec 1.2% NaOH, 1% H₂O₂, 2.5 de verre soluble (33-37% de silicate de sodium) et 0.6% agent de dispersion pendant 15 minutes à une température de 45°C. Le mélange est dilué puis placé dans un pulpeur de laboratoire Maelstrom et réduit en poudre pendant 30 minutes. L'opération se termine par un lavage avec l'eau distillée puis un séchage. La densité, la dureté et les propriétés de traction des composites

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

Nassar et al. [41], ont étudié le désencrage du papier journal et les propriétés mécaniques des composites à matrice polystyrène et fibre (50% papier journal + 50% pâte de bois). Le taux de polystyrène est de 20 et 30%. Le papier journal à été coupé et introduit dans une solution à 2% NaOH pendant 3 heures, agité mécaniquement jusqu'à avoir une pulpe, ils ont effectué un lavage avec l'eau distillée et un séchage. Le polystyrène a été greffé avec l'acrylonitrile, l'éthylmétacrylate et le butylmétacrylate. Les propriétés de traction des composites élaborés n'ont pas enregistré une amélioration à l'exception du module d'élasticité. Pour l'analyse de la morphologie des échantillons par le MEB, ils ont constaté que les composites avec le polystyrène greffé ont montré plus d'homogénéité de surface et que le PS greffé avec l'éthylmetacrilate présente une meilleure adhérence interfaciale.

I.2. Interface matrice-renfort dans un matériau composite

I.2.1. Notion d'adhésion interfaciale

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

Sachant que les fibres naturelles comme le bois est un bon exemple de surface irrégulière, rugueuse, poreuse et autres caractéristiques non souhaitables. Cette surface conditionne donc fortement les possibilités de liens chimiques ou mécaniques entre deux matériaux, d'où la nécessité d'une troisième entité qui assure une liaison intime entre les deux éléments principaux et que l'on nomme interface. Cette interface conduit au concept d'interphase, qui fait référence à une troisième dimension de l'espace, dans laquelle il existe un gradient de concentration des deux composants. L'interphase est une zone des adhérences, c'est donc à l'interface ou dans l'interphase qu'agissent les forces qui sont à l'origine de l'adhésion. La théorie de l'adhésion fait aussi appel à la notion d'énergie de surface et au phénomène de mouillage.

I.3. Application des composites à base de fibres végétales

L'utilisation des matériaux composites s'inscrit dans une démarche d'éco-conception. On note enfin le développement de granulés thermoplastiques renforcés par des fibres naturelles végétales est utilisé dans différents domaines (cosmétique, automobile, horticulture, électroménager, mobilier urbain, outillage...) [42].

a. En automobile

L'utilisation des fibres naturelles dans les matériaux composites est de plus en plus courante, notamment, chez l'équipementier automobile Faurecia, le projet de recherche Nafi (Natural fiber for injection), lancé en 2008, a permis de mettre au point des pièces en composites de lin ou en chanvre avec un gain de masse de 25%. Alstom Transport équipa en 2014 ses rames TGV de panneaux et de cloisons en lin composite et en 2016 le « nez » des locomotives serait fabriqué à partir du même matériau, avec d'autres éléments extérieurs [43].

Les principales applications sont les suivantes (figure I.8) : Garnissage des coffres, revêtements pour plancher, revêtement pour paroi intérieur (habillage des toits d'habitacle par la technique de contre collage/compression), revêtement pour avant et arrière, revêtement pour passage de roue, revêtements de garnissage pour plage arrière, habillage de sièges, garnitures, housse, rembourrages en mousse, filtre à huile (pour la transmission), moquette de garnissage des panneaux de portières, capitonnage des panneaux de portières routières et ferroviaires, tableaux de bord (injection de granulés).



Figure I.8 : Composants intérieurs d'une voiture fabriqués à partir de composites à base de fibres naturelles.

Mercedes-Benz à Bayer : utilisait des composites à fibres de lin et de sisal pour les garnitures intérieures des portières de la Mercedes classe.

Mégane : Les constructeurs Français présentent la tablette arrière de la Mégane, les panneaux de portes de l'habillage du coffre de la Xantia.

AUDI : Dossier de siège, panneaux des portières latérales et arrières, garnitures de coffre, revêtement de roue de secours dans les modèles suivants : A3, A4, A6, A8, A4.

BMW : Panneaux de portière, garnitures de pavillon, garnitures de coffre, dossiers de siège dans les modèles suivants : séries 3, 5 et 7.

Volkswagen : Panneaux de portières, dossiers de siège, panneau de finition du couvercle du coffre, garnitures de coffre dans les modèles suivants : Golf, Passat, Bora.

OPEL GM : Panneaux de pavillon, panneaux de portières, panneau de revêtement des montants, groupe d'instruments, dans les modèles suivants : Vectra, Astra.

Ford : Panneaux de portières, montant central, garnitures de coffre dans les modèles suivant : Mondeo, Focus, Zafira.

Fiat: Punto, Brava, Marea, Alfa Romeo 146, 156.

b. En construction

Les fibres végétales sont utilisées comme renfort de matériaux, notamment d'isolation, de produits en ciment, terrasses, toitures, balustrades, gainages et revêtements, bancs de parcs, et dans divers domaines, principalement celui de la construction [44].



Figure I.9 : Applications des composites à fibres naturelles dans les produits de construction.

c. Autres applications

Les palettes, le mobilier (table de camping Lafuma ou chaise IKEA), et FUTURAMAT, une société Française, produit des pièces techniques en résine thermoplastique renforcée de fibres de bois [45].

La recherche porte sur la caractérisation des fibres, la capacité à les utiliser à des conditions économiques comme renforts de composites structuraux tels que des hublots d'avion, et les moyens permettant d'améliorer l'interaction entre les fibres et la matrice dans laquelle elles sont noyées.

Chapitre II

Matériaux utilisés et techniques expérimentales

Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

Ce chapitre présente (1) les différents matériaux utilisés, (2) la méthode de modification utilisée pour le désencrage du papier journal, (3) la méthode d'élaboration des différents matériaux, (4) les différentes techniques utilisées pour caractériser le papier journal et les matériaux élaborés dans le cadre de ce travail.

II.1. Matériaux utilisés

II.1.1. Polychlorure de vinyle (PVC)

La matrice utilisée dans notre étude est le PVC SE-1200, dont les caractéristiques sont résumées dans le tableau II.1.

Tableau II.1 : Propriétés du PVC.

Caractéristiques	Méthode de mesure	Spécification	Les unités
Aspect	-	Poudre blanche	-
Viscosité	ASTM D 1243	0,99 - 1,03	cSt
Indice de viscosité	DIN 53726	70,20 - 72	-
Densité	ASTM D1895	0,48 - 0,56	-

II.1.2. Additifs du PVC

Les additifs ajoutés au PVC sont :

- **Plastifiant**

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

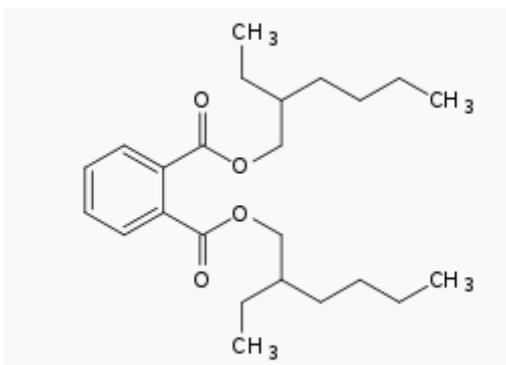


Figure II.1 : Structure chimique du plastifiant DOP.

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

Tableau II.2 : Propriétés physico-chimiques du plastifiant (DOP).

Caractéristiques	Méthode de mesure	Valeurs	Les unités
Aspect	-	Huileux limide	-
Densité	ASTM D 1298-90	0,98 - 0,99	-
Acidité	ASTM D 1045-86	<0,1	mg KOH/g
Viscosité à 20 °C	ASTM 445-88	75 - 85	cSt
Viscosité à 25 °C	ASTM D 445-88	57 - 61	cSt
Teneur en ester	Chromatographie	99 - 99,8	%
Point d'éclair	ASTM D 93-90	> 190	°C
Teneur en eau	ASTM D-1045	≤ 1000	Ppm
Indice de réfraction	ASTM D-1045	1,48 - 1,49	-

- **Stabilisant thermique à base de Ca/Zn**

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

Tableau II.3 : Caractéristiques physiques du stabilisant thermique Ca/Zn.

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

- **Lubrifiant**

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

Tableau II.4 : Caractéristiques physiques du lubrifiant.

Caractéristiques	Spécification	Unité
Taux d'humidité	0,1	%
Indice de saponification	54 - 55	mg KOH/g
Point d'inflammabilité	> 100	°C
Indice d'acide	207 - 201	-
Indice d'iode	< 1	-

II.1.3. Fibre du papier journal

Dans notre étude, les charges utilisées sont le papier journal brut et le papier journal désencré.

II.1.4. Agents de désencrage

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

- **La soude caustique (NaOH)**

La soude utilisée a été produite par la société « BIOCHEM CHEMOPHARMA », ses principales caractéristiques sont représentées dans le tableau II.5.

Tableau II.5 : Caractéristiques de la soude (NaOH).

Formule chimique	NaOH
Masse moléculaire (g/mol)	40
Pureté (%)	98

- **L'eau oxygénée H₂O₂**

L'eau oxygénée utilisée a été produite par la société « BIOCHEM CHEMOPHARMA », ses principales caractéristiques sont représentées dans le tableau II.6.

Tableau II.6 : Caractéristiques de l'eau oxygénée (H₂O₂).

Formule chimique	H₂O₂
Masse moléculaire (g/mol)	34,02
Pureté (%)	30

II.2. Techniques expérimentales

II.2.1. Préparation de la fibre du papier journal

La fibre du papier journal brute a été préparée par un simple broyage des morceaux du papier journal, d'environ 5 mm².

II.2.2. Désencrage du papier journal

Le désencrage du papier journal a été réalisé selon la méthode proposée par **Baroulaki et al** [53] :

On coupe 10 grammes de papier journal en petits morceaux d'environ 5 mm² puis on les trempe dans l'eau distillée pendant 24 heures, après on les filtre et on les met dans une solution aqueuse (cette solution se compose de 2% de NaOH et 1% de H₂O₂) à une température de 45 °C, pendant 3 heures avec agitation magnétique. Enfin on lave la pulpe avec l'eau distillée jusqu'à avoir un pH de l'eau de lavage égale à 7, on le filtre et on laisse sécher à température ambiante.

La figure II.2, illustre le processus d'installation utilisé pour le désencrage du papier journal.

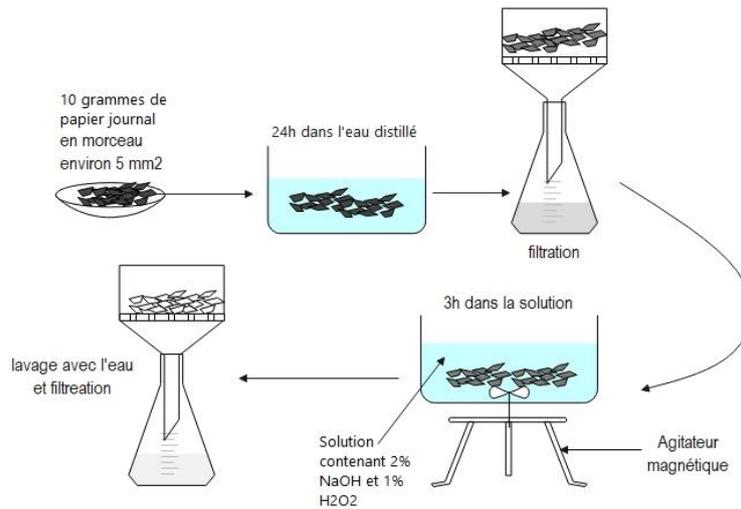


Figure II.2 : Schéma du montage de désencrage du papier journal.

II.2.3. Caractérisation de la fibre du papier journal brut (PJB) et de la fibre du papier journal désencré (PJD)

II.2.3.1. Détermination de la matière sèche et du taux d'humidité

2 g d'échantillon sont pesés (P_0) dans un creuset en céramique de masse (P_1) préalablement taré. Il est placé dans une étuve à 100°C pendant 24h. Le creuset est ensuite retiré de l'étuve, mis dans un dessiccateur et pesé (P_2). La teneur en matière sèche est donnée par la formule suivante :

$$\%MS = \frac{P_2 - P_1}{P_0} * 100 \quad (1)$$

Avec :

P_0 : Poids de la prise d'essai.

P_1 : Poids du creuset vide.

P_2 : Poids du creuset avec le résidu.

Le taux d'humidité (Th) est déterminé par l'expression suivante :

$$\%Th = 100 - \%MS \quad (2)$$

II.2.3.2. Détermination de la densité

La densité du PJB et du PJD est déterminée selon la norme NFT 51-063, en utilisant un pycnomètre de volume de 10 cm³.

On pèse la masse du pycnomètre contenant l'eau distillée (m_1), ensuite on introduit une masse (m_2) de l'échantillon dans le pycnomètre et on remplit avec l'eau distillée et on le pèse (m_3).

La densité de l'échantillon ($d_{\text{éch}}$) est déterminée par l'expression suivante :

$$d_{\text{éch}} = \frac{m_2}{m_1 + m_2 - m_3} * d_{\text{eau}} \quad (3)$$

Avec :

$d_{\text{éch}}$: La densité de l'échantillon.

d_{eau} : La densité de l'eau.

m_1 : La masse du pycnomètre plein de liquide (l'eau). (g)

m_2 : La masse de l'échantillon seul. (g)

m_3 : La masse du pycnomètre plein de liquide avec l'échantillon immergé. (g)

II.2.4. Préparation des composites PVC/fibre du papier journal

La préparation des différents composites PVC/PJB et PVC/PJD a été réalisée au sein de l'entreprise Groupe Industriel des Plastiques & Caoutchoucs (ENPC) à Alger en adoptant le plan de fabrication suivant :

II.2.4.1. Mélangeur à cylindre (DRY BLEND)

Le PVC et ses additifs (Plastifiant (DOP), stabilisant thermique (Ca/Zn) et lubrifiant (acide stéarique)) ont été mélangés dans un mélangeur de marque PAPANMEIER, type LOHER tournant à une vitesse de 2000 à 3000 tr/min et à une température ne dépassant pas les 100°C pendant 10 mn. On obtient un mélange sec appelé PVC « compound : PVC vierge + additifs ».

La composition massique du PVC compound est donnée dans le tableau II.7.

Tableau II.7 : Composition massique du PVC compound.

Produit	Résine de PVC	DOP	Ca/Zn	Acide stéarique
Teneur (%)	50	44	4	2

II.2.4.2. Broyage du papier journal

Le papier journal brut et le papier journal désencré ont été broyés en utilisant un moulin à café.

Les charges obtenues sont montrées sur la figure II.3.

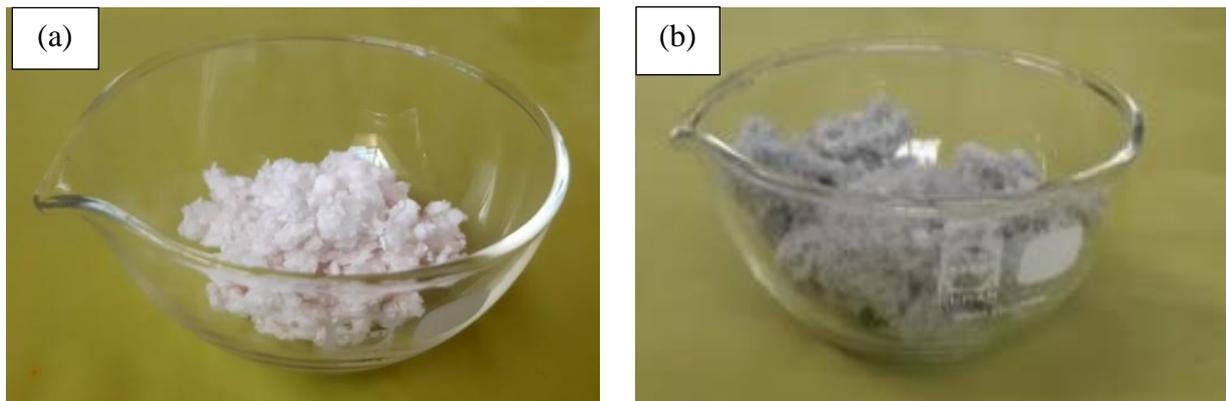


Figure II.3 : (a) Papier journal désencré et (b) papier journal brut.

II.2.4.3. Moulage par compression

Différentes formulations à base du PVC, PVC/PJB et PVC/PJD ont été élaborées en utilisant une presse de marque (DARRAGON) (figure 2.4).

Le mélange PVC/fibre est introduit dans un moule (dimension $240 \times 165 \times 2 \text{ mm}^3$) entre deux feuilles métalliques à une température de 155°C sans pression au départ pour un préchauffage pendant 5 minutes, ensuite on augmente la pression de la presse jusqu'à 200 bar et on lance le refroidissement instantanément pendant 10 minutes. Enfin, on retire le moule de presse et un second refroidissement de feuille est réalisé avec de l'eau.



Figure II.4 : Moulage à presse.

Des plaques de dimensions de $240 \times 165 \times 2$ mm sont obtenues (figure II.5) et qui serviront pour le découpage d'échantillons pour servir dans les différents tests de caractérisation.



Figure II.5 : Plaque obtenue par compression.

Le découpage des plaques a été réalisé par un emporte-pièce normalisé (figure II.6.a) sous forme d'haltères (figure II.6.b).

Les plaques ainsi obtenues sont par la suite découpées par un emporte-pièce normalisé (figure II.6) sous forme d'haltères pour servir dans les différents tests de caractérisation.

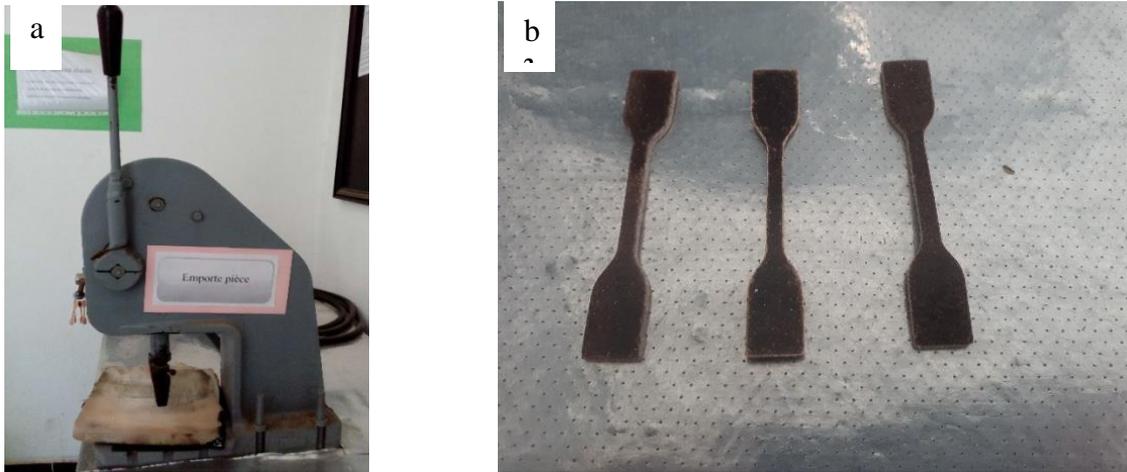


Figure II.6 : (a) Emporte-pièce, (b) Les éprouvettes.

La composition massique des différentes formulations élaborées est donnée dans le tableau II.8.

Tableau II.8 : Composition massique des différentes formulations.

Formulation	F0	F10	F20	F30
Produits (%)				
PVC compound	100	90	80	70
PJB	0	10	20	30
PJD	0	10	20	30

II.3. Techniques de caractérisation

Pour cette partie on s'intéressera aux différentes méthodes d'analyse et de caractérisation des échantillons à savoir :

- Propriétés mécaniques : test de traction et de dureté shore D.
- Propriétés physiques : densité et absorption d'eau.
- Analyse spectrale par Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF).

II.3.1. Propriétés mécaniques

II.3.1.1. Test de Traction

L'essai de traction permet d'évaluer la résistance mécanique d'un matériau et d'accéder à ces propriétés élastiques de rigidité et de rupture via la détermination de certains paramètres tels que le module d'Young, l'allongement et la résistance à la traction. L'essai de traction a été effectué au niveau du laboratoire de l'entreprise privée des câbles électriques « CABEL » sur une machine de marque MTS Criterion selon la norme NFC 32-200, pilotée par ordinateur à l'aide d'un logiciel de type TXW. Les éprouvettes subissent un étirement sous une vitesse constante (50 mm/mn) (figure II.7).

Ce test nous permet d'obtenir : le module d'Young, la contrainte à rupture et l'allongement à la rupture.



Figure II.7 : Dynamomètre de type MTS.

II.3.1.2 Test de Dureté Shore D

La mesure de la dureté shore D a été réalisée au niveau de laboratoire de l'entreprise privée des câbles électriques « CABEL », à Alger. Cet essai a pour objet de mesurer la dureté des matières plastiques et d'élastomères et de donner un aperçu sur les propriétés de surface du matériau selon la norme NF T51-109. Le duromètre Shore D (figure II.8) est constitué d'un pénétrateur (une aiguille pointue en acier) chargé par ressort, dont la profondeur de pénétration élastique constitue la mesure de la dureté Shore du matériau. Cette dureté est mesurée sur une échelle de 0 à 100. Plus le nombre est élevé, plus le matériau est dur et donc moins souple. L'essai consiste à soumettre un effort tendant à enfoncer l'aiguille pointue en acier (poinçon) sur un échantillon. Les essais de dureté sont très utilisés en raison de leur simplicité et de leur caractère peu destructif.



Figure II.8 : Duromètre Shore D.

II.3.2. Propriétés physiques

II.3.2.1. Test de densité

La densité a été déterminée au niveau de l'entreprise « CABEL » en utilisant un densimètre modèle DSM (figure II.9). Le principe du fonctionnement de ce densimètre consiste en la mesure de la poussée d'Archimède exercée sur le volume d'échantillon qui était normalisé de tel sorte que cette plaque soit carrée et de poids entre 4.5 et 5 grammes (figure II.10) immergé dans l'eau distillée à une température de 23 °C.



Figure II.9 : Densimètre de type DSM.



Figure II.10 : Plaque rectangulaire normalisée.

II.3.2.2. Test d'absorption d'eau

Ce test a été réalisé au niveau de laboratoire du génie chimique de l'Ecole Nationale Polytechnique, Alger selon la norme NF 51-022. Avant d'effectuer ce test, les disques (diamètre=52 mm et d'épaisseur=2 mm) ont été séchées dans une étuve à 50 °C pour éliminer l'humidité absorbé, on les laisse refroidir dans un dessiccateur et on les pèse (m_0) avec une balance analytique de précision 0.0001 g. Ensuite on les immerge dans de l'eau distillée à une température de 23 °C. Chaque 24h, on fait un prélèvement, on enlève toute l'eau superficielle avec du papier absorbant et on les pèse de nouveau (m). L'opération continue jusqu'à ce que la masse (m) se stabilise. Pour chaque formulation, deux disques ont été testés.

Le pourcentage (ou la variance) de la masse est donnée par la formule suivante :

$$\Delta m (\%) = \frac{m - m_0}{m_0} \times 100 \quad (4)$$

Avec :

m_0 : La masse initiale des échantillons (g).

m : La masse des échantillons (g) après un temps t (jours).

Δm : la variation de la masse.

La figure II.11, illustre le test d'absorption d'eau des différents échantillons.

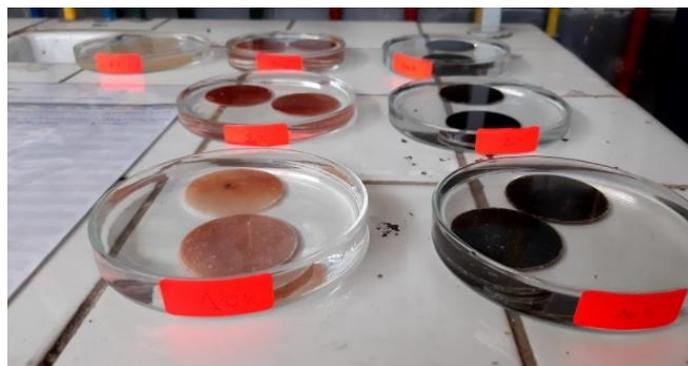


Figure II.11 : Test d'absorption d'eau.

II.3.3. Analyse spectrale par IRTF-ATR

La composition chimique et structurale des fibres du papier journal est obtenue à la température ambiante au moyen de la technique de la spectroscopie Infra-Rouge à Transformé de Fourier par une Réflexion Totale Atténuée (IRTF-ATR). L'équipement utilisé est de marque

« Perkin-Elmer ». Il est piloté par ordinateur équipé du logiciel de traitement « Perkin Elmer Spectrum ». La résolution est de 4 cm^{-1} dans une gamme spectrale de $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$.

Pour la préparation des échantillons, les faisceaux de fibres ont été coupés puis broyés afin d'obtenir une poudre. Cette dernière est placée sur cristal ATR de la machine et introduite avec précaution à l'intérieur de la chambre d'analyse.



Figure II.12: Spectroscopie IRTF-ATR.

II.3.4. Test de morphologie (microscopie optique)

La microscopie optique est basée sur les interactions de la lumière avec la surface d'un spécimen observable. L'information est véhiculée à travers un système optique composé de lentilles permettant de visualiser des objets ou des détails invisibles à l'observation directe par l'œil.

Les tests de morphologie des différents échantillons, ont été réalisés au sein du département de génie de l'environnement à l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger, grâce à un Microscope optique lié au logiciel Optika.



Figure II.13 : Microscopie optique.

Chapitre III

Résultats et discussion

Chapitre III : Résultats et discussion

III.1. Caractérisation de la fibre du PJB et du PJD

Ce chapitre se compose de deux parties, dans la première sont donnés les différents résultats de la caractérisation des fibres du papier journal brut et désencré.

La deuxième partie est consacrée à la discussion des résultats de caractérisation des composites PVC/FPJB et PVC/FPJD.

III.1.1. Caractérisation physico-chimique

Cette première partie rassemble les différents résultats de la caractérisation physico-chimique de la fibre du papier journal brut (PJB) et de la fibre du papier journal désencré (PJD).

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau III.1 : Caractéristiques physico-chimiques de la fibre du PJB et du PJD.

Charge Caractéristiques	PJB	PJD
Densité	0,65	0,90
Taux de matière sèche (%)	93,35	86,14
Taux d'humidité (%)	6,65	13,86

La teneur en matière sèche enregistrée est de 93,35% et de 86,14% pour le PJB et le PJD respectivement. Le résultat du taux d'humidité a montré que le PJD est plus humide que le PJB, dont les valeurs sont 13,86% et 6,65% respectivement. Cela, est probablement due au traitement du papier journal avec une solution aqueuse.

D'après ces résultats, on peut conclure que la fibre du papier journal utilisée pour notre étude est très riche en matière sèche avec un taux d'humidité faible. Ce résultat est en accord avec d'autres travaux de recherche sur une analyse physico-chimiques du papier journal [40]. Nous avons constaté aussi que la fibre du papier journal étudiée a une faible densité, qui a augmenté après le désencrage. Ce résultat est expliqué par le traitement de la fibre du papier journal. En effet, le traitement alcalin élimine la majeure partie des contenue moins dense telle que l'hémicellulose, la lignine et les autres extractibles dans les fibres cellulosiques, ce qui engendre une augmentation de la teneur en α -cellulose qui est plus dense que les autres constituants.

La composition chimique des fibres du papier journal a été déterminée par **Ramesh et al.** [46]. Des taux de 51, 19, 16 et 8% en cellulose, en hémicellulose, en lignine et en humidité respectivement ont été trouvés.

III.1.2. Analyse spectroscopique (IRTF-ATR)

La figure III.1 montre les spectres IRTF enregistrés sur les fibres du PJB et PJD. D'après cette figure, on constate la bande caractéristique des groupements hydroxyles de la fibre du papier journal située entre $3600-3000\text{ cm}^{-1}$, et l'aire de ce pic est plus intense pour la fibre du la PJB. Ceci est assigné à la diminution de la concentration des groupements hydroxyles après le désencrage avec NaOH. Ce résultat est similaire à celui trouvé par **N. Ferrer et al** [47], qui a attribué cette diminution à l'élimination de l'encre qui présente une bande d'absorption à 3373 cm^{-1} .

Par ailleurs, une diminution de l'intensité de plusieurs bandes a montré que le désencrage élimine une quantité de l'hémicellulose et de la lignine :

A 2920 cm^{-1} , qui peut être assigné aux vibrations d'élongation asymétrique des liaisons C-H du groupe CH_2 .

A $1500-1400\text{ cm}^{-1}$, qui peut être assigné aux vibrations du cycle aromatique.

A $1235-1270\text{ cm}^{-1}$, qui peut être assigné Vibration de déformation asymétrique des liaisons C-H du cycle aromatique.

A 1039 cm^{-1} , qui est peut-être assigné aux vibrations de déformation des liaisons C-O-C de la cellulose et de l'hémicellulose.

A 600 cm^{-1} , qui est peut-être assigné aux vibrations d'élongation des hydroxyles O-H hors plan des polysaccharides.

Fávaro et al [48], ont constaté la disparition des bandes à 1730 et 1245 cm^{-1} , attribués aux vibrations des groupes C=O et C-O, respectivement, après le procédé de mercerisage des fibres de sisal, ces groupes sont présents dans les structures de lignine et d'hémicelluloses.

Nous observons également une diminution de la bande à 1434 cm^{-1} qui peut être assigné au groupement CH_2OH de l'encre. **Senvaitiene et al** [49], ont remarqué la présence d'une bande entre 3000 et 3700 cm^{-1} et une autre entre 1380 et 1450 cm^{-1} dans le spectre IRTF de l'encre, qui correspondent respectivement à la présence d'eau absorbée par l'encre et les groupements $\text{CH}_2\text{-OH}$ respectivement.

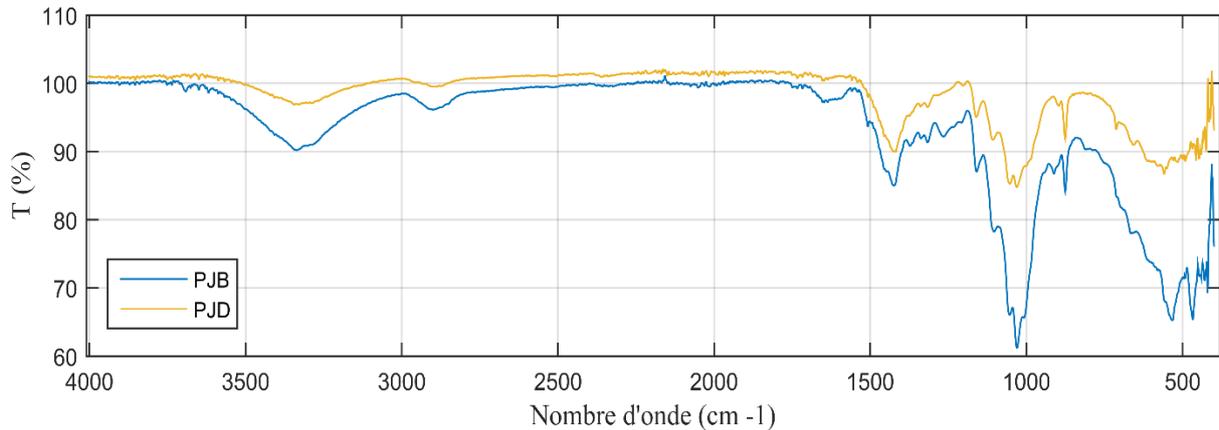


Figure III.1 : Spectres IRTF-ATR de la fibre du papier journal brut et désencré.

Les différentes bandes d'absorption qui peuvent apparaître dans le spectre IRTF pour les fibres lignocellulosiques sont résumées sur le tableau III.2.

Tableau III.2 : Bandes d'absorption enregistrées pour la fibre lignocellulosique [50].

Nombre d'onde cm^{-1}	Type de vibration
3200-3600	Vibration d'élongation des hydroxyles O-H.
2880-2890	Vibration d'élongation asymétrique et symétrique des groupements C-H du groupe C-H ₂ .
1600-1650	Vibration d'élongation des hydroxyles O-H de l'eau.
1440-1460	Vibration d'élongation du cycle aromatique.
1168	Vibration de déformation symétrique des liaisons C-O-C de la cellulose et de l'hémicellulose.
1039	Vibration de déformation des liaisons C-O de la cellulose
750-850	Vibration d'élongation des C-Cl du PVC

III.1.3. Analyse morphologique (microscopie optique)

Les figures III.2 et III.3 montrent les images prises au microscope optique des fibres du PJB et PJD respectivement avec différents grossissements, on voit que les fibres du PJB forment des agglomérats avec une orientation aléatoire, par contre les fibres du PJD sont longues et plus claires, ce qui est peut-être dû à l'élimination de la lignine et des autres composants par le traitement chimique. Des images comparables ont obtenues par **Huda et al** [61].

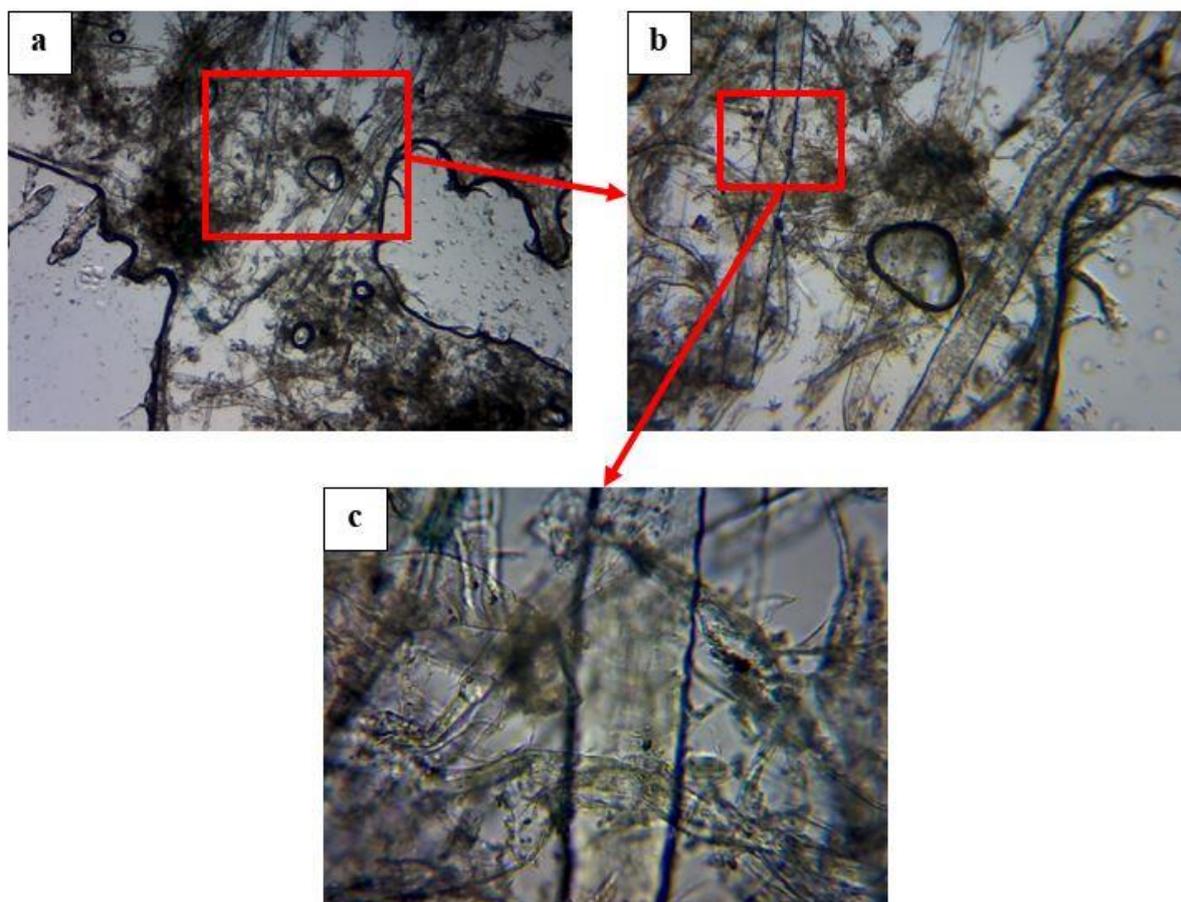


Figure III.2 : Analyse morphologique de la FPJB sous un agrandissement de (a) $\times 4$, (b) $\times 10$ et (c) $\times 40$.

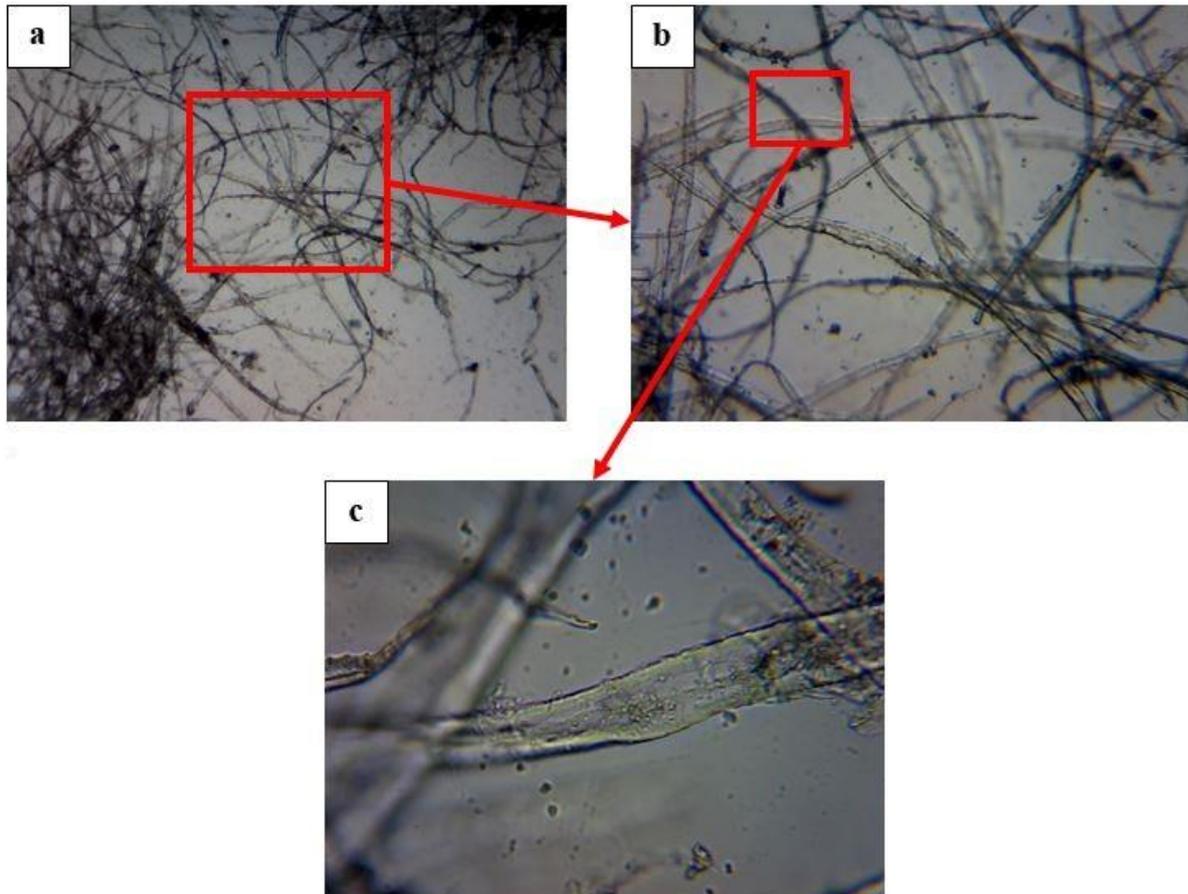


Figure III.3 : Analyse morphologique de la FPJD sous un agrandissement de (a) $\times 4$, (b) $\times 10$ et (c) $\times 40$.

III.2. Caractérisation des composites PVC/PJB et PVC/PJD

III.2.1. Analyse spectroscopique (IRTF-ATR)

La figure III.4, montre les spectres IRTF du PVC et des composites PVC/PJB et PVC/PJD. Les principaux pics d'absorption enregistrés sont :

- Sur le spectre du PVC :
 - Un pic à 614 cm^{-1} a été enregistré qui correspond aux elongations C-Cl,
 - Un pic à 1259 cm^{-1} attribué à la déformation CH,
 - Des pics à 2853 cm^{-1} et 2924 cm^{-1} correspondant aux elongations de CH_2 et CH respectivement.

Ces résultats montrent que ces différentes bandes enregistrées sur le PVC vierge, correspondent à celles données par la littérature [51].

- Sur les spectres des composites PVC/PJB et PVC/PJD, les principaux pics d'absorption obtenus sont :

- Une large bande due à la liaison hydrogène du groupement hydroxyle apparaît autour de 3500 cm^{-1} et qui est caractéristique de la vibration d'élongation des hydroxyles O-H de la fibre.
- Une bande entre 2880 et 2890 cm^{-1} correspondant aux vibrations d'élongation symétrique et asymétrique de la liaison C-H du groupes (-CH₂).
- Des pics entre 1600 et 1650 cm^{-1} sont attribués aux liaisons O-H correspondant à l'eau liée contenue dans la fibre due au caractère hydrophile de la fibre cellulosique. Une bande entre 1440 - 1460 cm^{-1} correspond à la présence des cycles aromatiques.
- Un pic à 1168 cm^{-1} est assigné à l'élongation des groupements éthers (C-O-C) de la cellulose et de l'hémicellulose.
- Une bande à 1039 cm^{-1} qui caractérise les vibrations d'élongation des groupements (C-O) de la cellulose.

La comparaison entre les spectres des composites PVC/PJB et PVC/PJD, montre l'apparition des mêmes pics enregistrés, à l'exception des bandes d'absorption qui sont situées entre 3200 et 3600 cm^{-1} qui correspondent aux vibrations d'élongation des groupements hydroxyles (-OH), qui est caractéristique de la vibration d'élongation des hydroxyles O-H de la fibre.

Nous avons aussi enregistré une diminution de l'intensité des différentes bandes d'absorption du PVC avec l'introduction de la fibre du PJB et du PJD dans cette matrice. Selon **Mindivan et al.** [52] ce résultat est expliqué par le fait que la fibre empêche les vibrations intermoléculaires.

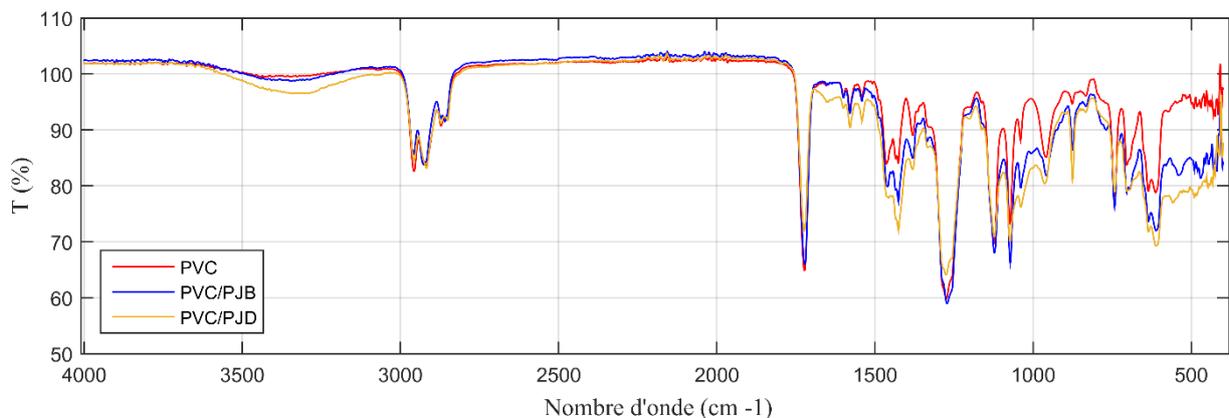


Figure III.4 : Spectres IRTF du PVC et des composites PVC/PJB et PVC/PJD avec 30% de charge.

III.2.2. Caractérisation physique

III.2.2.1. Test de densité

Les résultats du test de densité des matériaux élaborés en fonction du taux de charge de PJB et du PJD sont présentés sur la figure III.5.

La comparaison de ces résultats, montre une légère augmentation de la densité pour les matériaux chargés par rapport au PVC vierge. On remarque aussi que les composites PVC/PJD sont plus denses que les composites chargés avec le PJB. Ce résultat est expliqué par le fait que la densité de la fibre du PJD est supérieure à celle du PJB (tableau III.1).

Certains chercheurs expliquent ce résultat par l'amélioration du renforcement de la matrice par la charge après traitement de la fibre, ce qui donne un matériau plus dense [37].

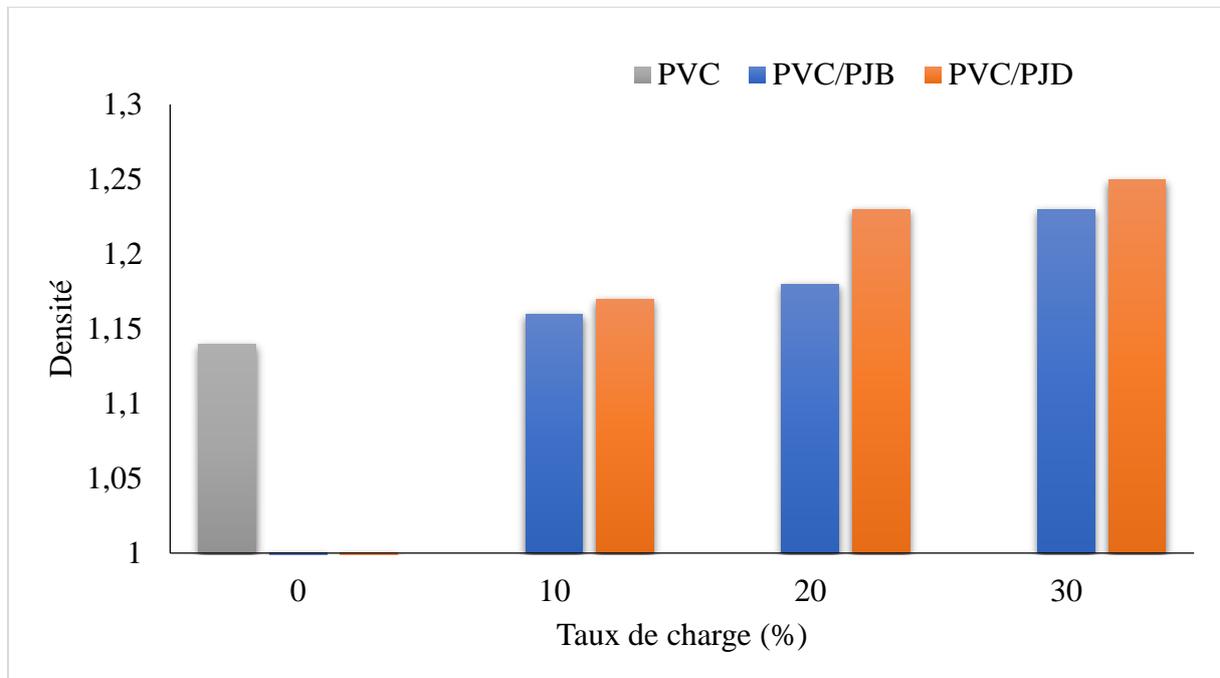


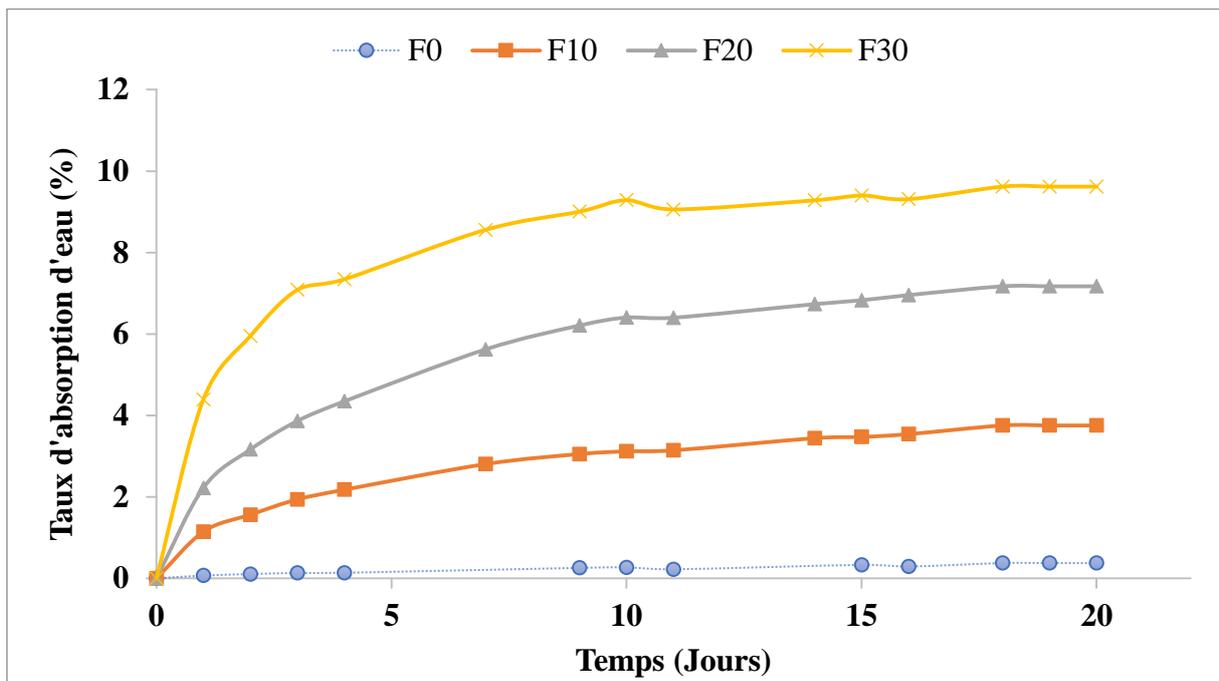
Figure III.5 : Densité du PVC et des composites PVC/PJB et PVC/PJD en fonction du taux de charge.

III.2.2.2. Test absorption d'eau

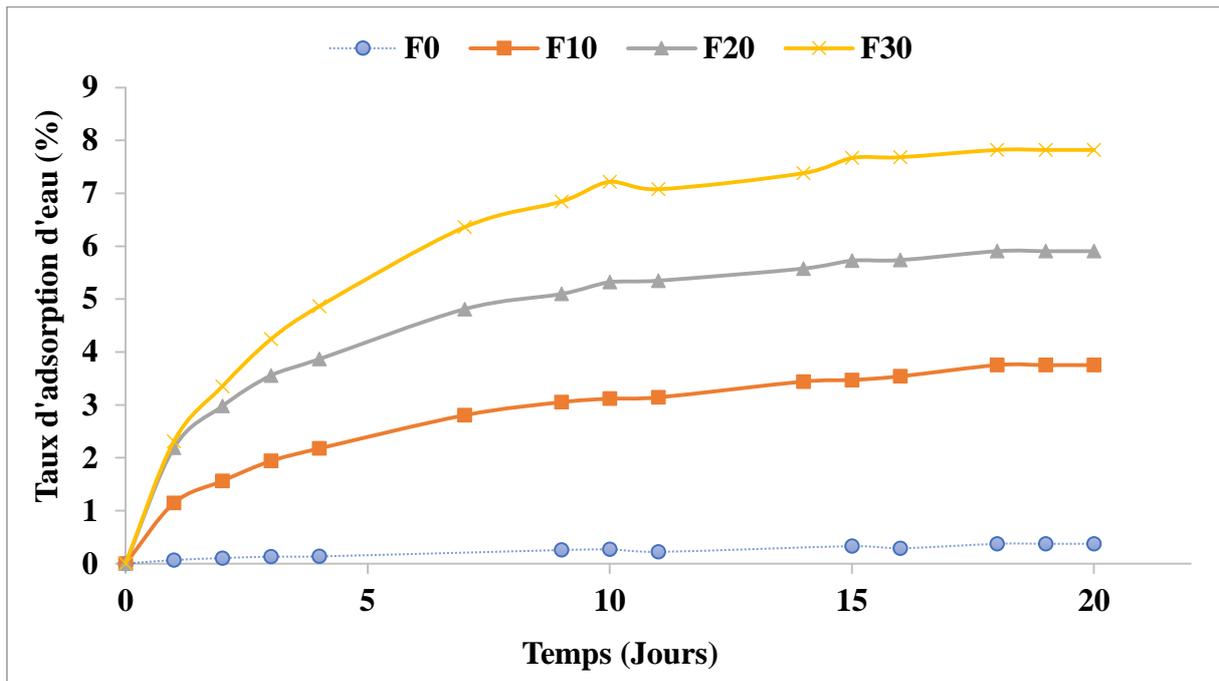
Le problème majeur de l'utilisation des fibres cellulosiques comme charge dans l'élaboration des matériaux composites est lié à leur sensibilité extrême vis-à-vis de l'humidité, qui provoque une diminution des propriétés mécaniques.

Les résultats du test d'absorption d'eau des composites PVC/PJB et PVC/PJD pour les différents taux de charge en fonction du temps d'immersion présentés sur les figures III.6 et III.7 respectivement, montrent que le taux d'absorption augmente avec le temps d'immersion et avec l'accroissement du taux de fibre du papier journal (brut et désencré) dans la matrice. Ce résultat est tout à fait attendu, du fait que la fibre du papier journal est fortement riche en groupement hydroxyles qui forment avec les molécules d'eau des liaisons hydrogènes. Donc plus le taux de charge est élevé plus la concentration en OH s'accroît et par conséquent le taux d'absorption d'eau devient plus important. De ce fait on peut dire que la présence des fibres est à l'origine de l'augmentation de la sensibilité à l'eau des composites élaborés.

On remarque aussi que la vitesse d'absorption d'eau des échantillons est rapide dans l'intervalle du temps [0-4 jours], puis elle diminue en fonction du temps jusqu'à la saturation où le taux d'absorption d'eau devient constant pendant quelques jours. Ces résultats sont en accord avec d'autres travaux de recherche [53].

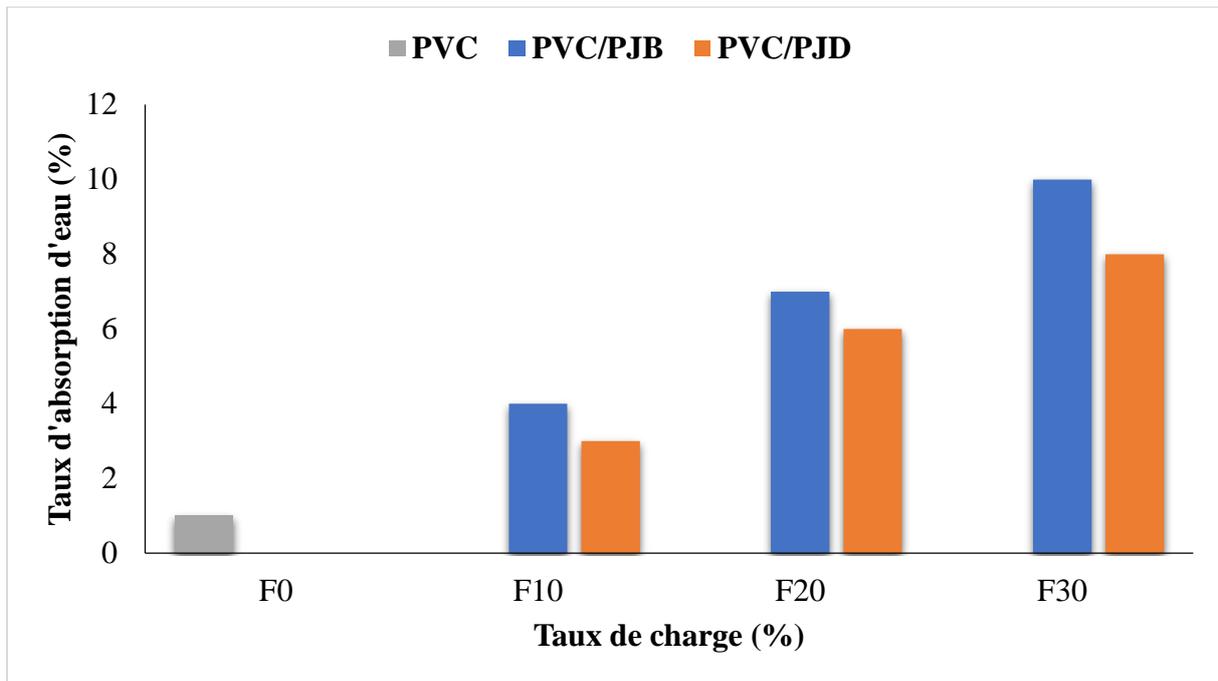


Figures III.6 : Taux d'absorption d'eau du PVC et des composites PVC/PJB pour des taux de charge 10, 20 et 30% en fonction du temps.



Figures III.7: Taux d'absorption d'eau du PVC et des composites PVC/PJD pour des taux de charge 10,20 et 30% en fonction du temps.

En comparant l'absorption d'eau des différents composites (figure III.8), on voit clairement que le taux d'absorption des composites à fibre de PJB est plus élevé que celui des composites chargés avec la fibre du PJD. Une diminution de 0.30, 1.27 et 1.80% est enregistrée sur les matériaux chargés avec 10, 20 et 30% respectivement en fibre de PJD par rapport aux composites chargés avec la fibre brute pour les mêmes taux de charge. Cela, est expliqué par la réduction du caractère hydrophile de cette fibre après le désencrage avec NaOH. Plusieurs chercheurs ont trouvé des résultats similaires après traitements des fibres par NaOH [53].



Figures III.8: Taux d'absorption d'eau du PVC et des composites PVC/PJB et PVC /PJD en fonction du taux de charge.

III.2.3. Caractérisation mécanique

III.2.3.1. Test de traction

III.2.3.1.1. Contrainte à la rupture

La variation de la contrainte à la rupture des composites PVC/PJB et PVC/PJD en fonction du taux de charge est donnée sur la figure III.9. Ce paramètre tend à diminuer lorsqu'on ajoute les fibres du PJB et du PJD dans la matrice. Cette diminution est peut-être due au non renforcement de la matrice par la charge. On a aussi constaté que plus le taux de charge augmente, plus ce paramètre diminue ce qui peut être expliqué par la tendance des fibres du PJB et du PJD à se regrouper en formant des agglomérats qui induisent des hétérogénéités et un transfert de contrainte non uniforme au sein de la matrice, par conséquent il se produit une fragilisation du matériau.

Ces résultats sont prévisibles et sont en accord avec beaucoup de travaux de recherches [54, 55].

Ces résultats montrent aussi que de meilleures propriétés mécaniques (contrainte à la rupture), sont enregistrées pour la matrice renforcée avec le PJD. Cela peut être expliqué par une meilleure adhérence interfaciale entre le PVC et le PJD par rapport au PJB, dû au fait que

le PJB est plus hydrophile que le PJD comme il a été montré par l'analyse IRTF (Fig. III.4) et le test d'absorption d'eau (Fig. III.8).

Ces résultats sont en parfaite accord avec la littérature. **Threepopnatkul et al.** [56] ont travaillé sur les composites PVC/fibre de feuille d'ananas. La résistance à la traction des composites à fibre traitée avec NaOH est supérieure à celle des composites à fibre non traitée.

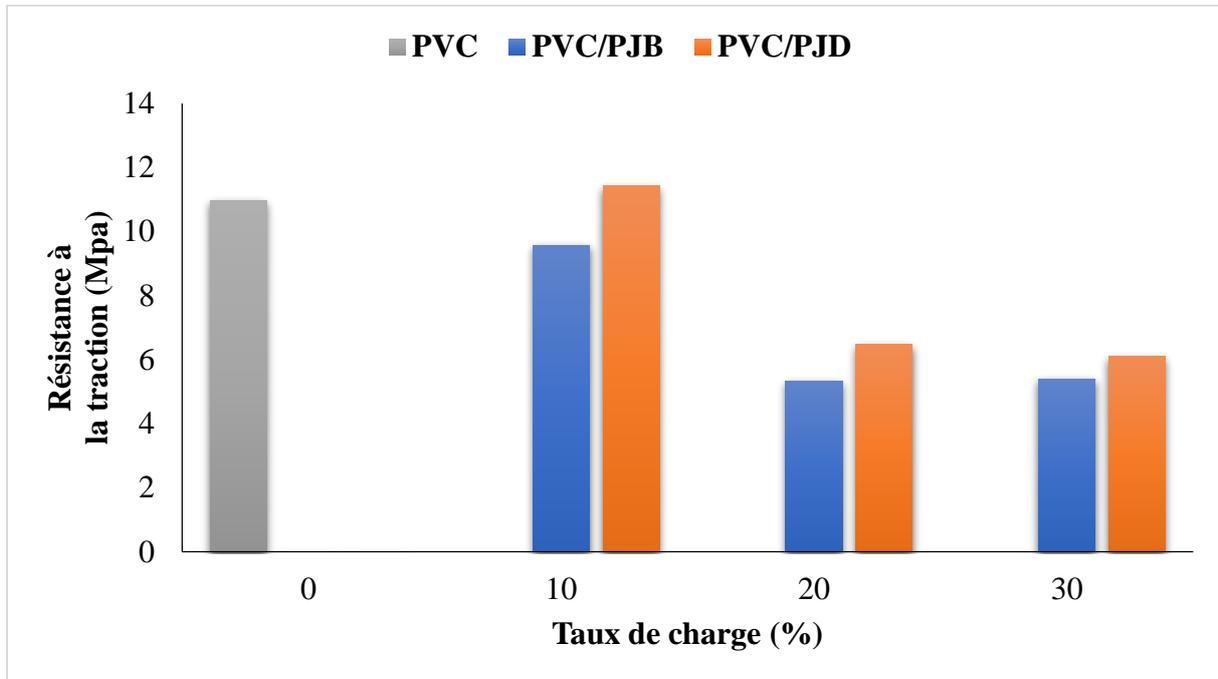


Figure III.9 : Résistance à la traction du PVC et des composites PVC/PJB et PVC/PJD en fonction du taux de charge.

III.2.3.1.2. Allongement à la rupture

La figure III.10, illustre l'évolution de l'allongement à la rupture du PVC et des composites PVC/PJB et PVC/PJD pour des taux de charge de 10, 20 et 30%. On remarque que la tendance de l'ensemble des formulations en fonction du type et du taux de charge est caractérisée par une baisse importante de l'allongement en le comparant à celui du PVC vierge. En effet l'allongement passe de 283,41% pour le PVC vierge à 134,19% et 99,12% pour les composites PVC/PJB et PVC/PJD (10% en charge) respectivement. Ces observations sont expliquées par l'amélioration de l'adhésion entre la matrice et les renforts. En effet les fibres forment des agrégats rigides qui vont être le lieu de concentrations de contraintes et d'amorçage de fissures entraînant la rupture prématurée du matériau. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par **Luz et al.** [57], qui ont travaillé sur les composites PP/fibre cellulosiques.

Abdul khalil et al. [58], ont constaté que les fibres de coco acétylées présentent une diminution de l'allongement par rapport à la fibre non modifiée pour le même taux de charge. Ils ont expliqué cette diminution par le fait que les fibres acétylées sont plus rigides que les fibres non traitées.

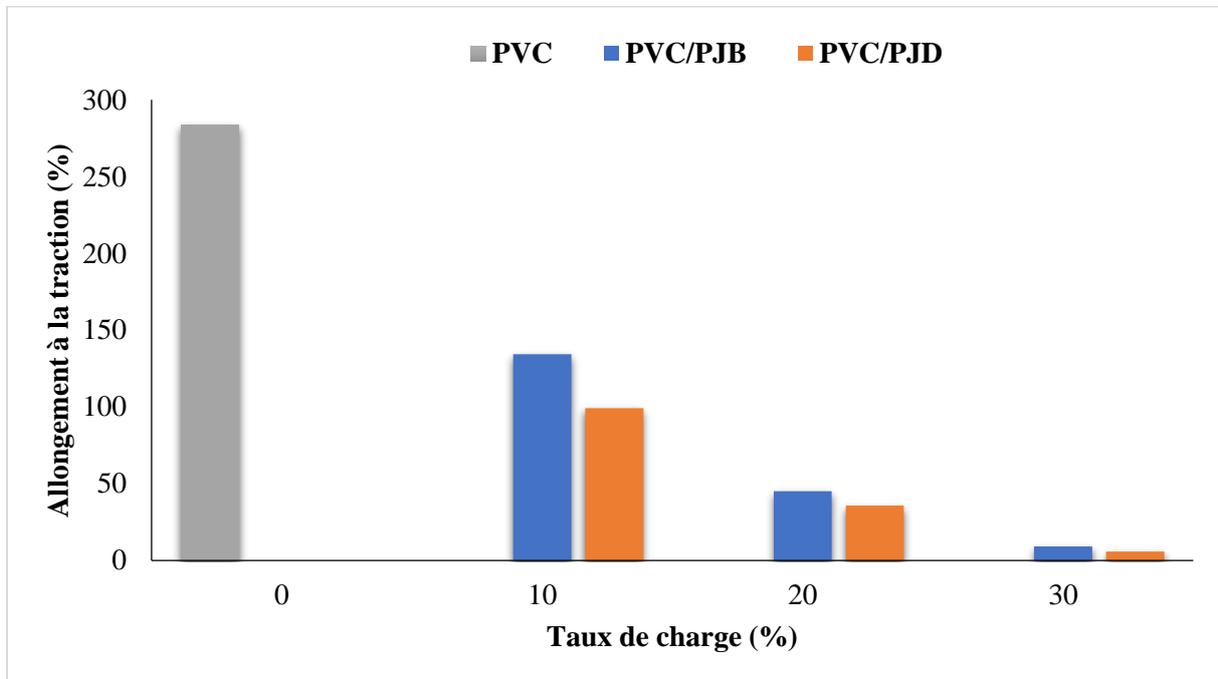


Figure III.10 : Allongement à la rupture du PVC et des composites PJB/PVC et PJD/PVC en fonction du taux de charge.

III.2.3.1.3. Module d'Young

Les résultats de l'évolution du module d'Young en fonction du taux et de type de la charge sont illustrés sur la figure III.11. Ces résultats, montrent que l'introduction du PJB et du PJD dans la matrice PVC, augmente la rigidité des matériaux qui se traduit par l'augmentation du module d'Young avec l'augmentation du taux de charge. Cela est expliqué par le fait que la fibre du papier journal est plus rigide que le PVC, ce qui induit à une rigidité plus élevée des matériaux chargés avec ces renforts.

Ces résultats montrent aussi que l'introduction du PJD dans la matrice, donnent des matériaux plus rigides par rapport à ceux renforcés avec le PJB.

Ce résultat est en accord avec les travaux de Matuana et al. [59], qui ont enregistré une augmentation du module d'Young des composites PVC/Fibre de papier journal après le traitement de la fibre par NaOH. En effet, le traitement alcalin élimine la majeure partie de la

lignine et de la cire qui ont un caractère malléable. Cela conduit à l'augmentation de la teneur en cellulose qui a un caractère rigide.

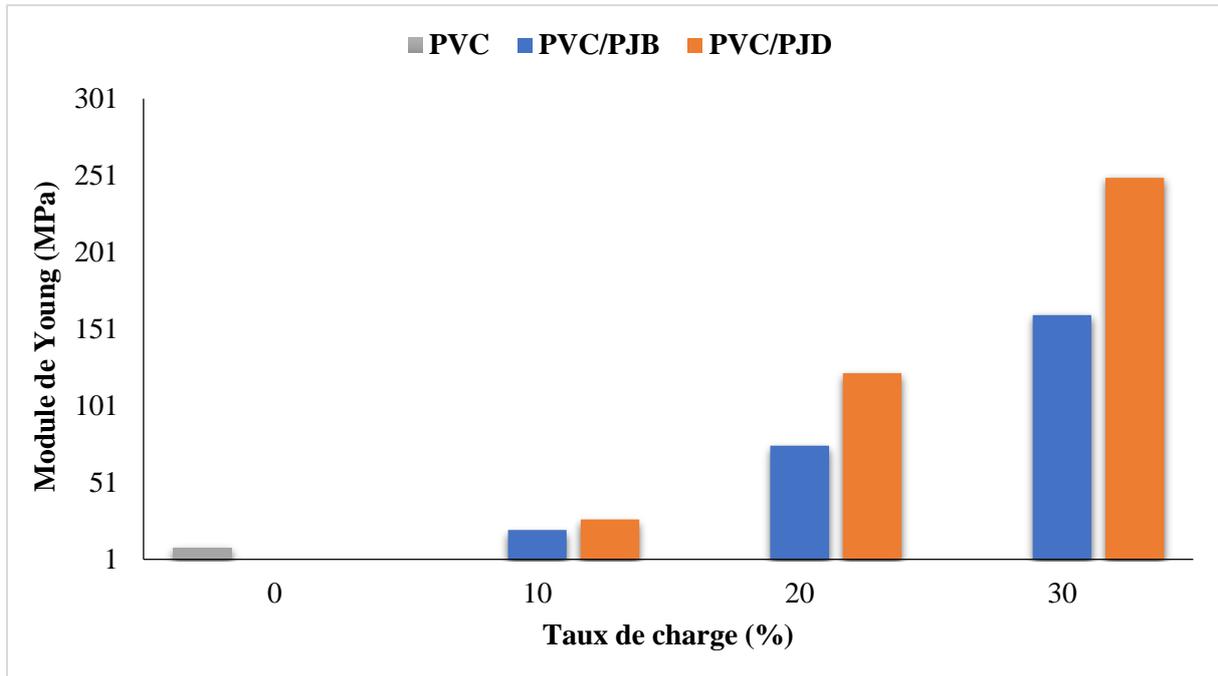


Figure III.11 : Module d'Young du PVC et des composites PJB/PVC et PJD/PVC en fonction de taux de charge.

III.2.3.2. Test de dureté

L'évolution de la dureté des différents échantillons chargés avec le PJB et le PJD pour les différents taux de charges est donnée sur la figure III.12.

On voit que la dureté augmente avec l'augmentation du taux de charge en PJB et PJD par rapport au PVC vierge. Ce résultat est prévisible, car la fibre du papier journal est constituée de microfibrilles de cellulose qui est classée parmi les fibres dures ce qui se traduit par la difficulté de la pénétration de l'aiguille du duromètre dans le matériau composite.

On a aussi constaté que les composites préparés avec le PJD sont plus durs, ce qui est expliqué par le désencrage du papier journal avec NaOH qui élimine la lignine et la cire de la fibre et ne laisse que la cellulose qui a un caractère dur et rigide [60].

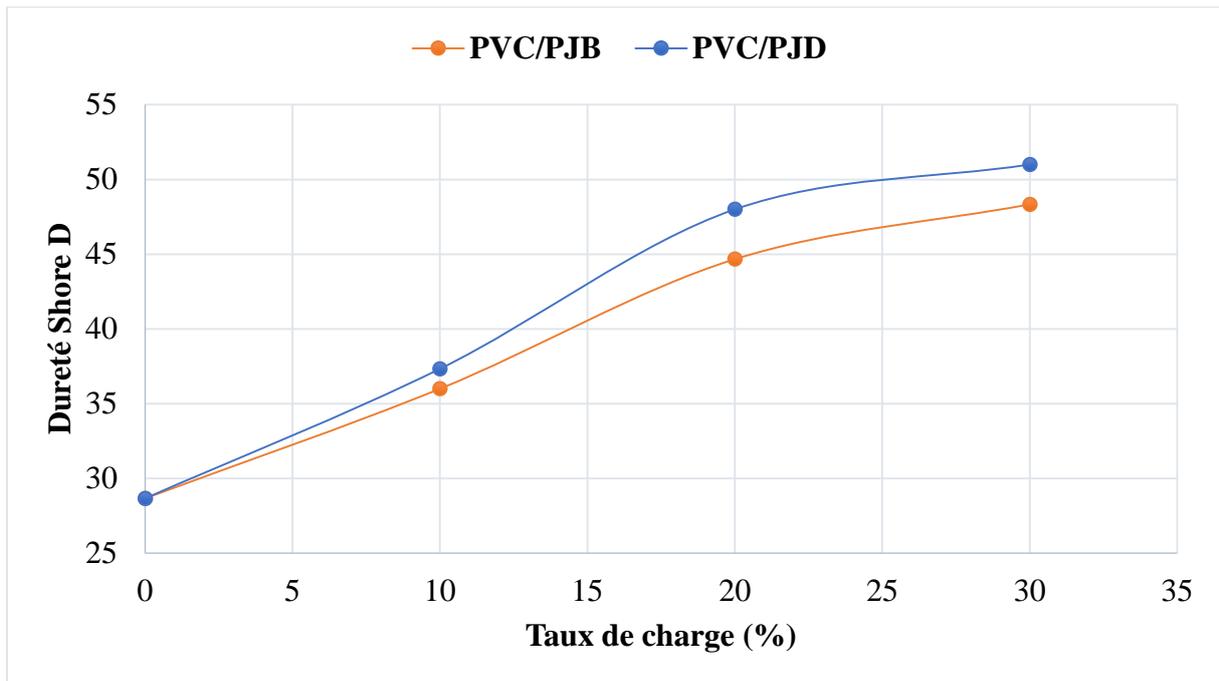


Figure III.12: Dureté du PVC et des composites PJB/PVC et PJD/PVC en fonction de taux de charge.

III.2.4. Analyse morphologique (microscopie optique)

La figure III.13 montre l'état de surface du PVC, PVC/PJB et PVC/PJD avec un taux de charge de 10% prise au microscope optique avec un grossissement 10x. On voit que l'introduction des fibres du PJD rend la surface plus lisse et plus homogène, par rapport à celle des composites PVC/PJB. Cela, peut être expliqué par une meilleure dispersion des fibres sur la matrice après traitement chimique, en remplissant les vides à la surface du PVC

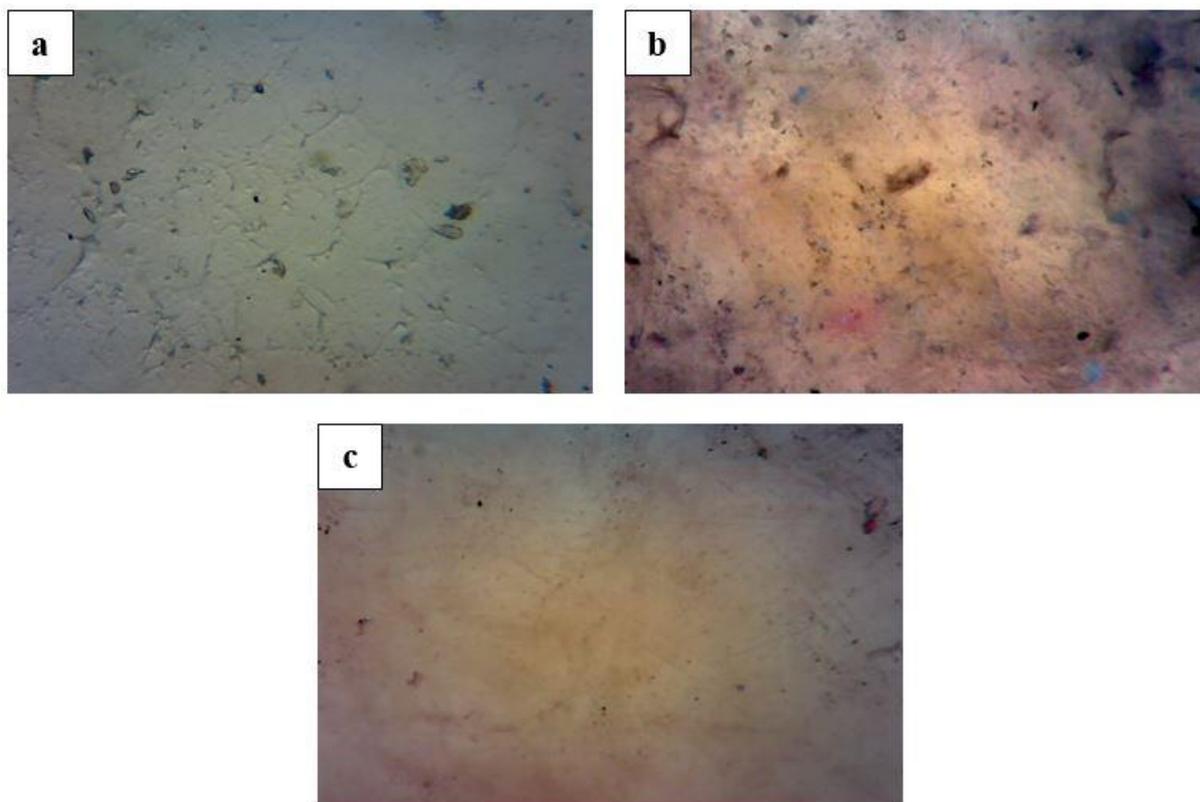


Figure III. 13 : Analyse morphologique du PVC, PVC/PJB et PVC/PJD avec un taux de charge de 10% (agrandissement $\times 10$).

Conclusion générale

Conclusion générale

L'étude réalisée dans ce travail avait pour objectif d'élaborer des composites à base de polychlorure de vinyle (PVC) renforcé par la fibre du papier journal. Nous nous sommes intéressés particulièrement à l'effet du désencrage du papier journal sur les propriétés physico-mécaniques des composites PVC/fibre du papier journal. Par ailleurs, un désencrage de ce papier avec une solution de NaOH a été choisi. La mise en évidence du désencrage a été examinée par l'analyse IRTF-ATR et l'impact de ce traitement sur les propriétés physico-mécaniques des composites a été de même étudié.

Compte tenu des résultats obtenus, on peut conclure que :

➤ **Caractérisation des fibres du PJB et du PJD :**

Après désencrage du papier journal :

- La densité et le taux d'humidité ont augmenté et le taux de la matière sèche a diminué.
- Les résultats en infrarouge ont montré que la structure de la fibre du papier journal a changé après désencrage. Cette modification a été montrée par la diminution de la bande à 1434 cm^{-1} qui correspond au groupement -OH et des bandes d'absorptions d'intensité moyenne pour le PJD situées aux environs de 1740 cm^{-1} , 1520 cm^{-1} , 1260 cm^{-1} .

➤ **Caractérisation des composites PVC/PJB et PVC/PJD :**

- L'analyse par IRTF-ATR nous a permis d'étudier séparément la structure de la matrice et celles des différents composites pour les différentes formulations et d'identifier la nature des interactions entre les différents composants. D'après cette analyse, nous avons constaté qu'il n'y a que des interactions physiques entre les différents constituants.
- Le désencrage a affecté la densité des composites pour les différents taux de charges.
- Le taux d'absorption d'eau des composites augmente avec l'augmentation du taux de charge et du temps d'immersion dans l'eau.
- L'étude des propriétés mécaniques a montré que :
 - La contrainte et l'allongement à la rupture des composites PVC/PJB et PVC/PJD diminuent avec l'augmentation du taux de charge par rapport au PVC vierge. Ces deux propriétés ont également enregistré une augmentation pour les composites PVC/PJD par rapport à ceux préparés avec le PJB.
 - Le module d'Young des composites, augmente avec l'augmentation du taux de charge. Une amélioration de cette propriété est enregistrée après le désencrage du papier journal.

- La dureté des composites a augmenté après le désencrage du PJB.

Tenant compte des propriétés mécaniques obtenues sur les composites PVC/PJB et PVC/PJD, nous concluons que c'est le composite chargé de 30% de fibres traitées qui offre le meilleur comportement, en termes de rigidité, comparé à celui du PVC et des autres composites chargés de 10% et 20 %.

- Les fibres du PJD améliorent l'état de surface des composites, en les rendant plus lisses et plus homogènes par rapport aux fibres du PJB.

La formule optimale serait un compromis entre toutes les propriétés du matériau composite en tenant compte de l'utilisation envisagé qui va dicter des niveaux de désirabilité pour les spécifications du matériau.

Perspectives

Il serait intéressant de poursuivre cette recherche en utilisant d'autres techniques (MEB, ATG, DRX,...) pour caractériser les composites élaborés.

Ce travail doit être aussi complété par une étude technico-économique.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] **MURYEL, Jacque.** La crise du plastique en dix graphiques [en ligne]. [Consulté le 27/05/2021]. Disponible à l'adresse : <https://www.lesechos.fr/industrie-services/energie-environnement/la-crise-du-plastique-en-dix-graphiques-1181798>.
- [2] **SYLVAIN, Hallynck.** Elaboration et caractérisation de composites chargés en ferrite spinelle à morphologie contrôlée pour utilisations micro-ondes. Thèse doctorat, Université Strasbourg I – Louis Pasteur 2005.
- [3] **KIM, Hee-Soo. LEE, Byoung-Ho. LEE, Sena. KIM, Hyun-Joong. DORGAN, John R.** J Therm Anal Calorim 104,331–338, 2011.
- [4] **ISADOUNENE, Samra. KHALIFI, Sabrina.** Effet d'Agents Compatibilisants sur les Propriétés des Composites PVC/Farine de Bois. Mémoire de master II: Génie des Procédés. Béjaïa : Université A. MIRA, 2013. 240 p.
- [5] **LANIER, Saphia.** 10 paper waste facts you need to know [en ligne]. [Consulté le 07/06/2021]. Disponible sur l'adresse : <https://blog.eversign.com/paper-waste-facts/>.
- [6] **EI HADJI BABACAR, L.** Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose. Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble (2008).
- [7] **BEGUIN, Jean-Marc. ROTMAN, Gilles. BENTOLILA, Alain. BAROIN, Brigitte.** Les matériaux composites Dynamisme et innovation. Ministère de l'Economie, des Finances et de l'industrie, février (2002).
- [8] **SEYNI, Abdoulaye.** Propriétés physico-chimiques et d'usage de matériaux composites à charge dégradable produits par co-broyage. Thèse de doctorat : Génie des Procédés et Environnement, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2008.
- [9] **NEGRIER, André. RIGAL, Jean Chaudé.** Présentation des matériaux composites. Technique de l'ingénieur A 7790, (1993).
- [10] **ZAPATA-MASSOT, Céline.** Synthèse de matériaux composites par Co-broyage en voie sèche. Caractérisation des propriétés physico-chimiques et d'usages des matériaux. Thèse de Doctorat, l'Institut National Polytechnique de Toulouse (2004).

- [11] **LE, Thai-hung.** Rhéologie et microstructures des matériaux composites à matrice polymère thermodurcissable chargée minéralement et renforcée par des fibres de verre » Thèse de Doctorat, Université Joseph Fourier - Grenoble I (2008).
- [12] **VERGNES, Bruno.** Extrusion - Procédés d'extrusion bivis, 2001, TIB150DUO, n° am3653.
- [13] **AGASSANT, J. AVENAS, P. SERGENT, J. VERGNES, B. VINCENT, M.** La mise en forme des matières plastiques. Technique et Documentation (1996).
- [14] **BELBACHIR, M. MEKKI, H.** Preparation of vinyl chloride-vinyl ether copolymers via partial etherification from PVC, Juin (2007).
- [15] Commission des communautés européennes « Livre vert : Problèmes environnementaux du PVC », Bruxelles, (1999).
- [16] **DUMENT, Jean. GUIGNARD, Jean.** Le PVC et ses applications, p. 19, Nathan, 1996.
- [17] **VERDU, J.** Précis des matières plastiques structure propriété mise en œuvre et normalisation. Paris, (1982).
- [18] **CHRITEN, G. HATAT, D.** Initiation aux matières plastiques. Lavoisier Paris, 1986.
- [19] **CARREGA, Marc.** Matériaux polymères. Édition Dunod, (2007).
- [20] **VIRRIER, Pierre.** Plastifiant. Technique de l'ingénieur Doc. A 3 231, (2000).
- [21] **CARETTE, Louis.** Antistatiques.Lubrifiants. Antichocs. Technique de l'ingénieur Doc. A 3 236, (2000).
- [22] **CARETTE, Louis.** Stabilisant. Technique de l'ingénieur Doc. A 3 232, (2000).
- [23] **TROTIGNON, P. VERDU, J. DOBRACZYNSKI, A. PIPERAUD, M.** Matières plastiques structure-propriétés, mise en œuvre, normalisation. Edition NATHAN, (1996).
- [24] **ALOUI, Foued.** Rôle des absorbeurs UV inorganiques sur la photostabilisation des systèmes bois-finition transparente », Thèse de Doctorat, Université Henri Poincaré Nancy 1, (2006).
- [25] **TABLT, Sarra. DJOUAD, Amira.** Etude de la thermo-dégradation et la stabilisation de polychlorure de vinyle (PVC). Mémoire de licence : Génie des procédés, Université Ferhat ABBAS Sétif 1, 2015.

- [26] **BOST, Jean.** *Matières plastiques : Chimie - applications*, Paris, Technique et documentation, 1980, 1re éd., 437 p. (ISBN 2-85206-068-X), p. 430-436. (2e éd., 1985 (ISBN 978-2-85206-287-0))
- [27] **TABLT, Sarra. DJOUAD, Amira.** Etude de la thermo-dégradation et la stabilisation de polychlorure de vinyle (PVC). Mémoire de licence : Génie des procédés, Université Ferhat ABBAS Sétif 1, 2015.
- [28] **BOUDENNE, A.** Etude expérimentale et théorique des propriétés thermo physiques de matériaux composites à matrice polymère. Université PARIS XII, 2003.
- [29] **MICHAUD, Franck.** Rhéologie de panneaux composites bois / thermoplastiques sous chargement thermomécanique, Aptitude au postformage. Thèse de Doctorat, Université LAVAL, Canada (2003).
- [30] **SEDAN, David.** Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite. Thèse Doctorat, Université de Limoges (2007).
- [31] **SURINI, Thibaud.** Analyse Dynamique de la Biodégradation du Bois et de Composites à Base de Bois et Fibres Végétales. Thèse de Doctorat, Université Bordeaux 1 (2009).
- [32] **THIEBAUD, Sophie.** Valorisation chimique de composés lignocellulosiques : obtention de nouveaux matériaux. Thèse Doctorat Toulouse, (1995).
- [33] **HARRACHE, Rabia.** Elaboration et caractérisation des composites à matrices polymère et à renforts végétal et nanométrique lamellaire. Mémoire de magister : Génie des polymères, Université Ferhat Abbas Sétif 1, 2015.
- [34] **TSERKI, V. ZAFEIROPOULOS, N. SIMON, F. PANAYIOTOU, C.A.** Study of the effect of acetylation and propionylation surface treatments on natural fibres. *Composites : Part A* 36, 1110–1118 (2005).
- [35] « **Papier journal - Définition** » [archive], sur www.imprimeur.com (consulté le 3 Avril 2021).
- [36] **GUEMMOUR, Djamel. OXANDABOURE, Elisabeth.** Blanchiment des pâtes désancrées, novembre (2005).

- [37] **SERRANO, A. ESPINACH, F. TRESSERRAS, T. DEL REY, R. PELLICER, N. MUTJE, P.** Macro and micromechanics analysis of short fiber composites stiffness: The case of old newspaper fibers–polypropylene composites [en ligne]. 2013, vol. 55, pp.319-324. [Consulté le 03/05/2021]. Disponible sur : <https://www.sciencedirect.com/journal/materials-and-design-1980-2015/vol/55/suppl/C>.
- [38] **SEKHAR.** Mechanical and water swelling properties of waste paper reinforced unsaturated polyester composites [en ligne]. 2017, vol. 138, pp.469-478. [Consulté le 03/05/2021]. Disponible sur : <https://www.journals.elsevier.com/construction-and-building-materials>.
- [39] **LOPEZ, J. MUTJE, P. CARAVALHO, A. CURVELO, A. GIRONES, J.** Newspaper fiber-reinforced thermoplastic starch biocomposites obtained by melt processing: Evaluation of the mechanical, thermal and water sorption properties [en ligne]. 2013, vol. 44, pp.300-305. [Consulté le 03/05/2021]. Disponible sur : <https://www.journals.elsevier.com/industrial-crops-and-products>.
- [40] **BAROULAKI, I. KARAKASI, O. PAPPA, G. TARANTILI, P. ECONOMIDES, D. Magoulas, K.** Preparation and study of plastic compounds containing polyolefins and post used newspaper fibers. *Composites: Part A* 37, 1613–1625 (2006).
- [41] **M, Nassar. N, Abdelwahab. R, Elhalawany.** Contribution of polystyrene to the mechanical properties of blended mixture of old newspaper and wood pulp, *Carbohydrate Polymers* 79, 417–421 (2009).
- [42] **C, Baley.** Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. *Technique de l'ingénieur, traité génie des procédés*, Vol. AM5, 2004, pp. 130.
- [43] **ZAMPROGNO, C. HOURÇOURIGARAY, P.** Nautisme et Composites BioSourcés [en ligne], 2012. 31p, disponible sur : http://www.voiles-alternatives.com/documents/mat/Lettre-de-Veille6_nautismeetcomposites-12.pdf
- [44] **FADEL, Ahlem.** Influence des diverses modifications du Genêt d'Espagne sur les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermiques de composites à matrice thermoplastique [en ligne]. Mémoire de magister : Département de Génie des Procédés. Université Sétif 1, 2014. [Consulté le 18/04/2021]. Disponible à l'adresse : <https://mmagister.univ-setif.dz/images/facultes/TEC/2014/FADEL%20Ahlem.pdf>

- [45] **Paul, S. A. Boudenne, A. Ibos, L. Candau, Y. Joseph, K et Thomas, S.** Effect of fiber loading and chemical treatments on thermophysical properties of banana fiber/polypropylene commingled composite materials, *Compos. Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol.39, 2008, pp. 1582–1588. [Consulté le 18/04/2021].
- [46] **KUHAD, Ramesh Chander. MEHTA, Girija. RISHI, Gupta. SHARMA, Krishna Kant.** Fed batch enzymatic saccharification of newspaper cellulose improves the sugar content in the hydrolysates and eventually the ethanol fermentation by *Saccharomyces cerevisiae*. *Biomass and Bioenergy* Volume 34, Issue 8, 2010, Pages 1189-1194.
- [47] **FERRER, Nuria. VILA, Anna.** Fourier transform infrared spectroscopy applied to ink characterization of one-penny postage stamps printed 1841–1880, *Analytica Chimica Acta* 555 161–166 (2006).
- [48] **FAVARO, S.L., GANZERLI, T.A. DE CARVALHO NETO, A.G.V. DA SILVA, O.R.R.F. RADOVANOVIC, E.,** Chemical, morphological and mechanical analysis of sisal fiber reinforced recycled high-density polyethylene composites, *eXPRESS Polymer Letters* Vol.4, No.8, 465-473 (2010).
- [49] **SENVAITIENE, J. BEGANSKIENE, A. KAREIVA, A.** Spectroscopic evaluation and characterization of different historical writing inks, *Vibrational Spectroscopy* 37, 61-67 (2005).
- [50] **NEDJEMA, S. DJIDJELLI, H. BOUKERROU, A. CHIBANI, N.** Effet du désencrage et d'un traitement de surface sur les propriétés mécaniques des composites PVC/fibre de papier journal, *Ann. Chim. Sci. Mater.* 37, 201–214 (2012).
- [51] **SAHI, S. DJIDJELLI, H. BOUKERROU, A.** Valorisation des déchets ligno-cellulosiques pour la préparation d'un nouveau matériau composite PVC/farine des noyaux de dates. *Matériaux & Techniques* 109, 102 (2021).
- [52] **F. Mindivan, M. Goktas,** Green synthesis of reduced graphene oxide (RGNO)/Polyvinylchloride (PVC) composites and their structural characterization, *Mater. Res.* 8, 143–151 (2018).
- [53] **ASHORI, Alireza. SHESHMANI, Shabnam.** Hybrid composites made from recycled materials: Moisture absorption and thickness swelling behavior. *Bioresource Technology* 101, 4717–4720 (2010).

- [54] **DJIDJELI, H, BOUKERROU, A, FOUNAS, R, RABOUHI, A, KACI, M, FARENC, J, VEGA, J, BENACHOUR, D.** Preparation and characterization of poly (vinyl chloride)/virgin and treated sisal fiber composites, *J Appl Polymer Science* 103, 3630-3636 (2007).
- [55] **KACI, M, DJIDJELI, H, BOUKERROU., A, ZAIDI, L.** Effect of wood filler treatment and EBAGMA compatibilizer on morphology and mechanical properties of low-density polyethylene/olive husk flour composites, *Express Polymer Letters*, 467–473 (2007).
- [56] **THREEPOP NATKUL, P, KAERKITCHA, N, ATHIPONGARPORN, N.** Effect of surface treatment on performance of pineapple leaf fiber–polycarbonate composites. *Composites: Part B* 40, 628–632 (2009).
- [57] **LUZ, S, DEL TIO, J, ROCHA, G, GONÇALVES, A, DEL'ARCO, A.** Cellulose and cellulignin from sugarcane bagasse reinforced polypropylene composites: Effect of acetylation on mechanical and thermal properties. *Composites: Part A* 39, 1362–1369 (2008).
- [58] **H, Khalil, A, Abdul. et al.** Acetylated plant-fiberreinforced polyester composites: a study of mechanical, hygrothermal, and aging characteristics. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 2000, vol. 39, no 4, p. 757-781.
- [59] **MATUANA, L, WOODHAMS, R, BALATINECZ, J, PARK, C.** Influence of interfacial interaction on the properties of PVC/ cellulose-fiber composites, *Polymer composites*, vol 19, N° 4, 446-455 (1998).
- [60] **BAROULAKI, L, KARAKASI, O, PAPPAS, G, TARANTILI, P, ECONOMIDES, D, MAGOULAS, K.** Preparation and study of plastic compounds containing polyolefins and post used newspaper fibers. *Composites: Part A* 37, 1613–1625 (2006).
- [61] **M, Huda, A, Drzal, M, Misra.** Physico-mechanical properties of Green composites from polylactic acid (PLA) and cellulose fibers, Michigan State University, (2004).