Caractérisation physico-mécanique d'un composite bois polymère

Jonathan Guidigo

▶ **To cite this version:**

Jonathan Guidigo. Caractérisation physico-mécanique d'un composite bois polymère. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université de Lorraine; Université d'Abomey-Calavi (Bénin), 2017. Français. NNT : 2017LORR0229 . tel-01907728

HAL Id: tel-01907728

https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01907728

Submitted on 14 Jan 2020

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4
Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10
http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php
http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm

Université d'Abomey–Calavi

Ecole Doctorale Sciences de l'ingénieur

Université de Lorraine

Ecole Doctorale Sciences de l'ingénieur

THÈSE

Présentée entre l'Université d'Abomey-Calavi et l'Université de Lorraine

Pour le grade de

Docteur

Option : Génie Civil

Spécialité : Matériaux et structure/ Sciences des fibres du bois

Par

Jonathan GUIDIGO

Thème : Caractérisation physico-mécanique d'un composite bois polymère

Soutenue le 21 Décembre 2017

Directeur de thèse et encadrant:

Prof. Edmond ADJOVI

Prof. André Merlin

Rapporteurs :

Dr. Comlan Aristide HOUNGAN

Dr. Fatima Charrier - El Bouhtoury

Examinateurs :

Prof. Cécile VALLIERES

Dr. Emmanuel OLODO

Invités :

Dr. Stéphane Molina

Dr. Valery DOKO

LEMA : Laboratoire de d'Etudes et de Recherches en Mécanique Appliquée
LERMAB : Laboratoire d'Etudes et de Recherches du Matériaux Bois
CETELOR : Centre d'Essais Textile Lorrain
ENSTIB : École Nationale Supérieure des Technologies et Industries du Bois

DEDICACES

- A toi papa pour tous les sacrifices consentis,
- A toi, Maman, qui a quitté ce monde alors que je faisais à peine mes premiers pas,
- A toi, ma sœur, pour ton soutien constant,
- A toi , ma chérie Anaïs pour tout ton soutien ,
- A toi mon oncle Cossi Dorothé ANIAMBOSSOU pour le rôle majeur que tu as joué aux cotés de Papa depuis ma tendre enfance jusqu'à ce jour.

REMERCIEMENTS

J'adresse mes vifs et sincères remerciements à :

- Monsieur Edmond ADJOVI, Professeur des Universités. Il a encadré ce travail, lui a consacré beaucoup de temps, et a puissamment contribué à la construction et à l'aboutissement de ce projet de recherche.
- Messieurs André MERLIN et Stéphane MOLINA respectivement Professeur Emérite et Maître de Conférences à l'Université de lorraine pour avoir encadré ce travail et leur accueil au sein du Laboratoire d'Etude et de Recherche du Matériaux Bois (LERMAB).
- A toute l'équipe de thèse du département de Génie Civil de l'Université d'Abomey-Calavi dont Mrs Valery DOKO, Edem CHABI, Marius CHANHOUN, pour sa collaboration.
- A tout le personnel du Laboratoire d'Etude et de Recherche du Matériaux Bois (LERMAB) dont Béatrice GEORGES, André DONNOT où se sont déroulés mes travaux durant mon séjour en France. Avec une pensée particulière pour Madame Corinne COURTEHOUX qui m'a assisté depuis le début de cette thèse.
- Tout le personnel du Centre d'Essais Textile Lorrain (CETELOR) et de l'ENSTIB dont David BIENAIME, Raphaël KUENY, Laurence MICHELLE qui nous ont accueillis dans leurs locaux.

Enfin, vous tous, dont je n'ai pas cité les noms et qui avez été dans l'ombre d'un soutien ineffable pour moi.

RESUME

La présente étude fait suite à d'autres qui proposent une solution de récupération des déchets plastiques et de bois pour en faire un matériau de construction en composite bois-polymère. La particularité de ce travail de recherche est que la matrice thermoplastique utilisée est un ensemble de différents polymères pris dans des proportions bien définies. Les pourcentages considérés pour la matrice obtenue représentent les parts de déchets de polymères que l'on retrouve dans la ville de Cotonou (Bénin). Cette étude a consisté à fabriqué des échantillons de composite bois polymère CBP par extrusion, à les étudier à travers des tests physico-mécaniques et à les mettre en relation avec les échantillons fabriqués avec une méthode artisanale déjà existante.

D'une part, nous avons étudié séparément la sciure de bois et la matrice thermoplastique en déterminant les constituants chimiques de la sciure de bois, et en effectuant une analyse physico-mécanique (analyse thermogravimétrique, test en flexion compression et traction, analyse du faciès de rupture au MEB) sur le renfort et la matrice.

D'autre part nous avons évalué l'influence de l'ajout de 20%,

25%, 28% et 30% de sciure de bois sur les propriétés mécaniques (compression, flexion et traction). Les résultats obtenus révèlent que la sciure de bois se comporte comme un renfort lorsque l'échantillon est sollicité en compression et en flexion. La sciure de bois joue le rôle de charge lorsque les échantillons de CBP sont sollicités en traction. Par ailleurs, la sciure de bois améliore la rigidité des CBP en traction.

Les résultats mécaniques obtenus par extrusion sont nettement meilleurs que ceux issus des méthodes de fabrication artisanale. Les analyses thermogravimétriques effectuées sur les échantillons de CBP issus de la méthode artisanale révèlent que lors de leur fabrication, ces échantillons sont soumis à des températures (supérieure à 300°C) qui entament la dégradation des polymères et de la sciure de bois dans les CBP.

Mots clés : Composite bois polymère, sciure de bois, propriétés mécaniques,

ABSTRACT

This study follow others that propose a solution for the recovery of plastic waste and wood to make it a construction material made of wood-polymer composite. The particularity of this research is that the thermoplastic matrix used is a set of different polymers taken in well-defined proportions. The percentages considered for the matrix obtained represent the proportion of polymer waste that can be found in the city of Cotonou (Benin Republic). This study consisted in making WPC polymer wood composite samples by extrusion, studying them through physico-mechanical tests and relating them to samples made with an already existing artisanal method.
On the one hand, we studied separately the sawdust and the thermoplastic matrix by determining the chemical constituents of the sawdust, and by performing a physico-mechanical analysis (thermogravimetric analysis, compression and tensile bending test, facies analysis). SEM fracture) on the reinforcement and the matrix.
On the other hand we evaluated the influence of the addition of 20%, 25%, 28% and 30% of sawdust on the mechanical properties (compression, bending and traction). The results show that sawdust behaves like a reinforcement when the sample is stressed in compression and bending. Sawdust acts as a load when WPC samples are stressed in tension. Sawdust also improves the rigidity of WPC in tension.
The mechanical results obtained by extrusion are much better than those resulting from the artisanal methods. Thermogravimetric analyzes performed on WPC samples from the artisanal method reveal that during their manufacture, these samples are subjected to temperatures (above 300 ° C) that begin the degradation of polymers and sawdust in WPC. .

Keys words: wood plastic composite; sawdust; mechanical properties

Table des matières

DEDICACES i
REMERCIEMENTS ii
RESUME iii
ABSTRACT iv
Table des matières v
Liste des tableaux viii
Liste des figures ix
Liste des Annexes xiii
Liste des sigles et abréviations xiv
Nomenclature xv
1 Chapitre 1. Introduction 1
1.1. Contexte de l'étude 2
1.2. Objectifs de la thèse 5
2. Revue de littérature 8
2.1. Introduction 9
2.2. Notions et définitions 9
2.2.1. Généralités sur les matériaux composites 9
2.2.1.7. Autres méthodes physiques de comptabilisation 24
2.2.2. Les procédés de fabrication des composites bois-polymères 28
2.3. Analyse des travaux sur les composites bois polymère 36
2.3.1. Influence de la quantité de renfort 36
2.3.2. L'influence de la morphologie du renfort 39
2.3.3. L'influence de l'humidité et de la température 41
2.3.4. Influence de la température 42
2.3.5. Influence de la matrice thermoplastique : recyclée ou non 42

2.4. Conclusion 45
3. Matériels et méthodes 46
Matériels et méthodes 46
3.1. Introduction 47
3.2. Description des constituants et méthodologie de préparation 48
3.2.2. La matrice 48
3.1.1. La sciure de bois 50
3.1.2. Préparation des mélanges pour l'extrusion 52
3.1.3. Mise en œuvre artisanale 58
3.2. Tests physico-chimiques 63
3.2.1. La masse volumique 63
3.2.2. Analyse thermogravimétrique 64
3.2.3. Analyse chimique des constituants de la sciure de bois 66
3.2.4. Analyse au microscope électronique à balayage 67
3.2.5. Test de traction 68
3.2.6. Test de compression 71
3.2.7. Test de flexion 73
3.3. Conclusion 75
4. Résultats et discussions 76
Résultats et discussions 76
4.1. Introduction 77
4.2. Caractérisation de la sciure de bois 78
4.2.1. Tests chimiques 78
4.2.2. Analyse thermogravimétrique 79
4.2.3. Etude microscopique de la sciure de bois 83
4.3. Etude préliminaire : analyse du mélange PET et PP 84
4.4. Caractérisation physico-mécanique de la matrice 86
4.4.1. Analyse thermogravimétrique de la matrice 86

4.4.2. Analyse des propriétés de la matrice en traction....87
4.4.3. Analyse des propriétés de la matrice en compression....91
4.4.4. Analyse des propriétés de la matrice en flexion....92
4.5. Caractérisation physico-mécanique des CBP....92
4.5.1. La masse volumique....92
4.5.2. Analyse thermogravimétrique des Composites bois polymères....94
4.5.3. Analyse du faciès de rupture des composites bois polymères....98
4.5.4. Caractérisation du CBP en traction....100
4.5.5. Caractérisation du CBP en compression....107
4.5.6. Caractérisation du CBP en flexion....113
4.6. Comparaison entre les échantillons de la méthode artisanale et les échantillons de la méthode industrielle....117
4.7. Conclusion....120
5. Conclusion générale....121
5.1. Conclusion générale....122
5.2. Recommandations....123
6. Références bibliographiques....124
7. Annexe....136

Liste des tableaux

Tableau I : Propriétés de quelques matières thermoplastiques [7] 13

Tableau II : Caractéristiques des résines thermodurcissables [9] 14

Tableau III : influence des traitements sur les propriétés mécaniques des CBP 27

Tableau IV : Propriétés mécaniques des CBP utilisant des fibres de bois comme charge pour des matrices à base de PP, PS, HDPE et LLDP [70] 38

Tableau V : Propriétés mécaniques des CBP en utilisant des fibres de bois comme charge pour PP, PS, et HDPE [70] 39

Tableau VI : Influence de la granulométrie et du facteur de forme des fibres sur les propriétés mécaniques des CBP 40

Tableau VII : Caractéristiques physiques et mécaniques de certains polymères thermoplastiques 49

Tableau VIII : Propriétés physiques de la sciure de bois par granulométrie 51

Tableau IX : températures dans l'extrudeuse 55

Tableau X : Taux des constituants chimiques en pourcentage 79

Tableau XI : Récapitulatif de la décomposition de la sciure de bois d'après les résultats de l'ATG en fonction de la température 83

Tableau XII : MOE et MOR du mélange de PP et de PET 86

Tableau XIII : Tableau récapitulatif des résultats mécaniques de la matrice 88

Tableau XIV : Masse volumique des éprouvettes de CBP 93

Tableau XV: Récapitulatifs des résultats obtenus pour le test de traction. 101

Tableau XVI : Récapitulatifs des résultats obtenus pour le test de compression. 108

Tableau XVII : Récapitulatifs des résultats obtenus pour le test de flexion 113

Tableau XVIII : Récapitulatif des résultats mécaniques obtenus par la méthode artisanale 119

Liste des figures

Figure 1 : Matériau composite 10

Figure 2 : Classification des composites bois polymères [4, 5] 11

Figure 3 : Différentes échelles d'observation d'un bois de résineux : les tissus, la cellule et la paroi cellulaire [12] (observations multi échelles: d'après Harrington, 1998). 16

Figure 4 : Les bois résineux et feuillus 17

Figure 5 : Le bois : matériau composite naturel 18

Figure 6 : Structure chimique de la cellulose (Source : M'barek Ben) 19

Figure 7 : Structure chimique partielle de deux hémicelluloses : (A) feuillus et (B) résineux [16](Source : Navi & Heger, 2005) 19

Figure 8 : Structure chimique des unités précurseurs de la lignine (Source : Ben M'barek) 20

Figure 9 : dispositif d'extrusion (source : tendance composite .com) 29

Figure 10. Vis à trois zones [19] 30

Figure 11. (a) Vis à zone de compression longue, (b) Vis à zone de sortie longue 31

Figure 12. (a) Machine bivis : partie active *(source CLEXTRAL)* 33

Figure 13. Vis extrudeuse (dédoublement de la vis) [65] 34

Figure 14 : Résistance à la traction du composite à base de PP, du PEHD recyclé et du PS avec des fibres de bois de renfort [70]. 36

Figure 15 : Module d'élasticité en traction du composite à base de PP, du PEHD recyclé et du PS avec des fibres de bois de renfort [70] 37

Figure 16 : Granulés polymères 48

Figure 17 : Déchets plastiques utilisés 49

Figure 18 : Sciure de teck tamisée 51

Figure 19 : Principe du procédé d'extrusion 54

Figure 20 : Extrudeuse monovis utilisée pour la mise en forme des composites.....54

Figure 21 : Presse chauffante.....55

Figure 22 : Echantillon cylindrique.....56

Figure 23 : Eprouvettes d'essais de traction.....57

Figure 24 : Moule métallique.....58

Figure 25 : Dispositif artisanal.....59

Figure 26 : Déchets plastiques fondus.....60

Figure 27 : Etape de mélange de la colle et de la sciure.....61

Figure 28 : Principe de moulage.....62

Figure 29 : Echantillon de matériaux composites.....64

Figure 30 : Dispositif d'ATG de marque SETRAM SETSYS.....65

Figure 31 : Préparation de l'échantillon pour la vue au MEB.....67

Figure 32 : Dispositif de traction marque INSTRON.....68

Figure 33 : Eprouvette de traction.....69

Figure 34 : Dispositif d'essai de compression.....71

Figure 35 : dispositif d'essai de flexion.....73

Figure 36 : schéma de principe pour le test de flexion.....74

Figure 37 : Taux des constituants chimiques pour deux essences de sciure de bois.....78

Figure 38: Analyse thermogravimétrique de la sciure de bois.....79

Figure 39 : Analyse thermogravimétrique par granulométrie de la sciure.....81

Figure 40 : Pertes de masse en fonction de la température des différents constituants du bois (d'après Shafizadeh, 1917) [100].....82

Figure 41 : Faciès de rupture d'un CBP au MEB.....83

Figure 42 : Vue au MEB de la sciure de bois.....84

Figure 43 : MOE du mélange PP/PET en fonction de la proportion de PET.....85

Figure 44 : Analyse thermogravimétrique de la matrice thermoplastique.....87

Figure 45 : Courbes contrainte-déformation des échantillons E-CTN et E-PEHD sollicités en traction 89
Figure 46 : Faciès de rupture de la matrice thermoplastique..... 90
Figure 47 : Courbe contrainte-déformation des échantillons CE-CTN sollicités en compression 91
Figure 48 : Analyse thermogravimétrique du CBP 94
Figure 49 : Analyse thermogravimétrique du CBP, de la matrice thermoplastique et de la sciure de bois 95
Figure 50 : Analyse thermogravimétrique des CBP dont la granulométrie du renfort est G1, G2, G3..... 96
Figure 51 : Analyse thermogravimétrique des CBP fabriqués de façon artisanale et extrudés..... 97
Figure 52 : DTG des CBP fabriqués de façon artisanale et extrudés..... 98
Figure 53 : Faciès de rupture des composites bois polymères extrudés..... 98
Figure 54 : Faciès de rupture des composites bois polymères fabriqués de façon artisanale 99
Figure 55 : Courbes du comportement des CBP en fonction de la taille des particules de bois..... 100
Figure 56 : Diagrammes du MOE en fonction de la taille des grains de sciure de bois.. 103
Figure 57 : Diagrammes du MOR en fonction de la taille des grains de sciure de bois.. 104
Figure 58 : Diagramme du MOE en fonction de la taille des grains de sciure de bois ... 104
Figure 59 : Courbe du MOR en fonction du pourcentage de sciure de bois 106
Figure 60 : Diagrammes du MOE en fonction de la taille des grains de sciure de bois.. 109
Figure 61 : Diagrammes du MOR en fonction de la taille des grains de sciure de bois.. 110
Figure 62 : Diagramme du MOE en fonction de la taille des grains de sciure de bois ... 111

Figure 63 : Courbe du MOR en fonction du pourcentage de sciure de bois pour le test de compression 112

Figure 64 : Diagrammes du MOE en fonction de la taille des grains de sciure de bois .. 114

Figure 65 : Diagrammes du MOR en fonction de la taille des grains de sciure de bois .. 115

Figure 66 : Courbe du MOE en fonction du pourcentage de sciure de bois 116

Figure 67 : Courbe du MOR en fonction du pourcentage de sciure de bois 117

Figure 68. Procédé général d'extrusion 137

Figure 69. Procédé d'extrusion par soufflage 137

Liste des Annexes

Annexe 1 : Autres méthodes d'extrusion.....137
Annexe 2 : Vue au MEB du faciès de rupture du CBP à l'échelle X100.....139
Annexe 3 : Vue au MEB du faciès de rupture du CBP à l'échelle X 100.....140
Annexe 4 : Modélisation 3D d'un échantillon de CBP pour essai de traction.....141

Liste des sigles et abréviations

ATG Analyse thermogravimétrique

CBP Composites bois Polymères

MA Anhydride Maléique

MF Aminoplastes

MOE Module d'Elasticité

MOR Module de Rupture

OSB Oriented Strand Board (Panneaux à particules orientées)

PA Polyamides

PE Polypropylène

PEBD Polyéthylène Basse Densité

PEHD Polyéthylène Haute Densité

PEN Polyétylène Naphtalate

PET Polyétylène Téréphtalate

PF Phénolplastes

POM Polyoxy-Méthylène

PP Polypropylène

PS Polystyrène

PSE Polystyrène Expansé

PSE-E Polystyrène Expansé Extrudé

PSE-M Polystyrène Expansé Moulé

PUR Polyuréthane

PVC Chlorure de Polyvinyle

HIPS High Impact Polystyrene

PTFE poly_tétrafluoroéthylène

Nomenclature

E-PEHD : Echantillons constitués polymère de type PEHD pour la traction.

E-CTN : Echantillons constitués de PEHD, PEBD, PP, PET pour la traction.

CBP-160-20 : Echantillons de composite constitués de 20% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,160mm pour la traction.

CBP-315-20 : Echantillons de composite constitués de 20% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,315 mm pour la traction.

CBP-630-20 : Echantillons de composite constitués de 20% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,630 mm pour la traction.

CBP-160-25 : Echantillons de composite constitués de 25% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,160 mm pour la traction.

CBP-315-25 : Echantillons de composite constitués de 25% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,315 mm pour la traction.

CBP-630-25 : Echantillons de composite constitués de 25% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,630 mm pour la traction.

CBP-160-30 : Echantillons de composite constitués de 30% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,160 mm pour la traction.

CBP-315-30 : Echantillons de composite constitués de 30% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,315 mm pour la traction.

CBP-630-30 : Echantillons de composite constitués de 30% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,630 mm pour la traction.

PE-CTN : Echantillons constitués de PEHD, PEBD, PP, PET pour la compression.

PCBP-160-20 : Echantillons de composite constitués de 20% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,160mm pour la compression.

PCBP-315-20 : Echantillons de composite constitués de 20% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,315mm pour la compression.

PCBP-630-20 : Echantillons de composite constitués de 20% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,630 mm pour la compression.

PCBP-160-25: Echantillons de composite constitués de 25% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,1600 mm pour la compression.

PCBP-315-25: Echantillons de composite constitués de 25% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,315 mm pour la compression.

PCBP-630-25: Echantillons de composite constitués de 25% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,630 mm pour la compression.

PCBP-160-30: Echantillons de composite constitués de 30% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,160 mm pour la compression.

PCBP-315-30: Echantillons de composite constitués de 30% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,315 mm pour la compression.

PCBP-630-30: Echantillons de composite constitués de 30% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,630 mm pour la compression.

FE-PEHD : Echantillons constitués polymère de type PEHD pour la flexion.

FE-CTN : Echantillons constitués de PEHD, PEBD, PP, PET pour la flexion.

FCBP-160-20 : Echantillons de composite constitués de 20% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,160mm pour la flexion.

FCBP-315-20 : Echantillons de composite constitués de 20% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,315mm pour la flexion.

FCBP-630-20 : Echantillons de composite constitués de 20% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,630 mm pour la flexion.

FCBP-160-25 : Echantillons de composite constitués de 25% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,160mm pour la flexion.

FCBP-315-25: Echantillons de composite constitués de 25% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,315mm pour la flexion.

FCBP-630-25: Echantillons de composite constitués de 25% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,630mm pour la flexion.

FCBP-160-30: Echantillons de composite constitués de 30% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,160mm pour la flexion.

FCBP-315-30: Echantillons de composite constitués de 30% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,315 mm pour la flexion.

FCBP-630-30: Echantillons de composite constitués de 30% de sciure de bois de tailles supérieur ou égale à 0,630 mm pour la flexion.

CHAPITRE 1

Introduction

1 Chapitre 1. Introduction

1.1. Contexte de l'étude

La déclaration finale de Stockholm sur l'environnement[1] stipule en son article 2 que la protection et l'amélioration de l'environnement constituent une question d'importance majeure qui affecte le bien-être des populations et le développement économique dans le monde. La préservation de l'environnement correspond au vœu ardent des peuples du monde, et constitue un devoir pour tous les gouvernements. La course contre la montre pour la préservation de l'environnement est donc lancée. Depuis quelques années, les conférences internationales sur l'environnement se suivent et les conclusions restent les mêmes. Les principes selon lesquels :

«les êtres Humains sont au centre des préoccupations relatives au développement durable. Ils ont droit à une vie saine et productive en harmonie avec la nature » ; *(principe 1)*

. « Pour parvenir à un développement durable, la protection de l'environnement doit faire partie intégrante du processus de développement et ne peut être considéré isolément » (principe 4)[2]

permettent de comprendre à quel point la question de développement durable est incontournable pour les états. Le Bénin, à l'instar des autres pays, est confronté au problème de l'épuisement rapide de ses ressources forestières et à la prolifération des déchets non-biodégradables. L'utilisation abusive du bois massif favorise la déforestation par conséquent la désertification et constitue une menace pour la faune. Les ressources naturelles diminuent constamment depuis trente ans. De 1978 à 1998 les principales formations forestières ont régressé de plus de 3 millions d'hectares soit 160000 hectares par an. L'analyse de la problématique de la déforestation au Bénin laisse entrevoir la réduction très nette du couvert forestier de près de la moitié en un demi-siècle. En 1949, ce couvert végétal représentait 20%du territoire national, alors qu'il n'en constitue que

[1] *La Conférence des Nations Unies sur l'environnement s'est tenue en juin 1972 à Stockholm (Suède).*

[2] *Les principes sont tirés de la conférence des nations unies sur l'environnement et le développement qui s'est tenue à Rio de Janeiro au Brésil du 3 au 14 juin 1992.*

moins de 12% aujourd'hui. Le recul de la couverture forestière entre 1990 et 2005 est estimé à 130 000 ha soit 2,1% par an. Ainsi, la superficie forestière par habitant qui était de 1,63 ha en 1980 est passée à 0,87ha en 1995, et elle devrait atteindre 0,29 ha en 2025, si les tendances actuelles se maintiennent (MEHU, 2009).

Outre le problème de l'exploitation des ressources forestières, selon les résultats du troisième recensement général de la population et de l'habitat, 78 % de la population rejetait ses déchets dans la nature ou simplement hors de la maison. Parmi les 22 % restants, seulement 10,6 %, accédait à la voirie privée ou voirie publique, 9,8% de la population continuait de brûler ses déchets alors que 1% se contentait de les enterrer (CISE, 2008). Une proportion non moins importante de déchets plastiques s'y trouve. De par sa position par rapport aux deux géants Nigéria et Ghana, grands producteurs de produits plastiques, l'importation de ces matériaux a significativement augmenté ces dernières années, entraînant une consommation démesurée de ceux-ci au niveau des ménages et par ricochet de la population entière. De nos jours, l'offre étant abondante et assez concurrentielle, les emballages plastiques sont en train de substituer progressivement et dangereusement ceux végétaux (objets de tissage tels que les paniers), ou encore les bouteilles pour les huiles à une vitesse effarante. Un simple achat de quelques dizaines de francs vous donne droit à un ou plusieurs emballages. Condiments, nourriture, boisson et articles divers, liquide comme solide, tout est emballé dans des sachets plastiques. La conséquence est que, nous produisons énormément de déchets plastiques qui, on le sait, sont non biodégradables. Ils se répandent alors dans notre environnement, au mépris de toutes les conséquences que cela implique. Cette pratique liée au changement de comportement des populations constitue une bombe à retardement dont les effets nocifs sur la santé humaine, animale et la qualité de l'environnement ont souvent été ignorés par la population sous informée, les autorités et décideurs du pays.

À défaut de restreindre le marché des matières plastiques, le recyclage paraît être une solution permettant de freiner le problème environnemental que pose la prolifération des plastiques.

La transformation des déchets plastiques et des déchets de bois en matériau composite est une solution qui a été testée à l'Université d'Abomey-Calavi au Bénin. Après deux années de recherche sur les composites bois polymères, plusieurs prototypes d'applications pour la construction (parquet, pavés, porte, panneau, coffrage) ont été fabriqués de façon artisanale. Plusieurs essais et analyses scientifiques ont été réalisés sur ces prototypes et ont prouvé leur résistance aux sollicitations liées à un usage courant.

Ainsi les travaux de recherche que nous menons dans le cadre de cette thèse visent à pousser encore plus loin les études antérieures qui ont été menées sur les composites bois polymères. Ces travaux prennent en compte la transformation des plastiques durs et de la sciure de bois grâce à un processus d'extrusion qui permettra de relever les faiblesses du dispositif artisanal utilisé pour pouvoir l'améliorer.

1.2. Objectifs de la thèse

Le composite bois polymère est un matériau inventé en 1975 par Nishibori Sadao[3]. Le but de cet inventeur, issu d'une famille d'importateurs de bois exotiques, était de proposer une alternative écologique à l'utilisation de bois d'essences rares afin de préserver les grandes forêts tropicales. Ce matériau innovant peut être soit peu coûteux, soit très performant, parfois les deux à la fois. En quelques années seulement il a connu un développement industriel important. Les industries de fabrication du composite bois polymère possèdent actuellement une part énorme de marché aux Etats Unis, en Europe et en Asie et ne cessent d'accroître leur production. Le succès de ce matériau est dû à sa capacité à associer résistance, légèreté, non abrasivité, et faible coût. Dans la composition des CBP (Composites Bois polymère), le bois représente environ un quart du mélange en masse. De nombreux travaux de recherche sont effectués sur des CBP dont la matrice thermoplastique est souvent le polyéthylène (PE), soit du polypropylène PP , du polychlorure de vinyle ou d'autres polymères.

La particularité de notre travail est que la matrice thermoplastique utilisée est un ensemble de différents polymères pris dans des proportions bien définies. Les pourcentages considérés pour la matrice obtenue représentent les parts de déchets de polymères que l'on retrouve dans la ville de Cotonou (Bénin). Ce qui justifie le choix du thème : « Caractérisation physique et mécanique de composites bois polymères (recyclage des déchets plastiques et d'industrie de bois) ». L'objectif que nous visons à travers cette thèse est d'améliorer un procédé de fabrication déjà existant et qui a permis la fabrication de plusieurs prototypes en matériaux composites. En effet, grâce au procédé de fabrication artisanal, nous avons pu réaliser des matériaux composites bois-polymères à utiliser dans la construction (parquets, pavés, portes, coffrages, panneaux d'étanchéité). Ces prototypes ont été testés et leur résistance face aux sollicitations courantes ont été

[3] https://www.geolam.com/fr/pourquoi-geolam/histoire

prouvées. Dans cette thèse nous avons utilisé l'extrusion qui est un procédé de fabrication industriel des CBP pour mettre en œuvre des échantillons avec les mêmes compositions. Cette étude se fera essentiellement au Laboratoire d'Etude et de Recherche du Matériau Bois (LERMAB) en France. Elle permettra à terme de relever les insuffisances du procédé artisanal et de proposer des solutions pour l'améliorer.

Les propriétés physiques des échantillons de CBP feront l'objet d'une étude. Le comportement mécanique du composite polymère/particules de bois (module de rupture, module d'élasticité, en flexion, en traction et en compression) sera particulièrement apprécié en vue d'en déduire les grandeurs techniques.

Le plan de ce manuscrit se décline donc comme suit : **Le deuxième chapitre** vient après l'introduction et présente une synthèse bibliographique détaillée sur les différents plastiques, fibres de bois et additifs utilisés dans les composites CBP, la constitution des bois et les traitements des fibres permettant d'améliorer l'interface entre le renfort hydrophile et la matrice hydrophobe. La deuxième partie de ce chapitre portera sur les procédés de fabrication des matériaux composites bois/plastique (injection, extrusion). Le chapitre s'achèvera par une analyse des travaux effectués sur les CBP traitant des facteurs qui influencent leurs propriétés physico-mécaniques.

Le **troisième chapitre** décrit essentiellement les matériels et méthodes utilisés au cours de ce travail. Il sera consacré tout d'abord à la description des constituants du CBP : une matrice de polyéthylène haute densité (PEHD), polyéthylène basse densité, polypropylène, (PP) ,de polyéthylène téréphtalate (PET) et de sciure de bois. La deuxième partie de ce chapitre sera dédiée à la présentation de la mise en œuvre des composites par extrusion et par fabrication artisanale. Enfin, les différentes techniques de caractérisation sont présentées : tests physiques sur la sciure de bois et la matrice thermoplastique. Ces analyses sont complétées par des tests mécaniques en traction, en flexion et en compression.

Le dernier chapitre expose les résultats obtenus et procède à la discussion. Dans ce chapitre, les résultats des tests chimiques, de thermogravimétrie, d'observation au microscope électronique et mécaniques qui ont été réalisés sont exposés interprétés et mis en relation avec les résultats d'autres auteurs.

Le manuscrit se termine par une conclusion argumentée de quelques perspectives.

CHAPITRE

2 Revue de littérature

2. **Revue de littérature**

2.1. Introduction

Dans cette étude bibliographique, nous présenterons de façon générale le matériau composite bois-polymère et les différents constituants entrant dans la combinaison dudit composite en les regroupant par catégories. Nous exposerons les différentes méthodes d'amélioration de l'interface bois /polymère. Les techniques de fabrication du composite existantes seront explicitées et mises en relation avec les types de constituants utilisés. Dans ce volet, nous observerons d'une part les techniques de fabrication utilisées couramment dans les pays développés qui sont passés à l'industrialisation du CBP et d'autre part les méthodes expérimentales permettant la mise en œuvre des CBP au Bénin. Enfin, nous exposerons les propriétés physiques et mécaniques qui constituent les paramètres les plus explorés dans les travaux de recherche en essayant de recouvrir une large gamme de composites.

2.2. Notions et définitions

2.2.1. Généralités sur les matériaux composites

Dans le mot ≪composite≫, on comprend constitué de deux ou plusieurs parties différentes. Un matériau composite est donc une combinaison de deux ou plusieurs matériaux de nature différente. L'objectif étant que l'association de ces différents matériaux aboutisse à un matériau dont les performances soient supérieures aux différents composants pris séparément [1]. Un matériau composite est constitué d'une ou plusieurs phases discontinues qui sont réparties dans une phase continue. Cependant lorsque nous avons affaire à une combinaison de plusieurs phases discontinues, on parle de composite hybride. La phase continue est appelée la matrice et la phase discontinue le renfort ou la charge (figure 1) [2]. Les matrices sont d'une façon générale des matériaux bruts fondus tels que les polymères thermoplastiques ou thermodurcissables (mais aussi des métaux). Les renforts ou les charges peuvent être sous forme de poudre, de granules ou de fibres

[3]. Les propriétés des matériaux composites sont fonction de ses constituants (phase continue, phase discontinue) et des interactions qui se produisent entre eux.

Dans le cas ou la phase discontinue est un renfort, la matrice est l'élément qui permet de relier les fibres ou les particules entre elles et d'apporter ainsi une meilleure résistance mécanique. On notera ici que l'adhésion renfort/matrice est l'un des principaux facteurs qui intervient sur les propriétés du composite final. Nous étudierons dans la suite plus particulièrement le composite bois polymère.

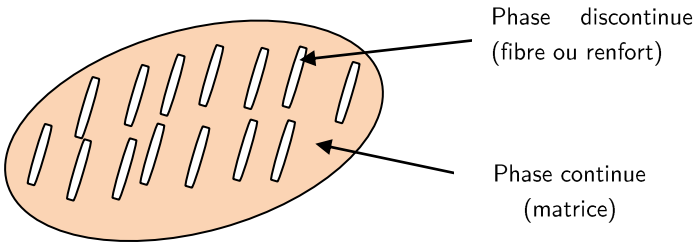


Figure 1 : Matériau composite

2.2.1.1. Les composites bois/polymères

Le composite bois polymère (CBP), est un assemblage de polymère et de résidus de bois, Les renforts peuvent être constitués de différents matériaux sous forme de poudre, et même de fibres (longues ou courtes). La caractéristique principale des composites est de tirer avantage des propriétés de chacune des matières qui le composent. L'adhésion entre la matrice et les renforts constitue l'un des principaux facteurs de succès à l'obtention de matériaux composites aux propriétés mécaniques améliorées. Dans le cas du composite bois-polymère, le bois étant un matériau hydrophile et le plastique le plus souvent hydrophobe, on peut utiliser des liants chimiques pour améliorer la qualité de l'interface et donc l'adhésion. En général, le recours aux composites s'explique par :

- La diminution du coût de la matière première ;
- Leur résistance à la corrosion et à la fatigue ;

• Et leurs propriétés mécaniques accrues par rapport à l'utilisation de la matrice vierge.

Les composites bois polymère peuvent être classés en plusieurs catégories en fonctions du type de renfort et de la méthode de fabrication. La figure 2 présente une vision claire des différentes possibilités.

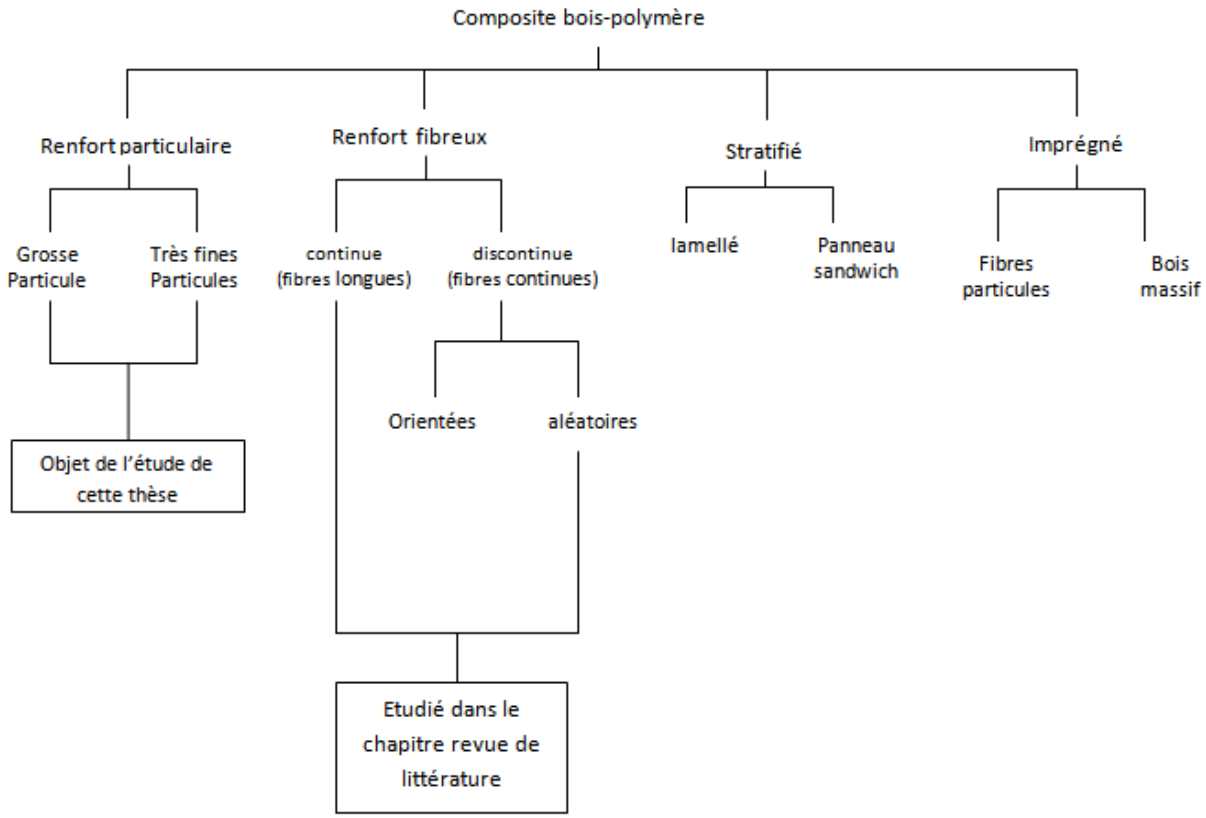


Figure 2 : Classification des composites bois polymères [4, 5]

2.2.1.2. Les matrices polymères

Les polymères sont des composés chimiques qui proviennent du processus de la polymérisation. La polymérisation est l'union de plusieurs molécules pour former une grosse molécule. Un polymère est par conséquent une molécule ayant une longue chaîne, et qui est composée de nombreuses molécules plus petites appelées monomères et qui sont liées entre elles. On peut distinguer deux types de polymères :

- Les homopolymères : ils sont composés d'un même type de monomères sur toute leur chaîne.
- Les copolymères : Leurs chaines comportent différents types de monomères

Plusieurs paramètres permettent de caractériser les polymères :

- La densité;
- la structure chimique ;
- les propriétés thermiques ;
- les propriétés mécaniques.

De façon courante on classe les polymères en trois grandes catégories :

- Les thermoplastiques ;
- les thermodurcissables ;
- les élastomères.

2.2.1.2.1. Les thermoplastiques

Les thermoplastiques sont des polymères qui, lorsqu'ils sont soumis à la chaleur, se ramollissent. Ils peuvent alors être mis en forme par injection ou extrusion dans un moule. Ils durcissent par refroidissement. De façon générale, on les retrouve sous forme de granulés ou de poudre dans un état chimique stable. Les granulés sont chauffés et moulés par extrusion ou injection. Le matériau obtenu peut être encore fondu et réutilisé tout en conservant une grande partie de ses propriétés, d'où l'intérêt pour le recyclage. Dans cette catégorie, on retrouve : le polyéthylène (PE), le polypropylène (PP), le polystyrène (PS), le polycarbonate (PC), les polyesters et le polyéthylène téréphtalate (PET), les polyacétals ou polyoxyméthylène (POM), le polychlorure de vinyle (PVC) et les polyamides (PA) [6]. Le tableau I montre les propriétés de certains polymères thermoplastiques.

Tableau I : Propriétés de quelques matières thermoplastiques [7]

Propriétés	HDPE	PP	PVC	HIPS
Masse volumique (g/cm^3)	0,94 - 0,97	0,90	1,03-1,58	1,03-1,06
Température de fusion °C	127-135	166-171	160-220	
Résistance à la traction MPa	21-38	31-41	41-52	41-52
Module de traction en GPa	0,41-1,24	1,10-1,55	2,41-4,14	2,07-2,76
Résistance à l'impact en J/m	27-1068	21-53	21-1068	160-320

Comme on peut le constater, les caractéristiques de ces polymères prennent des valeurs qui varient dans un domaine qui peut être assez large. C'est par exemple, le cas de la température de fusion du PVC (160°C-220°C). Cet écart sur les valeurs, s'explique généralement par la présence d'additifs dans les polymères (plastifiant notamment). Ce sont les polymères qui se retrouvent le plus dans notre environnement, ils sont devenus presque indispensable à notre quotidien. On peut les identifier grâce à un code de recyclage. Pour notre travail de recherche nous nous intéresserons essentiellement au recyclage de certains thermoplastiques. Nous utiliserons pour cela les résultats du rapport du CREPA[4] [8] pour la ville de Cotonou.

2.2.1.2.2. Les thermodurcissables

Ce sont des polymères qui se ramollissent et deviennent malléables, lorsqu'ils sont soumis à la chaleur au cours de leur préparation, mais durcissent de façon définitive après refroidissement. La forme acquise après le premier refroidissement n'est donc plus réversible. La technique de fabrication est difficile à mettre en œuvre mais elle produit des matériaux très solides et très résistants aux agressions chimiques et à la chaleur. Une grande diversité de densité et de texture en fonction des associations chimiques de

[4] Représentation Nationale (Bénin) du Centre Africain pour l'Eau potable et l'Assainissement

différents monomères est une caractéristique de ces matériaux couramment appelés « résines » . Dans cette catégorie on retrouve le polyuréthane (PUR), les polyesters insaturés, les phénoplastes (PF), les aminoplastes (MF). Le tableau II montre les principales caractéristiques des résines thermodurcissables.

Tableau II : Caractéristiques des résines thermodurcissables [9]

Résine	ρ	$\sigma_{traction}(GPa)$	MOE(GPa)	Tc(^0C)
Polyester	1,2	50-65	3	120
Phénol	1 ,2	40-50	3	120-150
Époxyde	1,1-1,4	50-90	3	120-200
Polyuréthanne	1,1-1,5	20-50	1	100-120
Vinyl-ester	1,2	70-80	3,5	140

ρ : Densité ; MOE : Module d'élasticité (en flexion) ; $\sigma_{traction}$: Contrainte de rupture à la traction ; Tc : Tenue à la chaleur continue.

2.2.1.3. Renfort ou charge : Sciure de bois

Les opérations de tranchage de déroulage et de fabrication de madriers (industrie de première transformation), produisent en majorité des écorces et copeaux comme résidus de bois. L'industrie de deuxième transformation est la plus développée au Bénin. Elle produit beaucoup de déchets : les copeaux et la sciure de bois. La sciure de bois est une forme particulaire de bois dont la taille varie entre 80µm et 630 µm. Dans le cadre de cette thèse, c'est sur cette gamme de granulométrie que nous avons travaillé afin de rester fidèle à la géométrie des déchets de bois produits. Une connaissance générale de la structure macroscopique du bois et de sa composition chimique nous permet de mieux appréhender la sciure de bois.

2.2.1.3.1. Structure macroscopique

Sur une coupe transversale d'un tronc d'arbre on peut distinguer de l'extérieur vers l'intérieur : le liège, le liber, le cambium, l'aubier, le duramen et la moelle.

- Le liège représente la partie externe de l'écorce. Elle permet de protéger les couches internes. Elle contient une substance imperméable : la « libérine » où circule la sève. Ces cellules meurent avec la croissance de l'arbre.

- Le cambium libéro-ligneux : zone de croissance ou méristème, c'est l'assise génératrice (de quelques cellules d'épaisseur) qui donne naissance au phelloderme du côté interne et au liber (phloème secondaire) du côté externe. Le cambium libéro-ligneux produit plus de phelloderme que de liber.

- L'aubier : couches concentriques de cellules non encore lignifiées formant un bois encore "imparfait". Formé par les cernes les plus récents, il y circule les matières nutritives. Les cernes se transforment en duramen après une période de 4 à 20 ans.

- Le duramen : masse principale du tronc, formant le "bois parfait". Constitué de des cernes les plus anciens, il est composé de cellules mortes, lignifiées et imprégnées de tanin ou de colorants selon les essences, il se distingue en général de l'aubier par une couleur plus foncée. Ses vaisseaux ne sont plus fonctionnels.

- La moelle : partie la plus centrale de l'arbre, est ce qui reste du xylème primaire. Importante dans les jeunes pousses, elle disparaît souvent avec l'âge pour ne laisser qu'un canal de faible section. La moelle est un ensemble de tissus spongieux qui évoluent en vieillissant [10] [11].

2.2.1.3.2. Anatomie du bois

La figure 3 illustre la structure anatomique d'un bois de résineux. Le tronc des arbres est un ensemble de tissus cellulaires hétérogènes et organisés qui forme la masse principale de l'arbre [12]. On classe les essences de bois en 2 grands groupes : les résineux et les feuillus. Les feuillus sont constitués de vaisseaux, de fibres, de parenchymes dont les rayons ligneux. Les résineux contiennent essentiellement des trachéides et des rayons. La figure 4 montre un schéma comparatif entre les résineux et les feuillus.

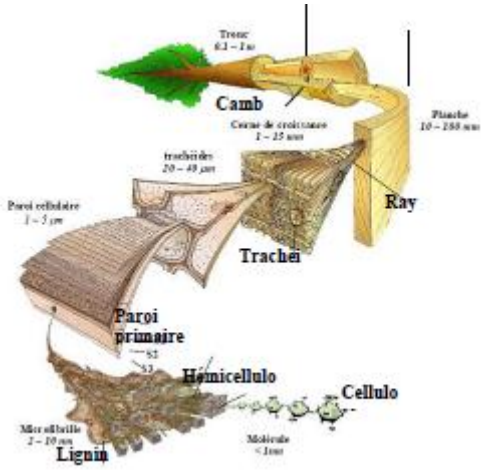


Figure 3 : Différentes échelles d'observation d'un bois de résineux : les tissus, la cellule et la paroi cellulaire [12] (observations multi échelles: d'après Harrington, 1998).

Vaisseaux: Ce sont les tissus conducteurs de la sève brute. Ils sont appelés « pores » sur une coupe transversale. Ils sont constitués de cellules (inférieure à 1 mm de longueur). Pour permettre la communication entre eux, ils comportent à leurs extrémités des perforations.

Fibres: C'est le tissu de soutien. Sur les parois se forment des dépôts de tannin, de lignine et de matières colorantes. Diversement ponctuées, elles ont un rôle de conduction plus ou moins marqué.

Parenchymes: Deux catégories de parenchymes différentes par leur origine : le vertical et radial.

Rayons ligneux: Ce sont des lames de parenchyme radial perpendiculaire aux cernes. Leur direction va de la moelle vers le liber. Ils donnent généralement la maillure du bois. Dans les tiges jeunes, ils sont appelés « médulaires »

Trachéides: Les trachéides appelées improprement « fibres » sont caractérisées par des ponctuations aréoles. Elles jouent les rôles d'éléments de soutien et d'éléments conducteurs. Les trachéides mesurent de deux à sept millimètres de longueur et de vingt à soixante microns de largeur.

Rayons: Ce sont des lames de tissus dirigés radicalement. Ils sont homogènes et formés uniquement de cellules de parenchyme. Ils sont hétérogènes s'ils contiennent également des trachéides transversales et des canaux résinifères [11] [10].

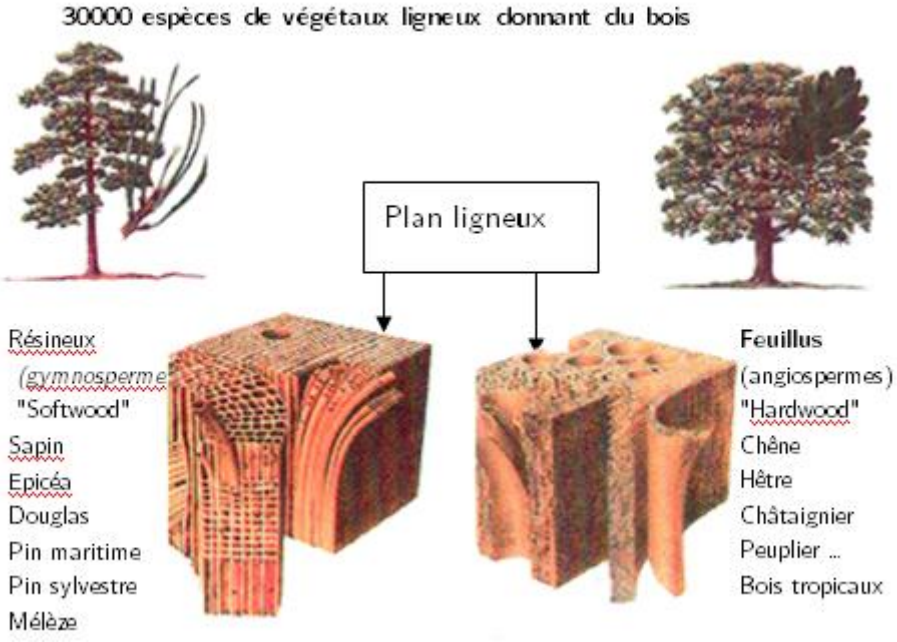


Figure 4 : Les bois résineux et feuillus

2.2.1.4. Composition chimique du bois

Le bois est une matière organique composée de trois polymères principaux que sont la cellulose, la lignine et les hémicelluloses. La disposition de ses constituants permet de considérer le bois comme matériau composite naturel (voir figure 5).

On considère la cellulose comme la fibre de renfort, la lignine comme la matrice et les hémicelluloses comme une interface qui rend les deux précédentes compatibles.

La cellulose est concentrée à l'intérieur des fibres tandis que la lignine et les hémicelluloses constituent les parois extérieures. A ces trois substances, viennent s'ajouter les extractibles et les minéraux qui varient d'une espèce à une autre.

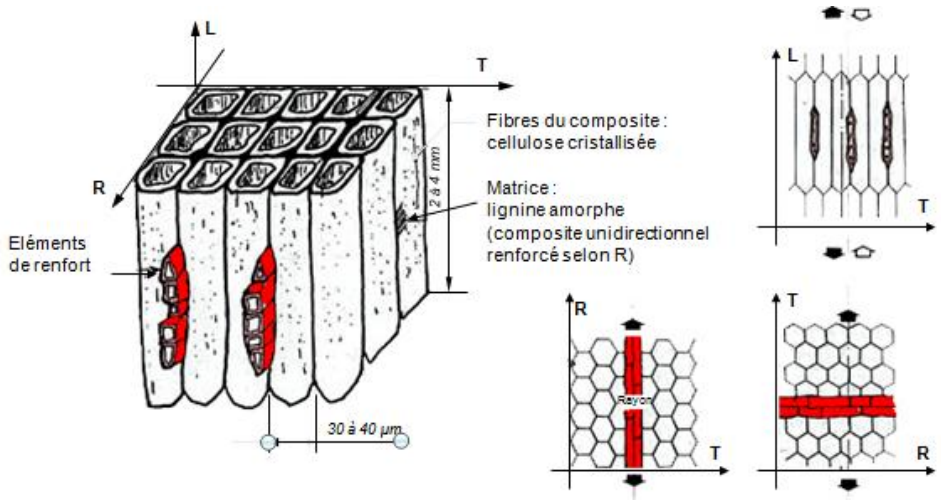


Figure 5 : Le bois : matériau composite naturel

2.2.1.4.1. La cellulose

La cellulose est une macromolécule constituée de cycles enchainés de façon linéaire soit environ 500 à 5000 unités monomères. L'unité de base est le glucose ou plus précisément un dimère du glucose : le cellobiose . Ces monomères sont reliés entre eux par des liaisons (bêta (1-4)) glucosidiques. Les différentes chaines sont reliées entre elles par des liaisons hydrogènes intra et inter moléculaires ce qui leur confère une grande rigidité et forment des faisceaux appelés micro fibrilles [13].

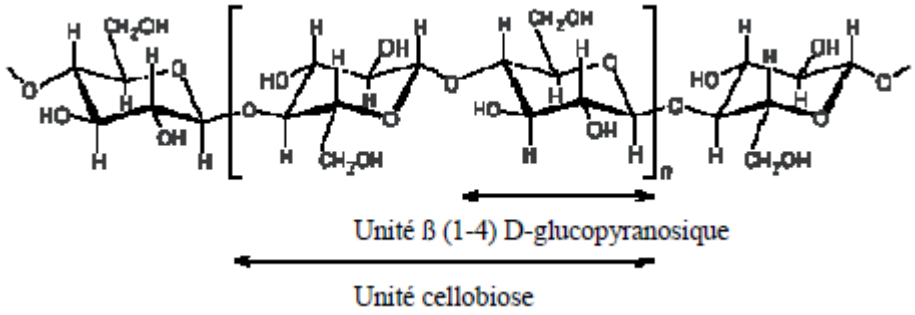


Figure 6 : Structure chimique de la cellulose (Source : M'barek Ben)

2.2.1.4.2. Les hémicelluloses

Les hémicelluloses sont des polysaccharides qui interviennent dans la biosynthèse de la cellulose [14]. A la différence de la cellulose, ces polymères sont plus cours (masse molaire inférieure) ou ramifiée. Les unités de base sont : les pentoses, l'hexose, et des acides hexauroniques et des désoxyoses. La composition et la structure des hémicelluloses varient sérieusement selon le fait qu'elles proviennent de feuillus ou de résineux. Les feuillus sont généralement plus riche en pentoses, leur taux d'hémicellulose est le plus souvent compris entre 30 et 35 %. Alors que les résineux contiennent davantage d'hexose avec un taux d'hémicellulose variant entre 20 et 25% [15].

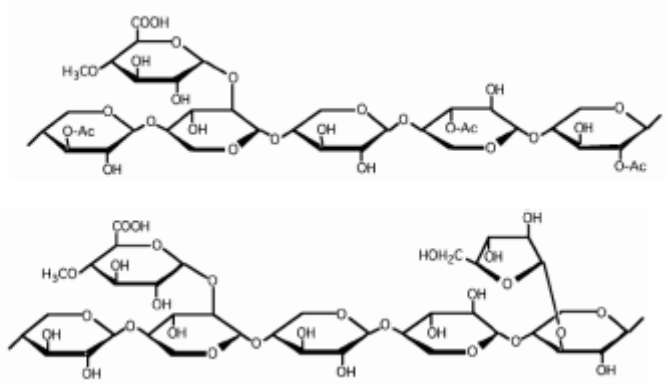


Figure 7 : Structure chimique partielle de deux hémicelluloses : (A) feuillus et (B) résineux [16](Source : Navi & Heger, 2005)

2.2.1.4.3. La lignine

La composition chimique de la lignine est différente de celle de la cellulose et des hémicelluloses. C'est un polymère tridimensionnel, aromatique dont la structure est composée de trois unités parahydroxyphényle, guaiacyle et syringyle. C'est la fraction non saccharide la plus abondante et la plus importante après la cellulose. Elle augmente les propriétés mécaniques du bois. De couleur blanche, elle devient jaune pâle allant jusqu'au foncé après extraction [17].

.

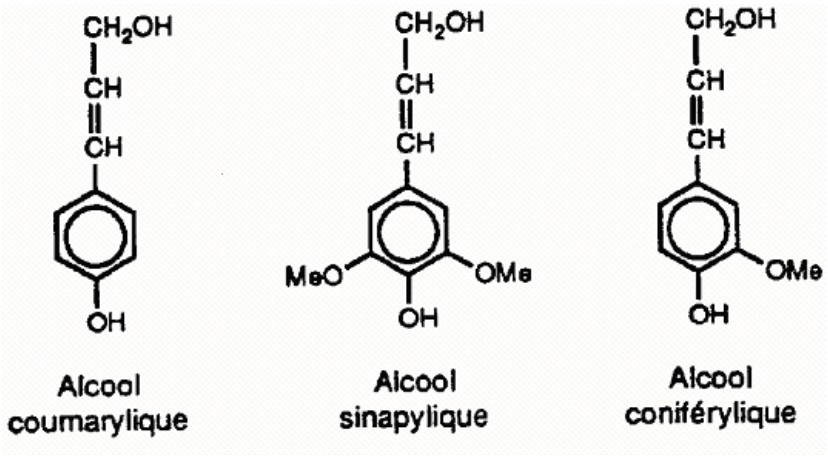


Figure 8 : Structure chimique des unités précurseurs de la lignine (Source : Ben M'barek)

2.2.1.4.4. Les extractibles

Les substances extractibles du bois recouvrent un grand nombre de constituants qui peuvent être extraits avec des solvants polaires (acétone) ou apolaires (éther de pétrole). Elles peuvent être infiltrées dans les parois cellulaires du bois ou bien déposées à la surface des lumens [18], ou (encore présentes dans les éléments anatomiques spécialisés (canaux résinifères, etc.). Bien que ces substances représentent un faible pourcentage de la masse du bois, elles peuvent avoir une influence importante sur les propriétés et la qualité des bois. Leur proportion varie dans le bois de chaque espèce selon différents paramètres. Les extractibles représentent plusieurs familles de composés organiques dont

les polyphénols (tanins, etc.) et les oléorésines (constitutifs de la térébenthine) sont les plus importants.

2.2.1.4. Notion d'adhésion

L'adhésion concerne l'ensemble des phénomènes physico-chimiques qui ont lieu à l'interface de deux matériaux mis en contact dans le but d'avoir un matériau composite présentant de meilleures performances physico-mécaniques. La notion d'adhésion est intimement liée à la nature des surfaces impliquées. Les propriétés de ces dernières faciliterons ou pas les liaisons matrice/fibre. L'énergie nécessaire pour réaliser la séparation lorsque le contact entre les deux matériaux est établi, s'appelle énergie d'adhésion. Les performances du composite dépendent de cette énergie et des interactions qui se produisent entre les différents composants [19] [20].

2.2.1.5. Interface bois / polymère thermoplastique

Le bois et le plastique sont deux matières non miscibles (comme l'eau et l'huile), ils ne peuvent pas être mélangés. La majeure partie des thermoplastiques sont hydrophobes car composés de substances non polaires, qui ne sont pas compatibles avec les fibres de bois hydrophiles (substances polaires). L'interface est le lieu du transfert des contraintes, censé assurer une bonne cohésion entre la fibre cellulosique et la matrice. A l'interface bois/polymère il est possible d'avoir des liaisons physiques et des liaisons chimiques de type liaisons hydrogènes, de Van Der Walls ou encore des liaisons acide/base [21] [22].Lorsque les polymères qui sont mis en jeu sont polaires, les liaisons à l'interface se trouvent renforcées. Dans le cas de matrices non polaires tel que le polyéthylène (PE) et le polypropylène (PP), les liaisons à l'interface avec le bois sont faibles. Cependant de façon naturelle il reste un lien mécanique entre la fibre et le polymère. De nombreux travaux de recherches ont été et sont toujours consacrés à l'amélioration de la

compatibilité entre le renfort fibreux et la matrice. Les traitements « comptabilisant » peuvent être d'origine physique ou chimique.

2.2.1.6. Modification de la surface par les méthodes physiques

Ces méthodes sont aujourd'hui plutôt développées à l'échelle du laboratoire puisque, à notre connaissance, il n'existe aujourd'hui aucune installation industrielle qui utilise des fibres traitées par cette voie dans la fabrication des composites.

2.2.1.6.1. Traitement ultraviolets (U.V)

Le traitement par une source U.V de fibres de cellulose conduit à la formation de radicaux libres notamment des radicaux alkoxy (mais pas seulement [23] [24] [25]) accompagné d'une oxydation de la surface [26] . Sur des fibres ligno-cellulosiques comme le jute, Gassan et al. [27] ont montré la formation de groupes carboxyliques après traitement U.V et ont mis en évidence que des conditions de traitement très sévères pouvaient affecter la ténacité des fibres.

2.2.1.6.2. Traitement plasma

Les traitements au plasma ont été testés sur des fibres textiles depuis de nombreuses années. Dès 1962, Stone et Barrett [28] ont montré que sur des fils de coton, ce traitement améliorait les propriétés mécaniques et les capacités d'absorption de la fibre. D'autres auteurs [29] [30] ont confirmé que sur les fibres cellulosiques, il augmente la mouillabilité, l'affinité à la teinture et qu'il conduisait à une oxydation et à une érosion de la surface, conséquence de la dégradation des radicaux libres formés [31]. Cette technologie a également été utilisée pour le greffage de fibres et surfaces cellulosiques [32] [33].

2.2.1.6.3. Traitement corona

Le traitement corona est un traitement similaire au plasma et est basé sur l'utilisation d'électrodes entre lesquelles ont lieu des décharges électriques (DBD : dielectric barrier discharge). Il peut s'opérer dans des conditions normales de température et de pression, à l'air ou sous atmosphère contrôlée. Utilisé au siècle dernier sur des fibres textiles, il peut conduire à une augmentation de la résistance en traction et à l'abrasion. Le traitement corona peut également être utilisé comme technologie de greffage sur des matériaux cellulosiques [34] [35]. Il a également montré ses capacités à améliorer des propriétés mécaniques des composites constitués de fibres traitées [36] [37] [38].

2.2.1.6.4. Rayonnement hauts NRS : rayons gamma et rayons X

Ces traitements modifient considérablement la structure, la réactivité et les propriétés physico-chimiques de la cellulose et des fibres cellulosiques. [39] [40] [41]. Plus la dose de rayons est conséquente, plus la concentration en groupements carboxyles augmente [42] et plus la dégradation s'accroît jusqu'à la diminution de la masse faisant suite à une dépolymérisation [41].

2.2.1.6.5. Conclusion sur ces traitements

De façon générale et dans la plupart des cas il semble que l'apport d'NRS sous forme de radiations (UV, rayons gamma, corona, plasma etc..) conduisent à la création de radicaux libres en surface des fibres. L'évolution de ces radicaux libres dépend de l'atmosphère sous laquelle sont conduites les expériences: sous atmosphère oxydante, il y a oxydation des constituants du bois et formation d'alcool, de cétones et groupement carboxyliques notamment par rupture des liaisons C-C ou C-H ou oxydation des fonctions alcools OH. Il en résulte une augmentation de l'hydrophilie de la surface ce qui ne va pas dans le sens de l'amélioration de la compatibilité fibres-matrice.

Cependant, ces phénomènes d'oxydation peuvent se poursuivre et conduire à une ablation de la matrice en surface. C'est le cas, lorsque la durée du traitement est prolongée ou lorsque la surface est soumise à une quantité d'énergie importante. Cette ablation de matière se traduit par une augmentation de rugosité et de porosité de la surface fibreuse.
En présence d'un polymère, et dans des conditions où la viscosité de celui-ci est suffisamment faible, les chaînes de polymères peuvent remplir ces cavités et créer une adhésion "mécanique". L'interface est alors améliorée non pas en termes de qualité mais par une augmentation de la surface exposée par la fibre. Il en résulte alors des propriétés mécaniques augmentées.

2.2.1.7. Autres méthodes physiques de comptabilisation

Dès le début des années 80, une attention particulière a été portée sur le caractère hydrophile des fibres. Il a été mis en évidence que l'humidité présente dans les fibres cellulosiques conduisait à la formation de vapeur au cours de la mise en œuvre des matériaux composites et notamment au cours de l'extrusion, ces dégagements gazeux conduisent le plus souvent à une augmentation de la porosité du matériau final ce qui diminue sa densité, favorise l'oxydation du mélange au cours de la fabrication de celui-ci aboutissant finalement à un produit fragile et à une durée de vie limitée. Une méthode simple pour pallier à ce problème consiste à chauffer les fibres avant extrusion entre 80°C et 150°C. Par exemple en présence de glycosal [43] ou d'alcool [44] si le traitement a lieu sous une atmosphère autre qu'oxydante, il y a possibilité de greffage en surface de groupements fonctionnels qui peuvent aussi avoir une utilité dans la qualité de l'interface.

2.2.1.8. Méthodes chimiques de comptabilisation: les agents de couplage

L'amélioration de la qualité de l'interface peut également être atteinte en introduisant un "pont" chimique entre les renforts et la matrice. Ce comptabilisant peut être greffé soit sur la fibre soit sur le polymère. Ce concept est aujourd'hui largement utilisé à l'échelle industrielle.

Lorsque le greffage s'effectue sur la fibre, il a lieu généralement sur les fonctions -OH présente dans les polymères constituant le bois. Les procédés mis en jeu sont donc tous des dérivés de la chimie des alcools. Comme nous l'avons souligné à de nombreuses reprises l'interface risque d'être de piètre qualité entre une fibre hydrophile et une matrice hydrophobe. Le greffage sur la fibre aura pour principal objectif de la rendre hydrophobe tandis que celui pratiqué sur la matrice la rendra hydrophile. A ce stade, le terme "compatibilisant " est d'ailleurs plus adapté car les molécules greffées peuvent également favoriser la dispersion des fibres au sein de la matrice lors de la procédure d'extrusion.

Quelques douzaines d'agents de couplage ont fait l'objet de recherche et de façon non exhaustive on peut citer: les silicates, titanates, acides organiques, anhydrides, époxydes, chlorotriazine, iso cyanates, acrylates, amides, imides, silanes et composés polymères. Seuls quelques uns sont réellement utilisés à l'échelle industrielle et notamment:

a. Les polyoléfines "maléiques" qui créent avec les fibres naturelles des liaisons hydrogènes, liaisons uniques et des liaisons covalentes.

b. Les silanes greffés sur les polymères qui peuvent créer des liaisons covalentes avec les groupes hydroxyles des fibres en créant des liaisons Si-O-C.

c. Les téflons (PTFE) modifiés par les acryliques.

2.2.1.8.1. Les polyoléfines greffées à l'acide maléique

Ce sont les polymères greffés les plus utilisés à l'échelle industrielle. Ces entités sont constitués de deux pôles: une chaîne polyoléfine qui peut s'enchevêtrer à la matrice constituée de polymères et une crête "L'anhydride maléique" capable d'interagir très fortement avec la cellulose aux températures d'extrusion, formant des liaisons (hydrogène) uniques voir covalentes. Lorsqu'elles sont covalentes, les réactions se produisent avec les groupes hydroxyles de la cellulose ce qui conduit à la formation d'esters cellulosiques et d'amides.

Les polymères modifiés à l'anhydride maléique sont généralement ajoutés de 1 à 5% [45] en fonction de la masse lors de la mise en œuvre des CBP. Cette fraction d'anhydride ajoutée représente 4 à 20% du coût total du matériau [46].

2.2.1.8.2. Les organosilanes

Les organosilanes les plus utilisés dans le cas des CBP sont essentiellement constitués d'aminosilanes, d'alkoxy silanes à longues chaines et de vinyle alkoxysilane.Typiquement, ces composés sont ajoutés à 3-7% au cours de la formulation [47].

2.2.1.8.3. Les PTFE modifiés

L'un des premiers produits de cette famille a été commercialisé par Mitsubishi Rayon America sous le nom METABLEN. Ce composé est ajouté à quelques pourcentages en masse dans les mélanges classiques bois (20%)/polypropylène (80%).

2.2.1.9. Impacts des traitements sur les propriétés des CBP

Le tableau suivant n'a pas la prétention d'être exhaustif, il reporte quelques exemples d'effets observés sur les propriétés des CBP mis en œuvre avec ou sans traitement chimique.

Tableau III : influence des traitements sur les propriétés mécaniques des CBP

	% agent de couplage (en masse)	Contrainte en traction (MPa)	Contrainte en flexion (MPa)
Kenef (50%) + copolymère éthylène propylène [48]			
- Sans traitement	0	25,58	-
- PP traité MA	3,0	52,47	-
Farine de bois (40%) + HDPE [49] [50]			
- Sans traitement	0	16,68	27,17
- HDPE traité MA	0,5	19,17	33,30
	1,0	21,7	33,78
	1,5	23,58	37,30
	2,5	27,51	42,40
	4,0	30,48	48,19
Farine de bois + HDPE Traitement au vinyltrimethoxy Silane [51]	0	-	29,58±1,72
	2	-	47,71±1,17
	3		48,82±0,83
	4	-	45,92±1,10
	6	-	43,16±1,38
	% agent de couplage (en masse)	Module d'élasticité en traction (MPa)	Module d'élasticité en flexion (MPa)
HDPE + farine de bois [52]			
- Aucun traitement	0	-	1689±68,95
- Silane	1,0	-	1310±68,95
- PFTE modifié	3,0	-	2233±110,32
Farine de bois 60% + HDPE			

(Sans lubrifiant) [53] - Sans traitement - Agent de couplage MA	0 2,0	- -	3585 4206
Farine de bois 60% + HDPE (Avec lubrifiant) [53] - Sans traitement - Agent de couplage MA	0 2,0	- -	3551 4068

2.2.2. Les procédés de fabrication des composites bois-polymères

Les procédés utilisés pour fabriquer des matériaux composites sont multiples. Cependant, dans le domaine du bois-polymère, l'injection, l'extrusion, et le compounding sont les principaux procédés utilisés jusqu'à présent pour fabriquer divers produits. L'industrie du bois a aussi développé ses propres méthodes de fabrication de CBP, généralement par la thermoconsolidation d'un matelas fibreux. Les propriétés des fibres de bois utilisées en renfort font en sorte que certains procédés, tels le thermoformage, la pultrusion, le rotomoulage ainsi que le laminage manuel, sont peu envisageables pour le moment.

2.2.2.1. Le compounding

Le *compounding* qui veut dire composition, est un procédé se comparant à l'extrusion double-vis. Toutefois, le but du *compounding* est de produire les granules de polymère qui serviront à alimenter une presse à injection et des extrudeuses. Cette opération consiste à mélanger, à de très grandes vitesses, les plastiques vierges, les additifs, les fibres de renfort (dans le cas de composites) et les lubrifiants, de manière à produire un mélange homogène. L'extrudât est généralement sous forme de granules de diamètre moyen entre 2 et 5 mm [54] Certains industriels utilisent le *compouding* pour fabriquer directement des produits finis de consommation de conception simple. Dans le cas de composite bois

polymères, des agents antiadhésifs peuvent être ajoutés aux fibres pour réduire leur agglomération et faciliter leur mélange dans la matrice polymérique [55]

2.2.2.2. L'extrusion

L'extrusion est un procédé de transformation en continu grâce auquel on introduit des granulés dans un tube chauffé muni d'une vis sans fin pour la transformer en matériaux composite bois polymères. La matière molle homogénéisée est poussée, comprimée, puis passe à travers une filière pour être mise en la forme souhaitée. Cette machine permet d'obtenir la forme que l'on souhaite. Ainsi on peut réaliser en continu un produit long (tube, tuyau, profilé,) ou plat (plaque, feuille, film). On peut aussi réaliser des formes très élaborées et des profilés creux, avec des surfaces excellentes ne nécessitant pas d'usinage complémentaire. Le produit final sort en continu, et est refroidi pour être ensuite coupé à la longueur voulue.

Il existe aussi des procédés d'extrusion par soufflage et par gonflage. Nous invitons les lecteurs intéressés par ces procédés à se référer à l'annexe 1.

La figure 9 présente le schéma détaillé d'un dispositif d'extrusion.

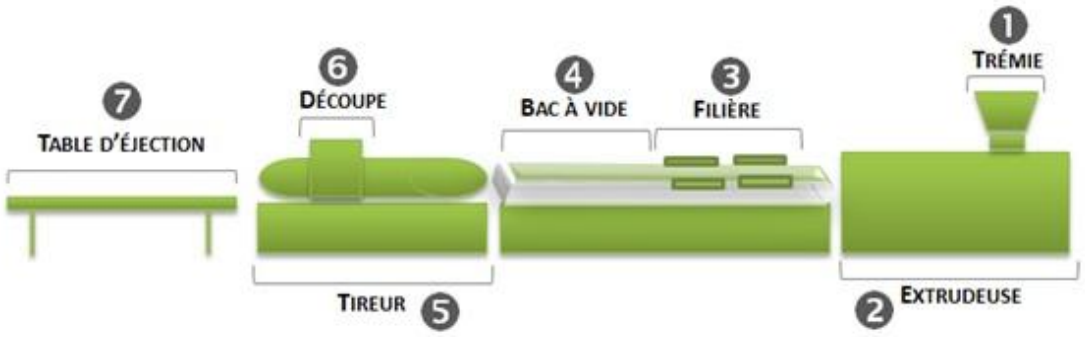


Figure 9 : dispositif d'extrusion (source : tendance composite .com)

1. Trémie : Cylindre dans lequel on incorpore la matière dans l'extrudeuse via cette partie de la machine.

2. Extrudeuse : la matière y est chauffée et compressée de façon à ramollir afin de passer dans la filière.

3. Filière : C'est le « moule » qui va façonner le profil de la matière.

4. Bac à vide : une fois que la matière a pris la forme souhaitée, et est immédiatement refroidie et donc durcie à l'aide d'eau froide.

5. Tireur : parfaitement synchronisé avec la filière, il tire le profilé de cette dernière à la découpeuse.

6. Découpeuse : Elle coupe les lames aux longueurs désirées (généralement 2 à 3m de long).

7. Ejection.

2.2.2.2.1. Extrusion monovis

Dans le domaine de la plasturgie, c'est en 1879 que le premier brevet d'une extrudeuse monovis (Single Screw Extruder, SSE) a été déposé pour isoler des câbles à base de gutta percha [19]. Depuis, cette technologie n'a pas cessé d'être optimisée. Actuellement, les extrudeuses monovis disposent d'un système vis-fourreau constitué d'une vis d'Archimède généralement conique qui tourne dans un fourreau cylindrique régulé en température, et au bout duquel est fixée une filière. L'extrusion reste de loin la méthode la plus répandue pour la fabrication de produits en CBP, notamment avec des extrudeuses monovis. Au cours de l'extrusion, les fibres sont mélangées avec le thermoplastique fondu à l'aide d'un système à vis à trois zones. La vis à trois zones est, aujourd'hui, la plus utilisée (Figure 10).

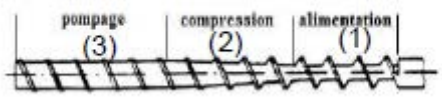


Figure 10. Vis à trois zones [19]

La description de ces trois zones :

- La zone d'alimentation (1) qui possède la profondeur du filet la plus grande et permet l'avancé du polymère.

- La zone de compression (2) qui assure la plastification (fusion) et le dégazage convenable du fondu. Dans cette zone, le diamètre du noyau de la vis augmente constamment (la profondeur du filet est constante).
- La zone de pompage (3) qui permet d'homogénéiser le mélange de polymère fondu et les fibres de renforts. C'est dans cette zone que se déroule la dernière étape du procédé que nécessite parfois l'ajout de blocks de malaxage (kneading blocks) à la même vis. A la sortie de l'extrudeuse se trouve la filière qui donnera la forme finale au matériau extrudé.

D'autre part, il existe différentes vis où la longueur de chaque zone varie (cf figure 11).

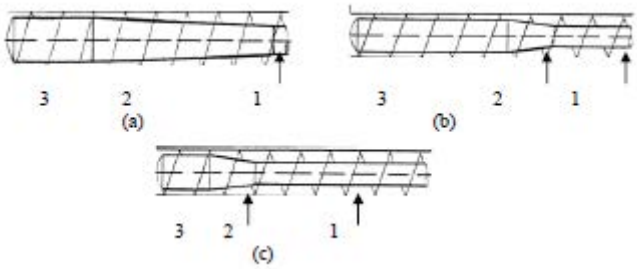


Figure 11. (a) Vis à zone de compression longue, (b) Vis à zone de sortie longue (c) Vis à zone de compression courte [15]

Dans une extrudeuse monovis, le transport des matières premières est assuré par les forces de frottement et son efficacité dépend essentiellement de l'adhérence des matériaux sur le fourreau. L'utilisation de fourreaux très longs, ou de système de refroidissement de la paroi, ou de vitesse de vis importante est souvent nécessaire pour éviter le collage de la matière à la vis. Plusieurs travaux ont mis en évidence l'importance de la géométrie de la vis dans les phénomènes de transport et de fusion du polymère au cours de l'extrusion [19] [56].

Plusieurs paramètres (la vitesse de rotation des vis, le profil de température etc…) du procédé de fabrication influencent considérablement les propriétés du composite bois/plastique. Généralement, l'extrusion provoque une dégradation des fibres et engendre

dans la plupart des cas des cassures [57]. Selon ***Le Baillif et Oksman,*** [58], l'utilisation de températures et/ou de vitesses très élevées provoque une dégradation des fibres. Une étude a été menée par ***Englund et Olson,*** [59] sur des éprouvettes à base de HDPE et de PP et de 60% de Pin. Ces auteurs ont montré que la vitesse de la vis a un effet sur l'absorption d'humidité du CBP et n'influence pas significativement la résistance à la flexion du composite. ***Burgstaller et Stadlbauer,*** [60] ont observé l'influence de ces paramètres au cours d'expériences réalisées sur des CBP à matrice PP renforcées par des fibres de bois ,avec des pourcentages de bois variant entre 30 et 70%. Cette observation a mené aux conclusions suivantes :

- Pour des pourcentages de fibres de bois $\leq 50\%$, les composites sont plus stables au cours du procédé, tandis que dans des conditions extrêmes, la couleur et la résistance du CBP sont fortement modifiées.
- Pour des pourcentages des fibres de bois $\geq 50\%$, il y a une importante influence du cisaillement.

Khalifeh et Clermont [61] ont montré (à l'aide des simulations numériques tridimensionnelles en situation non isotherme, pour des fluides à caractère rhéofluidifiant, anélastiques et viscoélastiques, dans une géométrie de type vis-fourreau et en utilisant la méthode de volumes finis) des courbes caractéristiques d'extrudeuse. En tenant compte des propriétés rhéologiques des fluides, relatives aux variations de viscosité (rhéofluidification) et aux aspects élastiques, les auteurs montrent que les propriétés élastiques et la viscosité influencent clairement les courbes caractéristiques débit-pression en sortie de vis, qui conduit les auteurs à considérer des conditions de fonctionnement différentes suivant la nature du fluide mis en œuvre au sein de l'extrudeuse.

2.2.2.3. L'extrusion bivis

Une extrudeuse bivis comporte deux vis sans fin tournant à l'intérieur d'un fourreau régulé thermiquement (figure 12a). L'extrusion bivis présente certaines particularités (la transformation et la mise en forme des plastiques) comparativement à celle monovis. Elle présente une alimentation plus régulière à cause de son fonctionnement qui ressemble à une pompe à vis et assure l'homogénéité de la matière en phase fondue. En plus, les débits peuvent être augmentés. Parmi les différents types traditionnels d'extrudeuses, on distingue aussi les extrudeuses bivis (Twin Screw Extruders TSE) parallèles co-rotatives et contra-rotatives, les extrudeuses bivis coniques contrarotatives et interpénétrantes ou non (Figure 12 b).

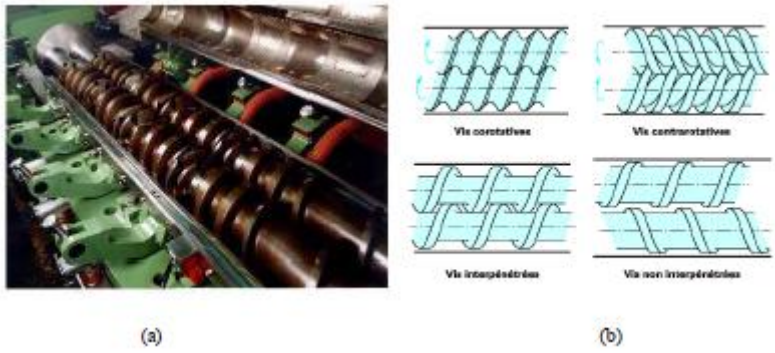


Figure 12. (a) Machine bivis : partie active *(source CLEXTRAL)*

(b) Les principales configurations d'extrudeuses bivis *(source CLEXTRAL)*

Le choix de la configuration adéquate dépend essentiellement de l'action à exercer sur la matière. De nombreux travaux ont été effectués pour étudier l'effet d'extrudeuse bivis sur la matière végétale tels que :

Marechal, [62] qui a analysé les principaux facteurs impliqués dans le fractionnement combiné de paille et de son de blé en extrudeur bivis pour l'obtention d'agro-matériaux. Il a montré une augmentation de l'affinité des fibres pour les résines thermodurcissables en extrudant de la paille et des tiges.

Peyrat, [63] qui a étudié le procédé de transformation thermo-mécano-chimique en extrudeur bivis d'un nouveau composite biodégradable obtenu à partir de maïs, plante

entière. Il a trouvé une modification de la fraction pariétale de la matière végétale afin de lui faire acquérir des propriétés thermoplastiques.

Geneau, [64] qui a analysé le comportement rhéologique du tourteau de tournesol en phase fondue, au rhéomètre capillaire et qui a observé que l'extrusion bivis modérée améliore l'écoulement de ce composite hydraté à 30% et à 120 °C. Par ailleurs, une autre technique a été exploitée par Kasliwal et Jones, [65] pour la fabrication du CBP par un procédé qui soit à la fois dispersif et distributif. Cette technique nécessite un dédoublement de la vis de telle manière que la seconde trémie d'alimentation se trouve dans la seconde zone après les 3 zones pour le polymère (figure 13). Ce système permet aux fibres de bois ajoutées au polymère fondu d'avoir le temps nécessaire pour se mélanger sans une contrainte mécanique trop élevée. Le choix de la température doit être convenable pour que la dégradation thermique de la fibre soit minimale.

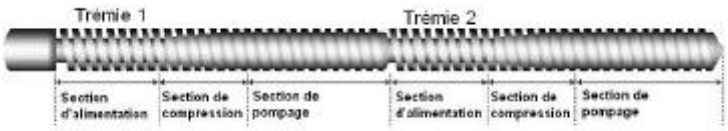


Figure 13. Vis extrudeuse (dédoublement de la vis) [65]

2.2.2.4. Le moulage par injection

L'injection est un procédé semblable à l'extrusion, qui permet de mouler des objets en plastique de forme variée. Il repose aussi sur le principe d'une vis d'Archimède comprenant les zones d'alimentation, de compression et d'homogénéisation. L'injection se différencie de l'extrusion au niveau de l'étape de refroidissement : en extrusion, le refroidissement se produit à l'air ambiant, alors qu'en injection, il a lieu à l'intérieur du moule. Il s'agit donc d'un procédé en semi continu et cyclique comprenant les étapes suivantes [66]:

1- la matière sous forme de granulé est entraînée dans la vis (zone d'alimentation);

2- la matière est fondue sous la chaleur et le cisaillement (zone de compression);

3- la vis recule et véhicule du même coup la matière fondue vers l'avant (zone d'homogénéisation et de dosage);

4- la matière est injectée dans le moule fermé, la vis avance du même coup;

5- la matière est refroidie dans le moule;

6- le moule s'ouvre et l'objet est éjecté;

7- le moule se referme pour permettre une nouvelle injection.

Le moulage par injection offre donc la possibilité de fabriquer des objets de forme plus complexe qu'en extrusion. Bien que l'injection soit plus lente, donc plus coûteuse, cette technologie demeure extrêmement compétitive vis-à-vis des autres méthodes de conception. Ce procédé génère des pressions supérieures à l'intérieur du moule et diminue les propriétés anisotropiques des produits injectés [67]

2.2.2.5. Thermoconsolidation: Procédé de l'industrie du bois

Le procédé de thermoconsolidation est utilisé pour la fabrication des panneaux agglomérés à base de particules de bois. Ces panneaux sont des composites bois polymères. Le polymère est une résine thermodurcissable telle que l'urée formaldéhyde (UF), la mélamine formaldéhyde ou le phénol formaldéhyde. Le procédé de formation des panneaux agglomérés est réparti en diverses étapes [68]:

- le défibrage ou la mise en particules ;
- le séchage;
- l'encollage;
- la formation du matelas;
- le pré-pressage;
- le pressage;

- la découpe et la finition.

Dans le cas des polymères thermoplastiques, il est aussi possible de produire des CBP par thermoconsolidation. Cependant, il est difficile d'obtenir une structure homogène. De manière générale, les CBP à matrice thermoplastique ont des propriétés mécaniques inférieures aux matériaux fabriqués à partir d'une résine thermodurcissable. En plus, la méthode de thermoconsolidation est plus difficile à adapter aux résines thermoplastiques [69].

2.3. Analyse des travaux sur les composites bois polymère

Toutes les études réalisées pour mieux comprendre les CBP ont exploré plusieurs paramètres techniques permettant d'évaluer leurs influences sur les propriétés mécaniques. Ces paramètres sont :

- la taille des fibres ;
- la proportion des fibres ;
- l'humidité des fibres
- le type de polymère etc.

2.3.1. Influence de la quantité de renfort

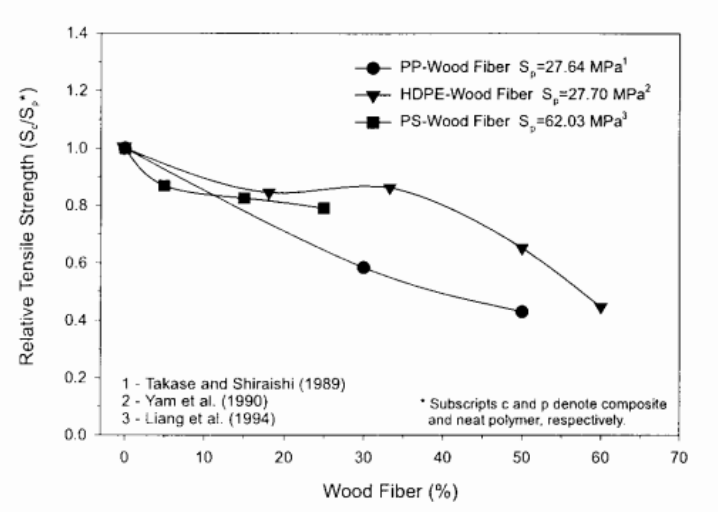


Figure 14 : Résistance à la traction du composite à base de PP, du PEHD recyclé et du PS avec des fibres de bois de renfort [70].

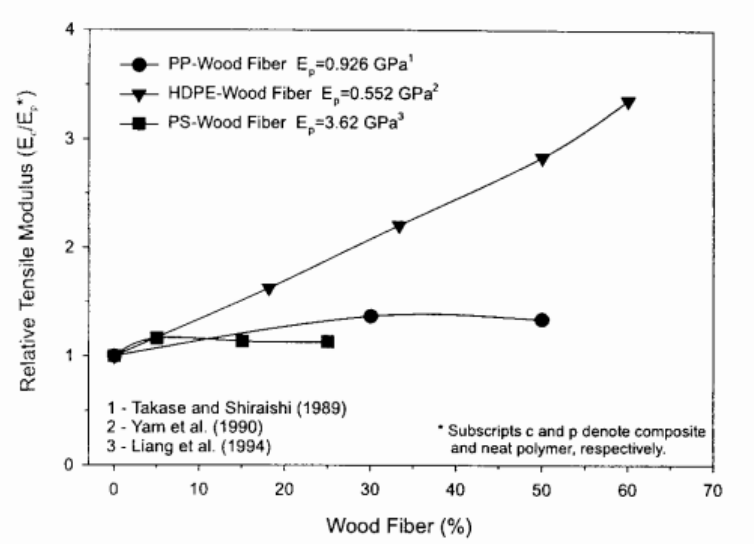


Figure 15 : Module d'élasticité en traction du composite à base de PP, du PEHD recyclé et du PS avec des fibres de bois de renfort [70]

La quantité de renforts a de toute évidence une influence considérable sur les propriétés physico-mécaniques des CBP. C'est d'ailleurs un des paramètres qui a été étudié par plusieurs chercheurs depuis 1980 où les CBP ont connu un essor fulgurant [70]. Dans la fabrication du matériau composite, la matrice sert de lien entre les particules de bois. Pour que toutes les particules soient reliées entre elles, il faut suffisamment de liant (matrice thermoplastiques) pour les enrober. La majeure partie des travaux publiés qui traitent de l'influence de la quantité de renforts s'attelle à trouver des proportions optimales de la matrice thermoplastique et des particules de bois conduisant à de meilleures performances mécaniques. L'ajout du renfort améliore quasi systématiquement les propriétés mécaniques des CBP. Cependant une trop grande quantité de renfort fragilise l'adhésion de l'ensemble matrice-fibres c'est ce qui a été prouvé par [71] [72] [73].

Le module d'élasticité et le module de rupture évoluent différemment en fonction du taux de fibres/particules de bois et de la matrice polymère. De façon générale, on remarque que le module d'élasticité augmente lorsqu'on ajoute des fibres ou des particules de bois. Dans les tableaux IV et V dont les valeurs sont extraites des travaux de [73] [74] [72] on

peut noter une amélioration de la rigidité avec l'augmentation du taux de fibres/particules de bois, quel que soit le type de matrice plastique utilisée sur une plage de 0 à 60%. Ce constat est confirmé sur les graphiques 14 et 15. A ce niveau, les résultats des travaux effectués convergent. Par ailleurs, s'agissant du module de rupture les résultats ne s'accordent pas toujours. Cependant, il faut noter qu'il existe un seuil à partir duquel les difficultés majeures apparaissent d'après [75]. Les CBP dont la matrice est le PEHD présentent une baisse du module de rupture en traction lorsque leur taux de renforts/charges est compris entre 20 et 25% (tableau IV et V).

Il est effectivement assez peu fréquent de trouver dans la littérature, des composites fabriqués par extrusion contenant un pourcentage de bois supérieur à 40/50% pour lesquels il n'y a pas de difficultés lors du moulage. Il faut préciser que les particules de bois se comportent comme une charge. En effet la figure 14 montre que la résistance en traction des échantillons à base de PP, PEHD et PS recyclés, extrudés à double vis, a progressivement diminué avec l'ajout de fibres de bois. Par la suite l'ajout d'agents coupleurs est une solution qui permet d'améliorer les propriétés mécaniques car favorisant l'adhésion fibres/matrice.

Tableau IV : Propriétés mécaniques des CBP utilisant des fibres de bois comme charge pour des matrices à base de PP, PS, HDPE et LLDP [70]

	Polymères	Proportions en particules de bois (% de poids)					
		0	10 à 15	20 à 25	30 à 35	40	50
Module d'élasticité	PP	0,9 à 1,0	1,22	1,55	2,0	2,4	2,85
	PS	1,9	1,7 à 2,0	1,8 à 2,5	1,9 à 2,9	2,0 à 3,3	3,95
	PEHD	1,0 à 1,2	0,8 à 1,1	1,3 à 1,5	1,4 à 1,8	1,6 à 1,8	2,5
	LDPE	0,33	0,43	0,63	0,72	0,77	--
Module de rupture	PP	27 à 34	23,5	23 à 25	16 à 21	20	11,9
	PS	42	36	35	33,8	--	--
	PEHD	25 à 29	24	19	18 à 27	17 à 20	19
	LDPE	10,8	13,1	12,2	11,2	10,7	--

Tableau V : Propriétés mécaniques des CBP en utilisant des fibres de bois comme charge pour PP, PS, et HDPE [70]

Propriétés	Polymères	Proportions en particules de bois (% de poids)					
		0	10	20	30	40	50
Module d'élasticité	PP	1,1	1,22	1,55	2,0	2,4	2,85
	PS	1,5 à 1,7	1,7 à 2,0	1,8 à 2,5	1,9 à 2,9	2,0 à 3,3	3,95
	PEHD	0,81	0,8 à 1,1	1,3 à 1,5	1,4 à 1,8	1,6 à 1,8	2,5
Module de rupture	PP	--	--	--	--	--	26,6
	PS	40,3	35,7	36,4	34,3	29,9	--
	PEHD	--	26,5	25	19	15	--

2.3.2. L'influence de la morphologie du renfort

La taille des fibres joue un rôle important dans la fabrication des CBP. C'est un facteur qui influence les propriétés physico-mécaniques qu'on obtient après extrusion ou injection. Les fibres de bois peuvent se comporter comme un renfort ou une charge selon leur taille. D'après la littérature, le facteur de forme (longueur/diamètre) permet de définir une limite à partir de laquelle on passe de l'état de renfort à celui de charge et vice versa. Selon Migneault (2009) [76] , le facteur de forme influence les propriétés mécaniques, l'absorption d'eau et entraîne un gonflement plus faible. Stark et Sanadi (2000) [77] ont abouti à la conclusion que le facteur de forme est le paramètre prépondérant influençant les propriétés mécaniques. Nicole Stark et Robert E. Rowland [78] trouvent qu'un facteur de forme élevé, augmente la résistance mécanique des CBP. D'après Ryan Gosselin (2005) [79] les fibres de

bois ayant un facteur de forme supérieur à 10 se comportent comme des renforts dans les composites. La sciure de bois a un facteur de forme compris entre 3 et 5 selon Nicole Stark et Robert E. Rowland [78]. Il apparaît alors évident que les particules de bois interviennent comme des charges et non des renforts. Cependant dans certains cas, selon la matrice le facteur de forme ou la granulométrie n'influencent pas les propriétés mécaniques. Notamment lorsque le PVC est associé à un renfort bois. Les études effectuées sur l'influence de la granulométrie et sur les propriétés mécaniques des CBP

n'aboutissent pas aux mêmes conclusions. Aucune conclusion générale ne peut être tirée. Il convient de procéder à l'étude de chaque système composite (renfort/matrice). Le tableau VI donne l'influence de la granulométrie et du facteur de forme des fibres sur les propriétés mécaniques des CBP.

Tableau VI : Influence de la granulométrie et du facteur de forme des fibres sur les propriétés mécaniques des CBP

Matrice	Renfort végétal	Granulométrie / Facteur de forme (FF)	Remarques sur les propriétés mécaniques	Références
PVC	Fibres de bambou Fibres de pin	90 et 125 µm	E, σ_m(traction) supérieurs avec fibres de 125 µm que avec ceux de 90 µm.	[80]
PVC	Divers	250 et 400 µm FF(250 µm) = 11,9 FF(400 µm) = 17,7	Pas d'influence ni de la granulométrie, ni du facteur de forme.	[81]
PP	Copeaux de bois Fibres de bois	150-500 µm 4-25 mm	Pas de différence.	[82]
PP	Fibres de bois	75, 105, 125, 150, 175, 250, 400 et 840 µm	E, σ_m (traction, flexion) maximum avec fibres de 250 µm. Pas d'influence du facteur de forme.	[83]
PP	Fibres de bois	65, 130, 215 et 515 µm, FF compris entre 3,35 et 4,53. FF plus élevés pour 150-180 µm	Influence prépondérante du facteur de forme par rapport à la granulométrie. L'influence augmente avec le taux renfort	[78]
PP	Fibres de bois	75 à 250-595 µm	σ_m (traction) maximum avec fibres de 100-150 µm E(traction) augmente quand granulométrie diminue	[84]
PP, PE	Divers	150, 205 et 355 µm	Aucune tendance claire sauf avec PE : E, σ_m (traction, flexion) maximum avec fibres de 205 µm	[85]
PP, PE recyclés	Divers	150, 250 et 400 µm	σ_m(traction) augmente quand granulométrie diminue σ_m (traction) augmente quand taux renfort augmente E(traction) augmente quand granulométrie augmente E(traction) augmente quand	[86]

			taux renfort augmente REMARQUE : Evolution moins marquée pour composites PP recyclé.	
HDPE	Fibres de bois Copeaux de bois	<0,59 mm 0,59-0,74 mm 0,74-1,18 mm >1,18 mm	E, σ_m(traction) supérieurs avec grosses particules (>1,18 mm) E, σ_m(traction) supérieurs à fort taux renfort (>60%) REMARQUE : Utilisation d'un liant thermodurcissable (thermopressage)	[87]
Epoxy	Chanvre	10-90 µm, 10-30 µm et 10 µm	E, σ_m (traction, flexion) augmentent quand la granulométrie diminue	[88]

Source : [89] E : module élastique ; σ_m : contrainte maximale.

2.3.3. L'influence de l'humidité et de la température

L'eau a de toute évidence un impact négatif sur l'adhésion entre la matrice (hydrophobe) et les particules de bois (hydrophiles). Il est donc préférable et même nécessaire de passer les particules de bois à l'étuve pour éliminer totalement l'eau. On admet toutefois un seuil de tolérance au niveau de l'humidité de 1-3% [70]. L'ajout de bois à une matrice thermoplastique entraînera inévitablement une augmentation de l'absorption d'humidité du CBP. Les chercheurs s'intéressent à l'absorption d'humidité et d'eau. Klason et al (1984) [90] ont exposé des échantillons de CBP (farine de bois et PP respectivement en proportions 40/60) à 50% d'humidité relative pour une température de 23°C pendant 150 heures et ont observé une teneur en humidité de 1,6%. Ils ont remarqué de façon évidente que cette teneur en humidité diminue avec le taux de charge lorsque les mêmes échantillons sont placés dans un bain d'eau à 90°C pendant 7 jours. Par la suite ils ont a mesuré une teneur en humidité de 8 à 10 %. Liang et al (1994) [91] remarquent que l'augmentation de polystyrène dans les CBP réduit l'absorption du matériau.

2.3.4. Influence de la température

Il est primordial de connaitre le comportement des CBP à haute température. La méthodologie adoptée consiste à déterminer les courbes d'ATG de la matrice, des particules de bois et du composite puis de les mettre en relation. L'analyse thermogravimétrique des CBP varie en fonction des quantités de bois mis en jeu [92] du type de polymère, greffé ou non [93] [94] [95]. L'étude des courbes d'analyse thermogravimétriques des CBP se fait conjointement avec celle de l'ATG des particules de bois et celle de la matrice. D'après [92] [96] sous atmosphère d'azote , la matrice perd plus de 98% de sa masse lorsque les températures varient entre (390°C-400°C) et (470°C-510°C). Cette perte de masse est attribuée à la dégradation thermique des chaînes hydrocarbonées et à la production d'hydrocarbures oxygénés, de CO, de CO_2 et de H_2O [97]. L'incorporation de la farine de bois réduit la température de dégradation initiale de la matrice % [98].la décomposition des CBP se fait alors entre 260°C et 320°C qui correspond respectivement aux températures de dégradation des hémicelluloses et de la lignine [99] [100]. Il a été prouvé par [101] [102] [103] lorsque les CBP sont soumis à de hautes températures, la dégradation thermique du bois produit des radicaux libres qui accélèrent la réaction de dégradation du PEHD à haute température.

2.3.5. Influence de la matrice thermoplastique : recyclée ou non

L'usage de matériaux recyclés dans les composites CBP est un souci croissant. Le caractère écologique de ce type de démarche et l'intérêt économique qu'il suscite, ont conduit au développement de la recherche sur le sujet. Nous allons séparer le recyclage des matières biologiques et celui des matières plastiques, en oubliant volontairement de traiter les problèmes de recyclage qui sont propres aux mélanges de constituants. Dans les faits, l'utilisation de matières recyclées est possible ainsi que la réutilisation des CBP pour

en fabriquer de nouveaux. Par contre, la séparation de mélanges hybrides (bois, plastique, résines adhésives) intimement liés n'est en général pas évoquée dans la littérature et semble assez complexe de prime abord. Les CBP sont envisagés, pour l'essentiel, eux même comme un débouché pour le recyclage des matières plastiques.

Les fibres naturelles comme les déchets agricoles, les déchets de construction en bois ou les papiers recyclés, peuvent être utilisées dans les CBP. Ces constituants se comportent alors, sensiblement de la même manière que les autres fibres naturelles, sauf qu'elles peuvent avoir subi un traitement supplémentaire qui risque de les avoir altérés.

Les polymères synthétiques ne sont pas tous recyclables mais les thermoplastiques le sont en général. Leurs propriétés peuvent, cependant, être modifiées de façon plus ou moins importante. Exemple la cristallinité. Lorsqu'on mélange des polymères déjà utilisés, il arrive que certains soient incompatibles. Or le produit recyclé doit être de qualité. Ainsi les produits recyclés au niveau industriel ont une qualité plus constante et reproductible que ceux de type post-consommation.

Les études réalisées sur les CBP constitués de matériaux recyclés montrent qu'il n'y a pas de chute significative des propriétés mécaniques des composites. On distingue quand même trois grandes catégories de conclusions tirées sur ce sujet. En effet, certains auteurs arrivent à la conclusion que les plastiques recyclés utilisés dans les CBP présentent de meilleures propriétés mécaniques par rapport aux plastiques vierges. D'autres prouvent le contraire. *Kazemi-Najafi et al. , (2006),* [104] *Selke et Wichman (2004)* [105], *Adhikary et al. (2008)* [106] font partie de ceux qui ne trouvent pas une différence significative entre les CBP à base de plastiques vierges et ceux fabriqués avec des plastiques recyclés. Pour ce qui concerne la première catégorie, *Mali et al. (2003)* [107] ont signalé que la résistance à la traction et le module d'élasticité des CBP fabriqués à partir de PP recyclés sont plus élevés que ceux fabriqués à partir de PP vierges. Dans ce même groupe, *Ashori et Nourbakhsh (2009)* [108]ont étudié les propriétés en traction et en flexion des

composites fabriqués à partir de plastiques recyclés et de fibres de vieux journaux. Les résultats indiquent que les composites avec PEHD recyclé fournissent des propriétés modérément supérieures, à ceux avec du PEHD vierge. Contrairement à ces auteurs, *Kamdem et al. (2004)* [109] ont constaté que le module de flexion et la résistance des panneaux fabriqués avec du PEHD vierge étaient plus élevés que ceux fabriqués avec du PEHD recyclé. De la même façon, [110] Youngquist et al. (1994) ont montré que, avec le même apport, le remplacement du PP recyclé par le PP vierge dans les CBP entraîne une résistance et une rigidité plus faibles. Le peu d'influence de l'usage de la matière plastique recyclée est confirmé par l'étude de [73]. Les études de [111] *et celles de* [112]démontrent la faisabilité de composites à partir de matières recyclées.

2.4. Conclusion

L'étude de la bibliographie permet de déduire que les auteurs abordent des questions qui traitent des propriétés physico-mécaniques des CBP et des procédés de fabrication. De façon générale, les propriétés mécaniques des CBP sont très variables. Elles changent en fonction de la quantité du renfort, de la morphologie du renfort, du type de matrice, de la technologie de fabrication etc. De façon naturelle, il peut exister un lien mécanique entre les fibres et la matrice thermoplastique. Cependant, ce lien ne garanti pas au matériau une bonne résistance mécanique. C'est la raison pour laquelle, il faut améliorer la compatibilité physico-chimique entre la matrice et les fibres. Plusieurs recherches menées dans ce domaine, restent toujours à l'échelle expérimentale néanmoins, l'anhydride maléique se distingue par son usage à caractère industriel comme agent de couplage. Les procédés de fabrication des CBP restent généralement les mêmes à savoir l'extrusion, l'injection et le compounding. Une étude complète sur les CBP doit tenir compte de tous les facteurs qui influencent ses propriétés mécaniques.

CHAPITRE

3 Matériels et méthodes

3. Matériels et méthodes

3.1. Introduction

Ce chapitre présente d'une part les intrants qui rentrent dans la composition des CBP et d'autre part, les méthodes expérimentales utilisées comme nous l'avons déjà précisé. Un matériau composite est conçu dans le but d'obtenir un matériau dont les performances sont meilleures que les constituants pris isolement. Il est nécessaire de bien connaitre chacun de ces constituants pour ensuite les mettre en relation avec le composite final obtenu.

Le projet d'études que nous présentons est réalisé sous la forme d'un partenariat. Ceci a conduit à la fabrication de matériel expérimental dans deux laboratoires différents (le LERMAB en France et le LEMA au Bénin). Les fibres de bois utilisées dans les deux laboratoires sont les mêmes et proviennent de scieries du Bénin. Les polymères utilisés au LERMAB ont été récupérés sur place. De la même façon ceux utilisés au Bénin proviennent du processus de recyclage sur place. Nous présenterons donc les méthodologies de fabrication des échantillons élaborés de façon artisanale au Bénin et de ceux mis en œuvre en France.

3.2. Description des constituants et méthodologie de préparation

3.2.2. La matrice

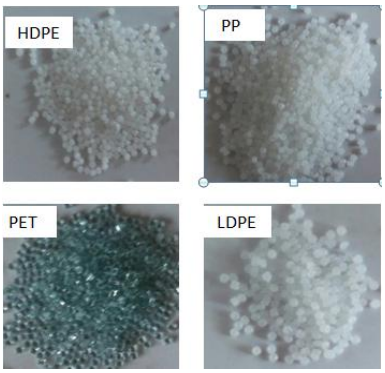


Figure 16 : Granulés polymères

La matrice plastique qui a été utilisée dans la mise en œuvre des CBP est un mélange de quatre polymères thermoplastiques. Dans une perspective de recyclage, les motivations sont souvent différentes. Il est techniquement difficile ou trop coûteux de séparer ces combinaisons de matières plastiques. La performance de ces mélanges est souvent bien inférieure à celle d'un matériau polymère pris isolément puisque les polymères sont immiscibles. Lorsqu'on prend les ordures ménagère de types plastique dans la ville de Cotonou, on y retrouve 3,8% de PET, 85% de HDPE, 7 % de LDPE, 1,2% de PP et 3, % de PUR [8]. Le PUR n'est pas un polymère thermoplastique. Il ne se prête donc pas au recyclage. Nous avons choisi alors de l'éliminer. Les pourcentages des différents polymères changent et deviennent donc

. 3,9% de PET, 87,6% de HDPE , 7,2% de LDPE et 1,2% de PP. Le mélange de ces polymères a été réalisé dans deux laboratoires différents et donc dans des conditions différentes.

La matrice polymère utilisé au LERMAB est constituée de granulés thermoplastiques de diamètre 5mm (figure 16). Il s'agit de polymères commerciaux provenant de la société

Good fellow. Leurs caractéristiques physico-mécaniques sont décrites par le fournisseur dans le tableau VII.

Tableau VII : Caractéristiques physiques et mécaniques de certains polymères thermoplastiques

Polymère	Densité (g.cm^3)	$\sigma_{traction}\left(MPa\right)$	MOE$\left(GPa\right)$
PP	0,9	25-40	0,9-1,5
PEHD	0,95	15-40	0,5-1,2
PEBD	0,92	5-25	0,1-0,3
PET	1,3-1,4	80	2-4
PS	1,05	30-100	2,3-4,1

MOE : Module d'élasticité

Figure 17 : Déchets plastiques utilisés

Le second laboratoire où nous avons préparé la matrice est le Laboratoire d'Energie et de Mécanique Appliquées (LEMA) au Bénin. Dans ce cas, nous avons récupéré des plastiques déjà utilisés. Il s'agit principalement d'emballages de bidons, de sachets plastiques (figure 17). Le code de recyclage de ces plastiques nous a permis de les identifier et donc de les séparer selon leurs types. Nous avons ensuite procédé à leur

nettoyage pour éviter la présence d'impuretés dans la matrice. Après cette étape, On pèse 3,9g de PET , 87,6g de HDPE , 7,2g de LDPE et 1,2 g de PP pour constituer la matrice. A ce niveau, le dispositif de fonte est artisanal.

Au LEMA, suite au tri des déchets effectué sur les décharges d'ordure au Centre de Valorisation des Déchets en Energie Renouvelable et en Agriculture (ValDERA) une classification assez fidèle des déchets a été faite.

Les sept principaux types de plastiques rencontrés sont :

- le polyéthylène téréphtalate (PE) ;
- le polyéthylène haute densité (PEHD) ;
- le polychlorure de vinyle (PVC) ;
- le polyéthylène basse densité (PEBD) ;
- le polypropylène (PP) ;
- le polystyrène (PS).

3.1.1. La sciure de bois

L'essence de la sciure de bois qui a été utilisée dans notre étude est le ***Tectona grandis (teck) et l'Afzelia africana.*** La sciure collectée dans diverses scieries a été tamisée en vue de séparer le matériau en plusieurs classes granulaires. La farine de bois finement moulue provient de matières ligneuses récupérées à la suite des opérations de rabotage, de sciage et de sablage. Les propriétés physiques de la sciure de bois : densité apparente, humidité et masse volumique absolue sont entre autres des propriétés physiques qui varient relativement pour une même essence et selon le lieu de collecte. **Le tableau** VIII résume l'ordre de grandeur de certaines propriétés physiques. La sciure de bois a été tamisée et rangée par diamètre compris entre 0,630mm et 0,160mm (figure 18).

Figure 18 : Sciure de teck tamisée

Nous avons séparé la sciure en trois classes granulaires que nous avons nommées dans le tableau VIII.

Tableau VIII : Propriétés physiques de la sciure de bois par granulométrie

Nomenclature	Compositions granulaires	Masse volumique absolue (g/cm^3)	Densité apparente	Taux d'humidité (%)
G1	0,315mm-0,630mm	0,270	0,126	10,79
G2	0,160mm-0,315mm	0,278	0,161	11,51
G3	0,160mm-0,08mm	0,294	0,171	10,07

3.1.1.1. Tamisage de la sciure

Le tamisage nous permettra de séparer les grains constituant la sciure suivant leur distribution dimensionnelle.

- **Matériel utilisé**
  - des plateaux ;
  - des brosses métalliques ;
  - tamis de diamètre 0,08mm (20) ; 0,160mm (23) ; 0,315mm (26) ; 0,630mm (29) ; 1,25mm (32) ; 2,5mm (35) et 5mm (38) ;
  - une étuve

- **Mode opératoire**
    - sécher le matériau à tamiser à l'étuve avec une température maximale de 105°C pendant 24h ;
    - placer l'échantillon sur la passoire de plus grand diamètre ;
    - tenir la passoire d'une main, légèrement inclinée et l'agiter de long en large en la frappant à chaque oscillation contre l'autre main à la cadence de 125 coups environ par minute ;
    - arrêter le tamisage lorsqu'aucun grain ne traverse plus la passoire pendant une période de 25 secousses sans jamais appuyer sur la toile pour forcer le passage des éléments ;
    - enfin séparer les refus de chaque tamis ; on appelle « refus » sur un tamis le matériau qui est retenu par le tamis.

3.1.2. Préparation des mélanges pour l'extrusion

Au cours de cette étude, les matériaux composites ont été fabriqués à partir d'un mélange de polymères thermoplastiques décrits précédemment et de la sciure de bois. Les mélanges sont réalisés à différentes proportions massiques (20%, 25%, 28%, 30%) en sciure. En premier lieu, la sciure de bois est introduite à l'étuve à 105°C pendant 24h pour éliminer l'humidité qu'elle contient. On prend soin de ne pas dépasser cette température de 105°C pour éviter de dégrader la matière. Cette étape est réalisée avant le mélange avec les polymères. La seconde étape consiste à réaliser le mélange en respectant les proportions massiques. A ce niveau il est primordial d'homogénéiser de façon manuelle l''ensemble sciure de bois et polymères thermoplastiques pour éviter d'avoir une distribution inégale des polymères dans l'échantillon.

3.1.2.1. Extrusion

Les mélanges précédents vont alimenter une extrudeuse dont la principale fonction est de convoyer, de fondre et de mettre en pression la matière introduite dans la trémie pour qu'elle puisse franchir la filière.

L'extrusion est de loin le plus important des procédés de mise en forme des polymères. Le principe de base de l'extrusion monovis est l'utilisation d'une vis sans fin, qui tourne à l'intérieur d'un fourreau cylindrique. Procédé continu, elle consiste en un passage au travers d'un outillage appelé filière. Dans ce cas, les fonctions principales du procédé sont d'assurer la fusion du polymère solide, puis la mise en pression et le mélange du polymère fondu, afin d'alimenter dans de bonnes conditions la filière, qui donnera sa forme au produit fabriqué.

L'état du mélange polymère dans la machine permet de distinguer trois zones.

- La zone d'alimentation : le mélange y est entièrement solide et préchauffé.
- La zone d'homogénéisation dans laquelle coexistent le polymère ramolli et le polymère déjà fondu.
- La zone de compression dans laquelle la matière est totalement fondue et forcée vers la filière.

  Les mélanges ont été extrudés par une monovis de marque coatec mis à disposition au CETELOR (Centre d'Essais Textile Lorrain)

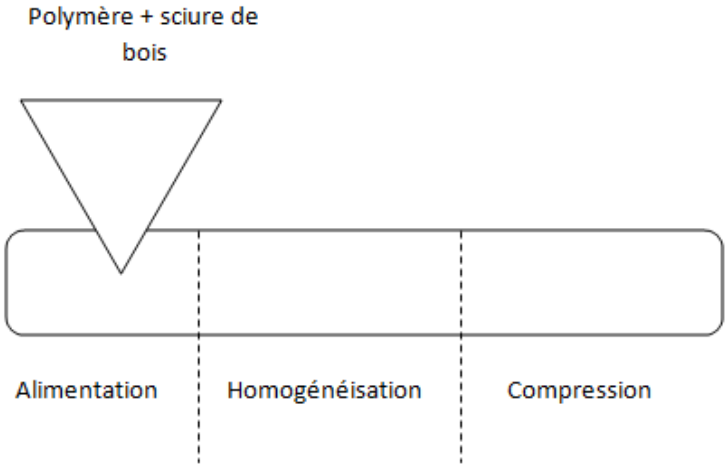


Figure 19 : Principe du procédé d'extrusion

Les températures maximales ont été maintenues entre 175 et 220°C selon la zone considérée et la vitesse de rotation de la vis est fixée à 71 tours/minute.

Figure 20 : Extrudeuse monovis utilisée pour la mise en forme des composites

Tableau IX : températures dans l'extrudeuse

	T min °C	T max °C
Zone 1	165	175
Zone 2	190	200
Zone 3	210	220

3.1.2.2. Le moulage des composites

Figure 21 : Presse chauffante

La compression du composite est effectuée avec l'aide d'une presse chauffante. Elle est constituée de deux plaques dont les températures sont asservies par un régulateur et ajustées comme suit (figure 21):

- Température plaque inférieure : 170°C
- Température plaque supérieure : 150°C

Nous avons utilisé trois types de moule en laiton qui sont disposés sur la presse pour les préchauffer. Les deux premiers permettent d'obtenir les éprouvettes de forme parallélépipédiques de dimensions 100x10x10 mm^3 ou 100x10x4 mm^3

Le troisième moule donne des composites sous forme de plaques de dimensions 100X100X4 mm^3.

Les plaques sont ensuite découpées dans les deux directions.

Le quatrième moule conduit à des composites de géométrie cylindriques (échantillons de diamètre 30mm et de hauteur 30mm)

Ces échantillons sont fabriqués, pour la détermination des propriétés mécaniques en compression. Le moulage des composites s'effectue alors de la façon suivante : une fois le moule rempli, il est placé sur une plaque de la presse chauffante et reçoit son couvercle. La plaque supérieure est ensuite descendue lentement jusqu'à fermeture et maintenue en pression pendant 30 secondes. Pour finir, le moule est retiré de la presse puis refroidi par exposition à l'air, avant démontage de l'éprouvette de composites.

Figure 22 : Echantillon cylindrique

Cependant cette méthode présente de nombreuses insuffisances après le démoulage.

On peut noter :

- La présence de vides dans le composite
- Les formes irrégulières des échantillons obtenus
- La mauvaise répartition de la matrice dans le composite (due au passage)

Pour résoudre difficultés dues au moulage, nous avons procédé à la conception d'un autre moule permettant d'avoir :

- Quatre échantillons de dimensions normalisées NF-EN180527-1 et NF-EN180527-2
- De résoudre le problème de la présence des vides grâce à la méthode de l'injection sous pression
- De donner à l'échantillon une forme régulière facilitant la reproductivité des résultats

La méthode de moulage est la suivante :

- Introduction du mélange polymère/sciure de bois dans la trémie.
- Chauffage du moule à 120°C.

Cette température a été retenue après plusieurs manipulations.

En effet lorsque le moule est préchauffé à une température supérieure à 120°C, il produit des échantillons contenant des vides car à cette température la chaleur du moule crée des bulles d'air dans la forme visqueuse du mélange.

Si le moule est préchauffé à une température inférieure à 120°C, le mélange refroidi très vite et peine à se répartir dans le moule.

- Vissage du moule à la sortie de l'extrudeuse. Le mélange chaud est injecté dans le moule. Il faut compter au moins 1h30 pour le refroidissement du moule et par la suite le démoulage.

Figure 23 : Eprouvettes d'essais de traction

-

-

Figure 24 : Moule métallique

3.1.3. Mise en œuvre artisanale

Ne disposant pas d'extrudeuse au Bénin, un dispositif de fabrication artisanale des CBP a été mis au point. Il est basé sur la fonte des polymères et l'habileté du manipulateur. Le contrôle de la température y est partiel. Les températures de fonte y sont donc légèrement variables. Ce dispositif a été conçu pour faciliter la fabrication du composite bois plastique en déployant peu de moyens financiers. Il est composé de quatre parties essentielles

- le souffleur : comportant une hélice, il est alimenté par une tension électrique qui provoque la rotation de l'hélice créant ainsi le mouvement de l'air (figure 25),
- le fourneau : il reçoit de l'air du souffleur qui active de façon constante le feu créé dans le fourneau à base de coques de palmier ou de charbon (figure 25),
- le récipient : les sachets recyclés y sont introduits et il est posé sur le feu jusqu'à la fonte complète des sachets (figure 25) ;
- le mélangeur : il est constitué de palettes disposées de façon à réaliser un mélange homogène après fonte des sachets (figure 25)

Figure 25 : Dispositif artisanal

3.1.3.1. Méthode de fabrication des composites bois polymères

Le processus de fabrication des composites bois polymères comporte plusieurs étapes respectant des techniques précises. La moindre erreur intervenant dans le processus conduit à un produit final de mauvaise qualité. Les différentes étapes de la fabrication sont :

- La fonte des déchets plastiques ;
- le refroidissement de la matrice ;
- le mélange de la colle et de la sciure ;
- le moulage.

3.1.3.2. La fonte des déchets plastiques

Dans la fabrication du composite bois plastique, les déchets représentent le liant. Pour cela, ils doivent être fondus jusqu'à liquéfaction (cf figure 26). Ceci n'est possible qu'à une température supérieure à 282,5°C. Les déchets plastiques recueillis sont donc introduits dans le récipient réservé à cet effet. La fonte est contrôlée de façon à avoir une bonne viscosité. Lorsque le liant perd de sa viscosité, le composite obtenu est très friable. Cet état de chose est dû au fait que le liant a perdu sa propriété d'adhésion.
Étant donné que la température de fonte des déchets plastiques de type PEHD est plus élevée que celle des plastiques de type PEBD qui, à leur tour, est plus élevée que celle du polystyrène, lors de la fonte, on introduit les plastiques dans le récipient en respectant l'ordre PEHD, PEBD et PS pour éviter les risques éventuels de perte de viscosité et de calcination.

Figure 26 : Déchets plastiques fondus

3.1.3.3. Le refroidissement de la matrice

Etant donné qu'on n'a pas la possibilité de contrôler la température du mélange, la matrice obtenue à la fin est souvent à une température entre 260°C-280°C. A cette température, une fois introduite, la sciure de bois se carbonise et les composites obtenus par la suite ont une faible résistance mécanique. Il est donc recommandé de laisser la colle refroidir jusqu'à une température de 180°C. Le refroidissement est fait de différentes

manières. Soit en laissant la matrice exposée à l'air pendant une durée donnée soit en versant de l'eau sur les parois du récipient.

3.1.3.4. Le mélange de la matrice et de la sciure

Le mélange est obtenu après refroidissement de la colle. La sciure pesée est progressivement introduite dans le récipient pendant que le mélangeur tourne. Lorsque toute la sciure est introduite dans le récipient, le mélangeur homogénéise l'ensemble sciure-colle (voir figure 27). Le mélange doit être le plus homogène possible.

Figure 27 : Etape de mélange de la colle et de la sciure

3.1.3.5. Le moulage

À cette étape le mélange est sous forme pâteuse, on le renverse alors dans un moule pour avoir la forme que l'on désire (voir figure 28). La nature pâteuse du mélange et la température à laquelle ce dernier se trouve font qu'il libère des poches d'air : pour éviter que ces bulles d'air ne pénètrent dans le composite, on renverse le composite de façon continue en remuant le mélange. Cette étape est déterminante car lorsque le moulage est mal réalisé parce que l'air s'est introduit dans le composite, il se créé des zones de faiblesse diminuant ainsi considérablement les propriétés mécaniques.

Figure 28 : Principe de moulage

3.1.3.6. Usinage des composites

À cette étape, les panneaux composites sont réalisés dans des moules parallélépipédiques de dimensions 50x20x8cm^3. Il faut donc procéder à l'usinage pour obtenir les dimensions des échantillons à tester au laboratoire pour les essais mécaniques de traction et de compression. L'usinage a été réalisé au Centre de Conception Mécanique d'Usinage et de Forge (CCMUF) sis à Abomey-Calavi (Bénin) qui est spécialisé dans la maintenance des équipements industriels et de bâtiment.

3.2. Tests physico-chimiques

3.2.1. La masse volumique

- **Définition**

C'est le rapport de la masse de l'éprouvette sur son volume. Le but de l'essai est de déterminer le poids par unité de volume des CBP.

- **Principe**

L'essai consiste à déterminer la masse et le volume des différentes éprouvettes confectionnées pour ensuite déterminer la masse volumique.

- **Matériel utilisé**

  - Logiciel autocad 2010 pour la modélisation (voir annexe 4);
  - une balance électronique.

- **Méthodologie**

Prendre la température du milieu ambiant.

Peser à l'aide d'une balance les éprouvettes. Soit m leur masse

.Déterminer le volume V d'un échantillon par modélisation numérique

Connaissant le volume et la masse, la masse volumique ρ peut être déterminée par la formule suivante.

$$\rho = \frac{m}{V}$$

3.2.2. Analyse thermogravimétrique

- **Principe et but**

L'analyse thermogravimétrique (ATG) permet de suivre le changement de masse d'un échantillon sous une variation de température ou sur un palier de température. Cette mesure se fait sous atmosphère d'azote N_2 et permet d'apprécier le comportement du matériau sous l'effet de la chaleur.

Figure 29 : Echantillon de matériaux composites

On pèse 80mg d'échantillon (voir figure 29) découpé en plusieurs parties fines que l'on introduit dans le four.

On procède dans un second temps à la programmation de l'augmentation de la température.

La vitesse de chauffage est alors de 2K/min sous azote et de débit 20Ml/min

- **Principe de l'essai :**

Un échantillon de matériau composite de fibres de bois ou de polymère thermoplastique est soumis de façon croissante à l'effet de la chaleur et on note la masse correspondante.

- **Matériel**

L'ATG se fait avec un analyseur thermique de marque SETRAM SETSYS mis à disposition par le LERMAB.

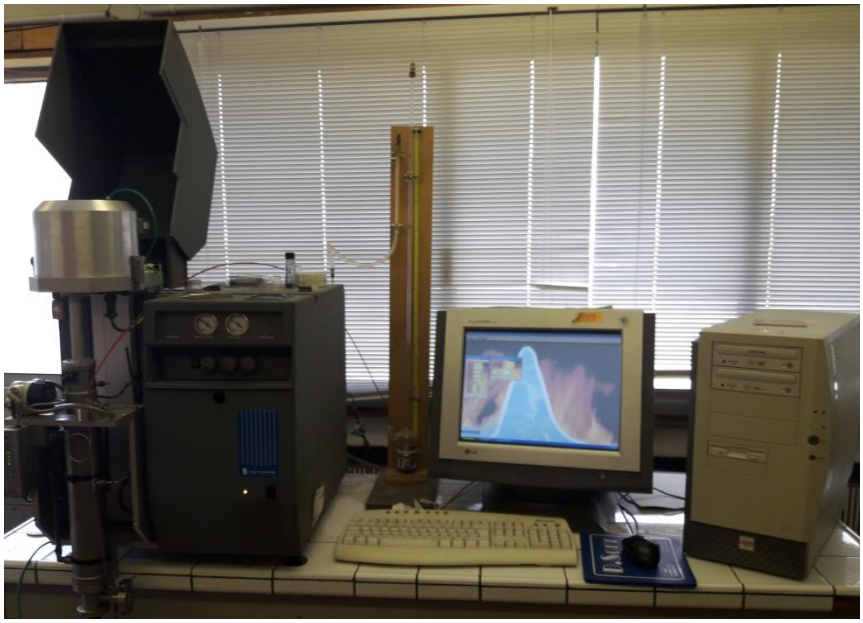


Figure 30 : Dispositif d'ATG de marque SETRAM SETSYS

Le dispositif est relié à un calculateur qui trace :

- la courbe d'évolution de la masse en fonction de la température,

  $\frac{m}{m_0} \times 100 = f(K)$ avec m la masse sous l'effet de la température K en kelvin ;

  m_0 la masse initiale de l'échantillon.

- la courbe d'évolution de la masse en fonction du temps $\frac{m}{m_0} \times 100 = f(t)$ avec m la masse à l'instant t ; m_0 la masse initiale de l'échantillon.

3.2.3. Analyse chimique des constituants de la sciure de bois

- **But**

Le but de ce test est de caractériser la sciure de bois par la détermination du taux des constituants chimiques, à savoir l'holocellulose, la lignine, la cellulose et les cendres .La méthode utilisée consiste à extraire, la lignine, l'holocellulose et la cellulose.

3.2.3.1. Extraction de l'holocellulose

- **Mode opératoire**

Peser 1,5 g de sciure sèche extraite préalablement séchée à 105°C à l'étuve pendant 15 à 24h.

Préparer une solution contenant 1 g de NaCLO2 et 1 mL de CH3COOH dans 125 mL d'eau distillée.

Introduire la sciure de bois dans cette solution. L'ensemble est maintenu sous agitation magnétique pendant 2 à 70 °C.

Répéter l'ajout des réactifs jusqu'à obtention d'un résidu solide blanchâtre.

Filtrer le précipité solide d'holocellulose sous vide sur un verre fritté préalablement séché et pesé à vide. Le laver plusieurs fois à l'eau distillée puis sécher à 40°C à l'étuve pendant 24h.

3.2.3.2. Extraction de la cellulose avec du HCl

Pour éliminer les hémicelluloses et extraire la cellulose pure il faut :

Traiter l'holocellulose avec 2,5 N à 100°C pendant 4h.

Préparation de la solution HCl.

Prélever 207 mL d'acide et compléter à 1L avec de l'eau distillée.

Filtrer la cellulose.

Rincer avec 100 mL d'eau desionisée.

Sécher à 40°C toute une nuit.

- **Matériel**

  Extracteur de Soxhlet.

  Büchner avec filtre.

  Solution d'éthanol-toluène.

3.2.4. Analyse au microscope électronique à balayage

Les propriétés morphologiques des échantillons ont été analysées en utilisant un microscope électronique à balayage sur un modèle HITACHI TM-3000. On fait une entaille du faciès de rupture ensuite l'échantillon est introduit dans la console.

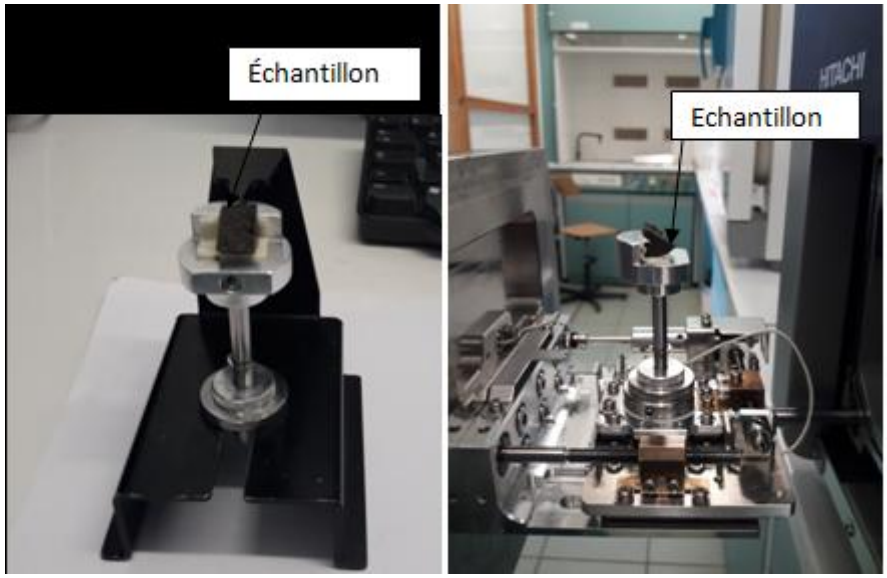


Figure 31 : Préparation de l'échantillon pour la vue au MEB

3.2.5. Test de traction

- **Principe**

L´éprouvette est allongée le long de son axe principal à une vitesse constante jusqu´à sa rupture ou jusqu´à ce que la contrainte (charge) ou la déformation (allongement) ait atteint une valeur prédéterminée. La charge supportée par l´éprouvette et son allongement sont mesurés pendant l´essai.

Figure 32 : Dispositif de traction marque INSTRON

- **Appareil**

Modèle INSTRON 4467 (figure 32)

Eprouvette de traction

Selon la norme 5 éprouvettes sont nécessaires. Chacune d'elles a les dimensions ci-après (voir figure 33)

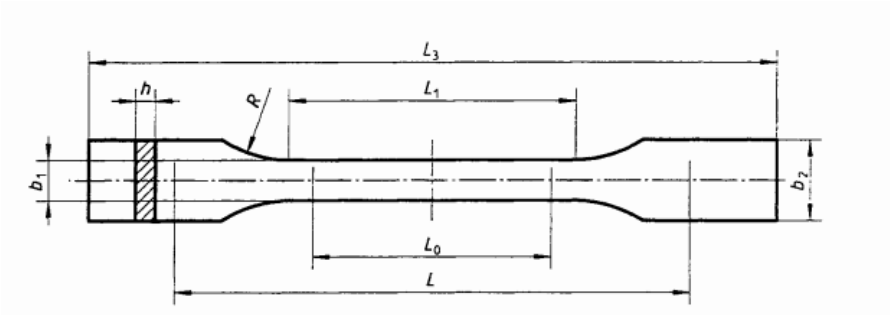


Figure 33 : Eprouvette de traction

Longueur totale, L_3=150mm

Longueur de la partie étroite parallèle, L_1= 60 ± 0,5mm

Rayon , R=60mm

Largeur aux extrémités, 20 ± 0,2

Largeur de la partie étroite, b_1=10 ± 0,2

Épaisseur, h=4

Longueur de référence, L_0

Distance initiale entre mors, 115 ± 1

- **Calcul des déformations**

Le calcul des déformations relatives se fait sur la base de la longueur de référence de l´éprouvette la formule de calcul est donnée par la suite.

$\varepsilon = \frac{\Delta L_0}{L_0}$ est la valeur de déformation concernée exprimée comme un rapport sans dimension en pourcentage.

L_0 est la longueur de référence de l'éprouvette en mm.

ΔL_0 est l'accroissement.

- **Calcul du module**

Le calcul du module d´élasticité (module de Young) se fait sur la base de deux valeurs de déformation.

$$E_t = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1}$$

E_t : est le module d´élasticité en traction, exprimé en MPa;

σ_1 : est la contrainte, en MPa mesurée à la valeur de déformation $\varepsilon_1 = 0{,}0005$;

σ_2 : est la contrainte, en MPa mesurée à la valeur de déformation $\varepsilon_2 = 0{,}0025$;

3.2.6. Test de compression

- **But**

L'essai vise à déterminer la résistance maximum en compression et de caractériser le matériau composite à l'aide de la courbe de la contrainte en fonction du déplacement selon la norme NF EN ISO 14126.

.

- **Principe**

Les éprouvettes cylindriques de diamètre 29mm et de hauteur 35±2 sont soumises à un effort unidirectionnel. La déformation est notée de façon proportionnelle à l'effort appliqué.

Figure 34 : Dispositif d'essai de compression

- **Matériel**

  - Presse de Modèle INSTRON 4467 (figure 34)

    Eprouvette en compression cylindrique (voir figure 22)

- **Calcul des déformations**

Le calcul des déformations relatives se fait sur la base de la longueur de référence de l´éprouvette la formule de calcul est donnée par la suite.

$\varepsilon = \frac{\Delta L_0}{L_0}$ est la valeur de déformation concernée exprimée comme un rapport sans dimension en pourcentage.

L_0 est la longueur de référence de l'éprouvette en mm.

ΔL_0 est l'accroissement

- **Calcul du module**

Le calcul du module d´élasticité (module de Young) se fait sur la base de deux valeurs de déformation.

$$E_t = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1}$$

E_t : est le module d´élasticité en traction, exprimé en MPa;

σ_1 : est la contrainte, en MPa mesurée à la valeur de déformation $\varepsilon_1 = 0{,}0005$;

σ_2 : est la contrainte, en MPa mesurée à la valeur de déformation $\varepsilon_2 = 0{,}0025$;

3.2.7. Test de flexion

Pour les tests de flexion, les échantillons en matériaux composites et en plastiques ont suivi la norme NF EN ISO 14125.

- **Principe**

L'éprouvette, supportée comme une poutre, est soumise à une flexion, à une vitesse constante, jusqu'à la rupture de l'éprouvette ou jusqu'à ce que la déformation ait atteint une valeur prédéterminée. La force appliquée à l'éprouvette et la flèche sont mesurées pendant l'essai. La méthode est utilisée pour étudier le comportement en flexion des éprouvettes et pour déterminer la résistance à la flexion, le module de flexion et d'autres aspects du rapport contrainte/déformation en flexion dans les conditions définies. La méthode s'applique à une poutre supportée librement, chargée en trois points.

Figure 35 : dispositif d'essai de flexion

- **Matériel**

Modèle INSTRON 4467 (figure 35)

Eprouvette de forme parallépipédiques 4×10×80mm^3 reposant sur deux appuis (voir figure 35)

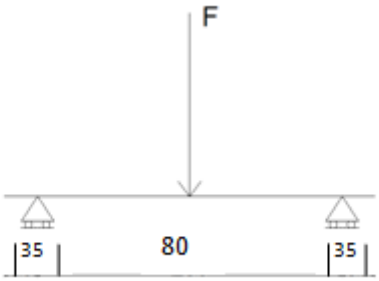


Figure 36 : schéma de principe pour le test de flexion

- **Calcul de la contrainte appliquée et du module d'élasticité**

Calcul de la contrainte en flexion σ_f, exprimée en MPa, à l'aide de l'équation suivante:

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2bh^2}$$

F est la force (charge), en newtons;

L est la portée, en millimètres;

b est la largeur, en millimètres, de l'éprouvette;

h est l'épaisseur, en millimètres, de l'éprouvette.

Le calcul du module d'élasticité en flexion E_f exprimé MPa, à l'aide de l'équation ;

$$E_f = \frac{L^3}{4bh^3} \times \left(\frac{\Delta F}{\Delta s}\right)$$

où Δs est la variation de flèche entre deux positions ;

ΔF est la variation de force entre deux positions

3.3. Conclusion

Cette étude a été faite en réalisant des tests physico-chimiques et des tests mécaniques sur les CBP. L'extraction de l'holocellulose et de la cellulose a permis de déterminer les différents constituants chimiques de la sciure de bois utilisée pour fabriquer les CBP. Grâce à l'analyse thermogravimétrique, effectuée sur la sciure de bois, la matrice thermoplastique et les échantillons de composite, le comportement thermique des CBP entre 20°C et 600°C a été déterminé. Le comportement mécanique des CBP a été étudié par des tests de traction, compression et flexion qui ont été effectués sur des échantillons fabriqués au LERMAB par extrusion et sur des échantillons fabriqués de façon artisanale.

CHAPITRE

4 Résultats et discussions

4. Résultats et discussions

4.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous analysons les résultats obtenus à l'issu des tests physico-mécaniques. L'analyse thermogravimétrique et les tests chimiques effectués sur la sciure de bois sont interprétés et mis en relation avec les résultats physiques de la matrice thermoplastique pour mieux appréhender les propriétés physiques des composites bois polymères. L'analyse des propriétés mécaniques s'est faite en évaluant l'effet de l'ajout de la sciure de bois sur la matrice thermoplastique. Nous avons donc observé les résultats des tests de traction, compression et flexion réalisés pour la matrice et interprétés par la suite ces résultats. Une comparaison sommaire a été faite entre les propriétés mécaniques des échantillons fabriqués par le procédé d'extrusion et ceux fabriqué par le procédé artisanal pour faire ressortir les avantages et les inconvénients de chacun de ces procédés.

4.2. Caractérisation de la sciure de bois

4.2.1. Tests chimiques

Le diagramme suivant présente les résultats de l'analyse chimique effectuée sur les deux essences de bois qui ont été utilisées pour notre thèse.

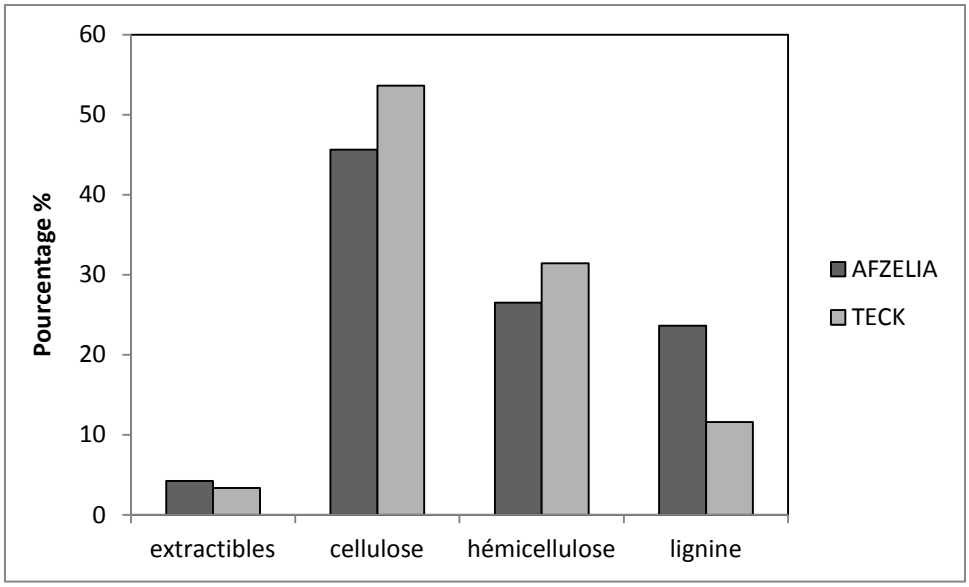


Figure 37 : Taux des constituants chimiques pour deux essences de sciure de bois

Sur le diagramme de la figure 37 on remarque bien que le taux d'extractible est presque pareil pour les deux essences. Cette légère différence entre les taux ne donne pas vraiment d'information sur la nature de la sciure de bois.

Il existe un écart de 8% entre le taux de cellulose de l'***afzelia africana*** et celui du ***tectona grandis***. Cet écart est ramené à 4% lorsqu'il s'agit des proportions d'hémicellulose en remarquant que l'***afzelia africana*** présente des taux de cellulose et d'hémicellulose plus faible que ceux du ***tectona grandis***. Avec un pourcentage de lignine de 23,6% , (voir tableau X) l'***afzelia africana*** contient une plus forte concentration de lignine que le ***tectona grandis***. Les taux enregistrés pour les constituants chimiques restent conformes à ceux de la littérature [113] [114] concernant l'analyse chimique du bois.

Tableau X : Taux des constituants chimiques en pourcentage

Biomasse	Taux d'humidité	Taux d'**extractibles** par rapport à la masse anhydre	Taux de **cellulose** par rapport à la masse anhydre	Taux d'**hémicellulose** par rapport à la masse anhydre	Taux de **lignine** par rapport à la masse anhydre
Afzélia	4,6±0,6	4,2±0,4	45,6±1,6	26,5±1,6	23,6±0,3
Teck	3,9±1	3,4±0,8	53,6±4,1	31,4±1,3	11,6±2,0

4.2.2. Analyse thermogravimétrique

Le diagramme de la figure 38 présente les spectres ATG et DTG de la sciure de bois de granulométrie G1[5] .

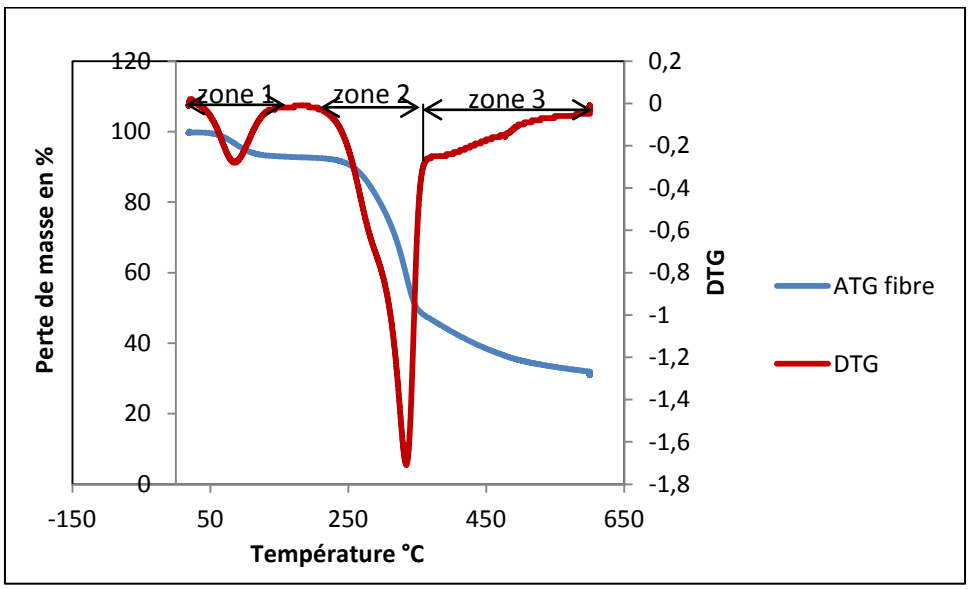


Figure 38: Analyse thermogravimétrique de la sciure de bois

L'analyse thermogravimétrique donne des informations sur la stabilité thermique des composites. Comme on peut le constater sur la figure 38, la courbe relative à l'ATG peut se décomposer en trois zones :

- Entre l'ambiante et 110°C pour la zone 1.
- Entre 242°C et 350°C pour la zone 2.

[5] G1 : sciure de bois dont la granulométrie est comprise entre 0,315mm et 0,630mm

- Au delà de 350°C pour la zone 3.

La zone 1 voit la masse diminuer entre l'ambiante et 110°C puis se maintenir constante jusqu'à 242 °C. La courbe DTG correspondant à cette zone montre un pic franc qui met en évidence le fait que la vitesse maximale de perte de masse se situe aux alentours de 88°C.

La deuxième zone de perte de masse caractéristique s'étend entre 242°C et 350°C. Dans cette plage de température, un échantillon initial (ramené à 100%) perd approximativement 37 % de sa masse initiale. Dans cette zone, si l'on examine le spectre DTG, on observe un pic avec un maximum noté au environ de 334°C. Ce pic n'est pas symétrique puisque l'on note un épaulement jusqu'aux températures proches de 310°C avec des vitesses de décomposition légèrement plus faibles que celles observées entre 310°C et 334°C. Sans aller trop loin dans l'interprétation que l'on détaillera plus loin, cet épaulement met en évidence des phénomènes complexes qui ont lieu en même temps lors de la décomposition.

La troisième zone s'étale entre 350°C et la température finale de l'expérimentation. Elle voit la masse continuer de décroitre de façon quasi linéaire ce qui se traduit sur la courbe de DTG par une vitesse quasi constante. Dans cette gamme de température, 100 mg de sciure initiale perdent environ 20% de leur masse. Le spectre ATG obtenu est semblable à ce que l'on trouve dans la littérature [92] même si dans notre cas, à 600°C, la masse résiduelle est supérieure à celle que d'autres auteurs on observé pour des bois de composition similaire.

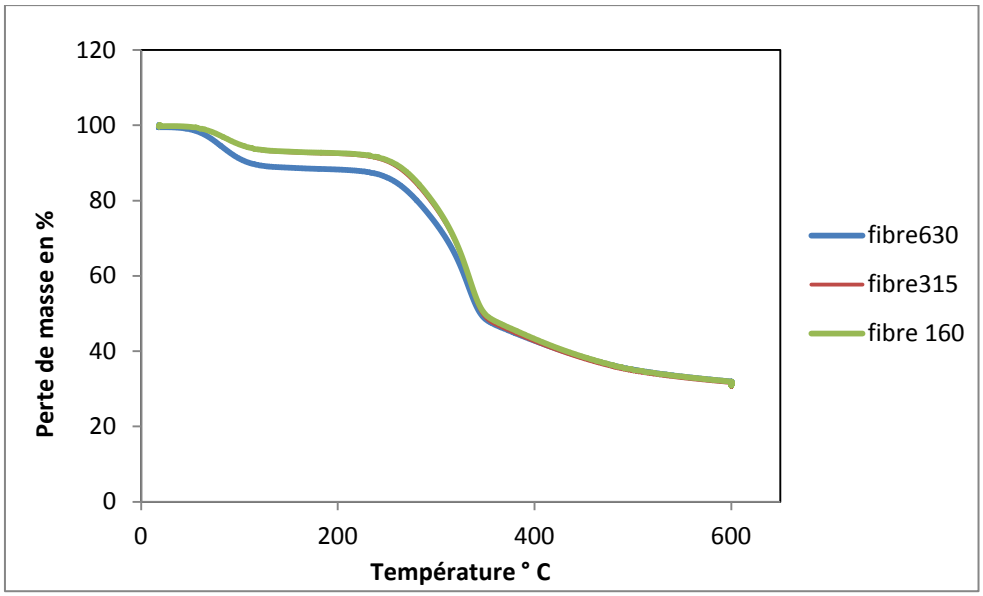


Figure 39 : Analyse thermogravimétrique par granulométrie de la sciure

Pour cette étude, nous avons effectué le test thermogravimétrique pour des échantillons de farine de bois de granulométrie G1, G2 et G3 représenté sur la figure 39 par les noms «fibres 630 », «fibres 315 » et «fibres 160 ». On remarque que ces courbes se chevauchent de façon quasi systématique. On ne note aucune différence entre l'ATG des « fibres 315 » et celle des « fibres 160 ». Cependant on constate une légère différence avec l'ATG des « fibres 630 » qui serait dû à une inhomogénéité de l'échantillon.

Une interprétation des 3 zones de perte de masse de la figure 38 permet d'en déduire que :

- La première étape correspond à la perte d'eau contenue dans la sciure de bois. En effet la perte de masse d'environ 4% pour une température supérieure ou égale à 85°C est la même que l'humidité de la sciure déterminée lors de l'analyse chimique (environ 4% d'après le tableau X).

Pour les zones suivantes, il est bon de rappeler que les particules de bois sont composées de trois éléments principaux (cellulose, hémicellulose, lignine) qui se dégradent de la façon suivante lorsqu'elles sont soumises à de fortes températures :

Les hémicelluloses ont une forte sensibilité lorsqu'elles sont soumises à l'effet de la chaleur. En effet elles se décomposent dans un domaine de température compris entre

200 et 260°C [99]. Cette décomposition se fait en deux étapes dont la décomposition du polymère en fragments puis conversion en unités monomères se décomposant ensuite en produits volatiles.

D'après Shafizadeh [115], la cellulose quand à elle, se dégrade entre 240°C et 300°C. Et la lignine se décompose entre 280°C et 500°C [116] [117] (figure 40).

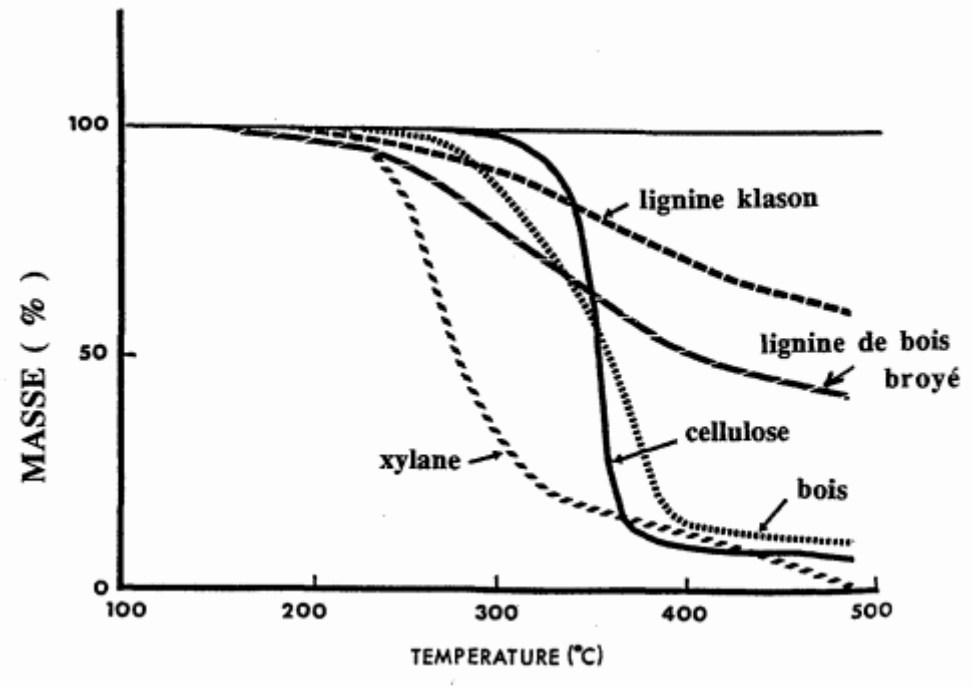


Figure 40 : Pertes de masse en fonction de la température des différents constituants du bois (d'après Shafizadeh, 1917) [100]

En se référant aux trois étapes de la décomposition décrites sur la figure 37, on peut conclure que :

Entre 88°C et 333°C, la cellulose et les hémicelluloses se décomposent totalement et lorsque la température est supérieure à 333°C la lignine se dégrade. Le tableau XI permet de résumer le processus de décomposition de la sciure de bois d'après les résultats de l'ATG en fonction de la température.

Pour clore cette petite étude sur l'interprétation des résultats obtenus et l'allure des spectres ATG et DTG, nos résultats sont accord avec ceux de la littérature.

Pour faciliter la lecture des interprétations, nous avons synthétisé les phénomènes dans le tableau XI.

Tableau XI : Récapitulatif de la décomposition de la sciure de bois d'après les résultats de l'ATG en fonction de la température.

Température T°C	20°C -110°C	242°C-350°C	350°C-600°C
% de perte masse, entre	4,6%-6%	36,5%-37%	28%-29%
Conclusions	Perte d'eau	Dégradation de la cellulose et des hémicelluloses	Dégradation de la lignine

4.2.3. Etude microscopique de la sciure de bois

L'étude de la microstructure de la sciure de bois a été réalisée à l'aide d'un microscope électronique à balayage de marque « HITACHI ». La figure 41 permet d'observer une coupe transversale d'un élément de la fibre de bois sur un faciès de rupture d'un composite bois polymère.

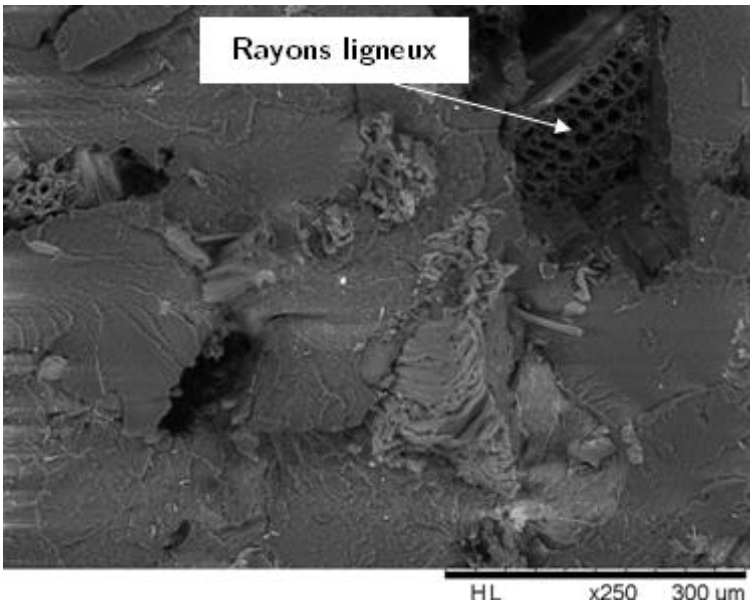


Figure 41 : Faciès de rupture d'un CBP au MEB

On remarque tout de suite la présence de nids intercellulaires sous forme de cavités longitudinales. Cette disposition est caractéristique des rayons ligneux. La figure 41 montre une vue au grossissement x250 de la sciure de bois de façon générale, il apparaît des tubes horizontaux connus sous le nom de trachéides. Ce sont des cellules allongées dans la direction horizontale et qui jouent le rôle de conducteur de la sève .La microstructure de la sciure de bois observé au MEB, s'apparente à celle d'un bois résineux (cf. figure 42). On peut aussi remarquer que des microfibres sont juxtaposées les unes à côté des autres formant un ensemble relativement solide.

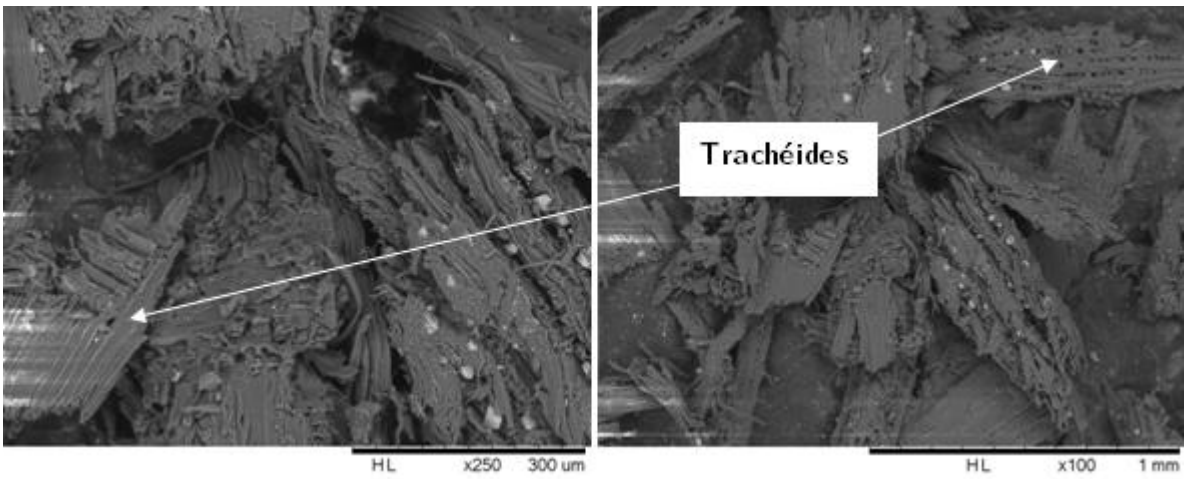


Figure 42 : Vue au MEB de la sciure de bois

4.3. Etude préliminaire : analyse du mélange PET et PP

Dans cette étude préliminaire, nous avons extrudés des mélanges de PP et PET en différentes proportions. Nous avons ensuite caractérisé ces mélanges et notamment en terme de propriétés mécaniques. Ainsi nous avons déterminé pour chaque mélange, le module d'élasticité et la contrainte à la rupture lorsque l'éprouvette est soumise à un test de traction. Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau XII et visualisés sur la figure 43.

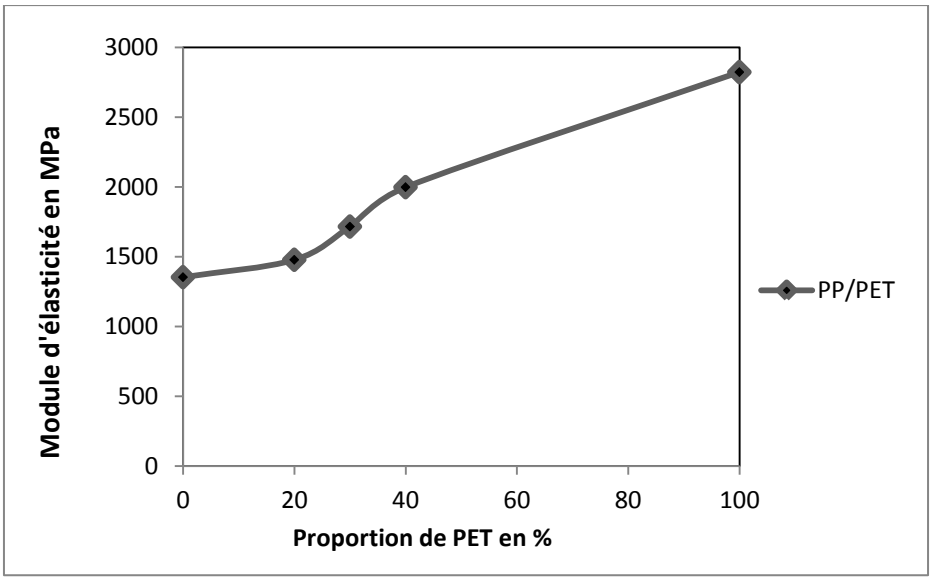


Figure 43 : MOE du mélange PP/PET en fonction de la proportion de PET

Lorsque le PP est pur, les valeurs obtenues sont en accord avec celles relevées dans la littérature [37]. Il en est de même pour le PET. Le PET utilisé ici est plus rigide avec un module d'élasticité nettement supérieur à celui du PP mais il est légèrement moins résistant. Dès que l'on ajoute une fraction de 20% de PET au PP, celui-ci voit son module d'élasticité augmenter. La croissance se poursuit jusqu'à une teneur de 40% et de façon quasi linéaire. S'agissant de la contrainte de rupture, les valeurs obtenues sont inférieur à celle des polymères purs. Les expériences ayant été répétées, on ne peut expliquer ce résultat par les erreurs expérimentales. Il semble donc que l'ajout de PET au PP augmente sa rigidité mais la rende plus fragile. Cela s'explique aussi par le caractère immiscible des différents polymères à la phase de fusion [118] [119] [120] [121] [122] [123] [124].Cette immiscibilité provoque une séparation de phases et une faible adhérence entre les deux phases [125].

Tableau XII : MOE et MOR du mélange de PP et de PET

Nomenclature	PP	PET	MOE	MOR
PP	100	0	1354,2±34,8	27,5±1,5
PET	0	100	2823,1±48,8	22,7±1,2
PP-PET(1)	60	40	1998 ,9±76,9	16,0±0,2
PP-PET(2)	70	30	1716,6±104,7	18,9±2,5
PP-PET(3)	80	20	1478,8±66,6	16,4±3,7

4.4. Caractérisation physico-mécanique de la matrice

4.4.1. Analyse thermogravimétrique de la matrice

L'analyse thermogravimétrique de la matrice polymère a permis de déterminer le comportement de ce dernier sous l'effet d'une croissance de température. La courbe de la DTG (figure 44) permet d'identifier un pic à 464°C. La dégradation se fait alors en deux étapes:

-Entre 20°C et 390°C on ne constate aucune perte de masse.

-Entre 390°C et 513°C la perte de masse est de 97 %.

Le pic observé au niveau de la courbe pour une température de 464°C permet de conclure que la perte de masse est brutale pour une plage de température variant entre 390°C et 513°C. Ce type de perte de masse est observé dans le cas d'autres polymères et confirmé par les travaux d'***Helene jeske et al(2012),***. Sachant que la matrice que nous avons utilisée est composée de 3,9% de PET, 87,6% de HDPE, 7,2% de LDPE et 1,2% de PP, le point de fusion maximale est de 260°C et correspond à celui du PP. D'après les résultats de l' ATG, il existe une phase durant laquelle la matrice peut supporter une température d'environ 390°C sans se dégrader. Ce résultat confirme bien la possibilité de mélanger plusieurs polymères de températures de fusion différentes sans risquer de les dégrader prématurément. Au-delà de 390°C le polymère est confronté à la rupture des

liaisons polymériques et se dégrade. Pendant cette phase la perte de masse et très accélérée et quasi-totale: le polymère perd environ 98 % de sa masse.

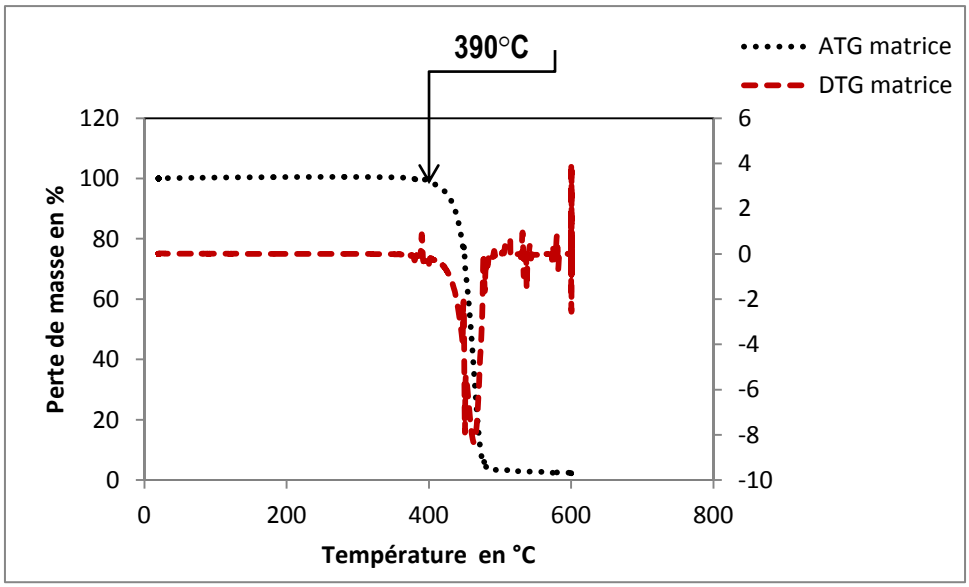


Figure 44 : Analyse thermogravimétrique de la matrice thermoplastique

4.4.2. Analyse des propriétés de la matrice en traction

Dans cette étude, le PEHD a été pris comme référence, compte tenu du fait qu'il est le polymère majoritaire dans le mélange. Nous avons tout d'abord déterminé les modules d'élasticité ainsi que les contraintes de rupture. Pour le PEHD pur et pour le mélange constituant la base de la matrice.

Les courbes de traction obtenues sont présentées sur la figure 45 et les valeurs tirées de l'exploitation des données expérimentales sont reportées dans le tableau XIII

Tableau XIII : Tableau récapitulatif des résultats mécaniques de la matrice

Nomenclature	MOE(MPa)	MOR(MPa)
	Traction	
E-PEHD	957,1±30,6	25,1±0,7
E-CTN	1077,8±48,8	23,7±0,7
	Compression	
CE-CTN	864,9±24,8	33,0±4,7
	Flexion	
FE-PEHD	815,8±30,2	47,7±0,6
FE-CTN	1078,2±75,9	39,1±0,5

E-PEHD : Echantillon en PEHD pour la traction ;

E-CTN : Echantillon en PEHD, PEBD, PP et PET pour la traction ;

CE-CTN : Echantillon en PEHD, PEBD, PP et PET pour la compression ;

FE-PEHD : Echantillon en PEHD pour la flexion ;

FE-CTN : Echantillon en PEHD, PEBD, PP et PET pour la flexion ;

Les résultats obtenus permettent de remarquer que le MOE de l'E-PEHD est plus faible que celui de l'E-CTN. Mais la différence reste très faible. Etant donné le caractère immiscible des polymères, ce résultat était prévisible. On peut expliquer ce faible écart entre les propriétés mécaniques de l'E-PEHD et de l'E-ECTN par la proportion de PEHD (soit 87,6%) contenue dans les échantillons E-CTN. Leurs propriétés mécaniques sont donc proches.

Le MOR de l'E-CTN (23,7 MPa) est inférieur à celui de l'E-PEHD (25,1MPa).Comme dans le cas de l'étude précédente, les matériaux obtenus sont donc plus rigides mais moins résistants. Ces résultats sont en accord avec la littérature selon laquelle les contraintes de rupture des polymères obtenus à l'issue d'un mélange sont inférieures à celles prédites par les lois d'additivités [126]. Cependant et quoiqu'il en soit, cette étude

met en évidence le fait que la matrice E-CTN possède des propriétés mécaniques qui la rendent utilisable dans la fabrication des CBP.

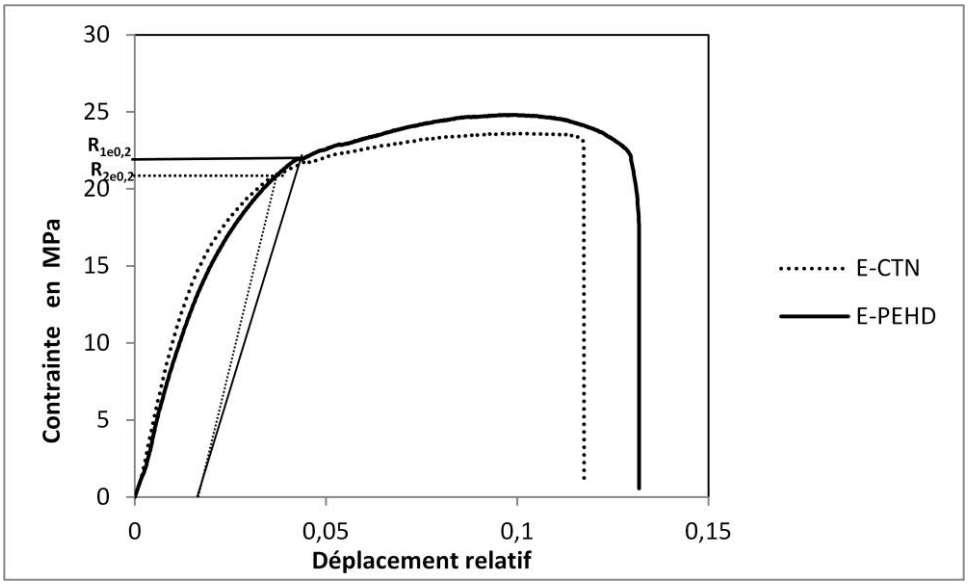


Figure 45 : Courbes contrainte-déformation des échantillons E-CTN et E-PEHD sollicités en traction

Les courbes de la figure 45 permettent de mieux illustrer la différence entre les échantillons E-CTN et E-PEHD. Les deux courbes présentent la même allure cependant certaines différences sont remarquées au niveau du point de rupture et de la zone élastique. En effet, on remarque d'abord une zone sensiblement linéaire dite élastique limitée par la contrainte R_e suivi d'une zone plastique qui s'écarte de l'évolution linéaire.

En comparant la contrainte, à 0,2 % de déformation plastique on note une légère différence car $\mathbf{R_{1e0,2}}$ est supérieur à $\mathbf{R_{2e0,2}}$ où $\mathbf{R_{1e0,2}}$ est la déformation plastique à 0,2% du E-PEHD et $\mathbf{R_{2e0,2}}$ est la déformation plastique à 0,2% du E-CTN.

La limite d'élasticité de l'E-CTN est supérieure à celle de l'E-PEHD.

4.4.2.1. Analyse du faciès de rupture de la matrice

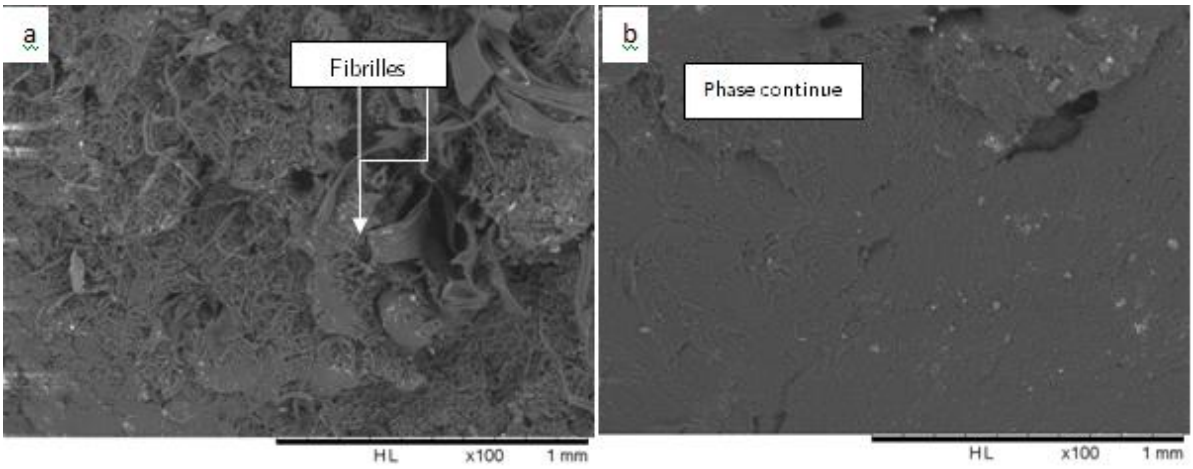


Figure 46 : Faciès de rupture de la matrice thermoplastique

L'image MEB de la figure 46 représente la microstructure de l'éprouvette sur un faciès de rupture à l'issue d'un essai de traction uniaxiale. Sur la figure 46a on observe une phase continue à l'échelle x 100 ce qui paraît logique car l'échantillon E-PEHD est uniforme. Sur la figure 46b on observe d'une part ce qui pourrait être une phase continue et d'autre part ce qui pourrait être assimilé à des fibrilles correspondant à des macromolécules étirées. Ces fibrilles sont de différentes tailles et ne semble pas faire partie intégrante de la structure du faciès de rupture. Certains points de déchaussement (figure 46a) semblables à des cavités sur le cliché pourraient correspondre à des fibrilles représentant les autres polymères (PP, PEBD, PET) qui ont été ajoutés au PEHD dans l'ensemble on peut tout de même noter une cohérence au niveau des molécules qui constituent le faciès de rupture.

4.4.3. Analyse des propriétés de la matrice en compression

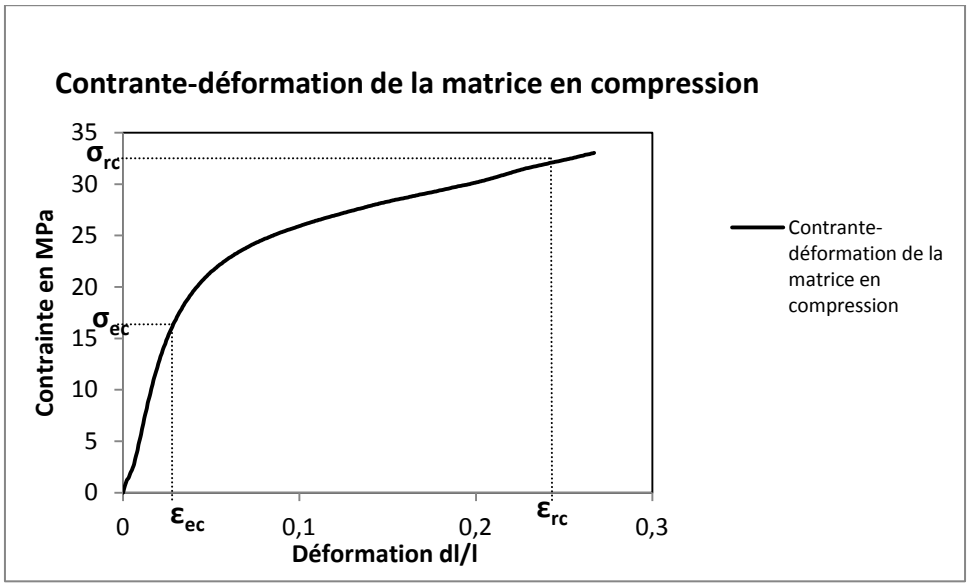


Figure 47 : Courbe contrainte-déformation des échantillons CE-CTN sollicités en compression

La courbe de la figure 47 donne l'évolution de la contrainte en fonction du déplacement relatif en compression. On distingue une zone sensiblement linéaire dite élastique limitée par la contrainte d'élasticité en compression σ_{ec} suivi d'une zone de déformation plastique limitée par la contrainte de rupture en compression σ_{rc}.

Lorsque la déformation à la rupture ε_{rc} est grande par rapport à la limite d'élasticité ε_{ec} comme sur la figure 47, on est en présence d'une rupture ductile. La contrainte limite élastique est d'environ 16MPa au-delà de cette contrainte l'échantillon CECTN commence par enregistrer des déformations résiduelles. La littérature donne peu d'informations concernant les MOR et MOE en compression cependant on peut tout de même constater qu'il existe une légère différence entre le MOE en traction et en compression, ce qui est normal. Le module de rupture servira de référence pour évaluer l'effet des particules de bois dans la matrice.

4.4.4. Analyse des propriétés de la matrice en flexion

Les résultats obtenus pour les tests mécaniques en flexion reportés dans le tableau XV sont de façon générale conforme à ceux de la traction et de la compression. En effet le module d'élasticité des polymères FE-CTN est plus élevé que celui des polymères FE-PEHD Par contre le module de rupture des polymères FE-CTN est plus faible que celui des polymères FE-PEHD . On note une différence plus accentuée que dans le cas de la traction et de la compression.

Ces 3 types de test (traction, compression, flexion) conduisent aux mêmes conclusions. Ces résultats sont en accord avec la littérature. Selon ***Ultraski*** le mélange de polymères différents donne un polymère qui est constitué de différentes phases (figure 45 : vues au MEB) représentant chaque polymère pris différemment. Les performances mécaniques obtenues de ce mélange sont relativement plus faibles que celles prédites par les lois d'additivité. Il est possible d'améliorer ces performances en agissant sur la température de fusion, en y ajoutant des agents coupleurs [79]. Cependant dans le cadre de ces travaux de recherche, les résultats des échantillons FE-CTN restent exploitables dans le cadre du recyclage.

4.5. Caractérisation physico-mécanique des CBP

4.5.1. La masse volumique

Le tableau XIV présente la masse volumique des échantillons de CBP en fonction de la granulométrie et la quantité de sciure de bois. Les résultats montrent que les valeurs tournent autour de 1 g/cm^3. De la même manière certains auteurs trouvent des valeurs semblables [127] [76]. Cette tendance est la même aussi bien pour les échantillons extrudés que ceux fabriqués avec la méthode artisanale. Par ailleurs, on peut remarquer que pour 28% et 30% de fibre de bois, la masse volumique diminue légèrement ce qui

paraît normal étant donné que la masse volumique de la matrice est supérieure à celle de la sciure de bois.

Tableau XIV : Masse volumique des éprouvettes de CBP

		Extrusion	Fabrication artisanale
% sciure de bois dans le CBP	Nomenclature	Masse volumique (g/cm^3)	
20%	CBP-160-20	1,02±0,02	1,01±0,01
	CBP-315-20	1,1±0,04	1,07±0,01
	CBP-630-20	1,04±0,03	0,94± 0,02
25%	CBP-160-25	1,04±0,1	1,05±0,4
	CBP-315-25	1,06±0,02	1,0±0,2
	CBP-630-25	0,98±0,1	1,04±0,1
28%	CBP-160-28	0,95±0,02	-
	CBP-315-28	1,02±0,04	-
	CBP-630-28	0,99±0,03	-
30%	CBP-160-30	0,97±0,1	-
	CBP-315-30	0,99±0,02	-
	CBP-630-30	1,02±0,3	-

4.5.2. Analyse thermogravimétrique des Composites bois polymères

La figure 48 présente les spectres ATG et DTG pour des composites CBP composés de sciure de bois de granulométrie G1 et présente à 25%. Les résultats obtenus sont synthétisés sur la figure 48. La dérivée thermogravimétrique est tracée sur le même graphique pour faciliter son analyse et son interprétation.

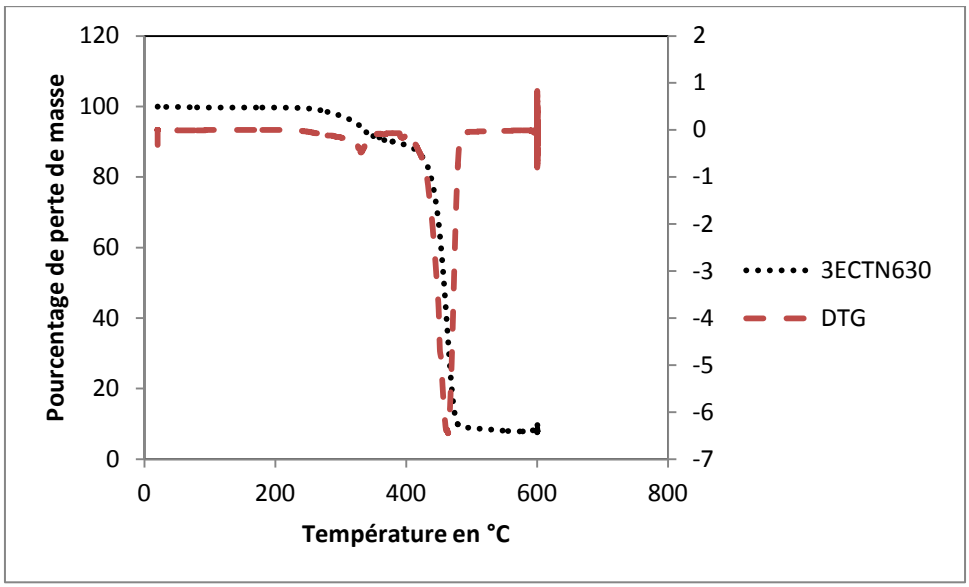


Figure 48 : Analyse thermogravimétrique du CBP

La décomposition des CBP se fait en plusieurs étapes. La DTG indique deux pics. À ces deux pics on peut associer 3 étapes de dégradation de masse:

- le premier pic est remarqué à une température de 330°C avec 94 % de masse restante soit une perte de masse de 6 %

- Le second pic intervient à 463°C avec 34 % de masse restante.

En résumé on peut donc ramener la perte de masse à trois étapes réparties comme suit:

-Première étape: entre 20°C et 330°C avec environ 6 % de perte de masse.

-Deuxième étape: entre 330°C et 463°C avec environ 60 % de perte de masse.

-Troisième étape: entre 463°C et 600°C avec environ 25 % de perte de masse.

Finalement, après ATG sous N_2 jusqu'à 600°C, l'échantillon a perdu 91% soit 9% de résiduelle. Ces résultats demeurent en accord avec la littérature.

Pour affiner les interprétations, nous avons reporté sur le même diagramme les ATG de la sciure, de la matrice et du CBP.

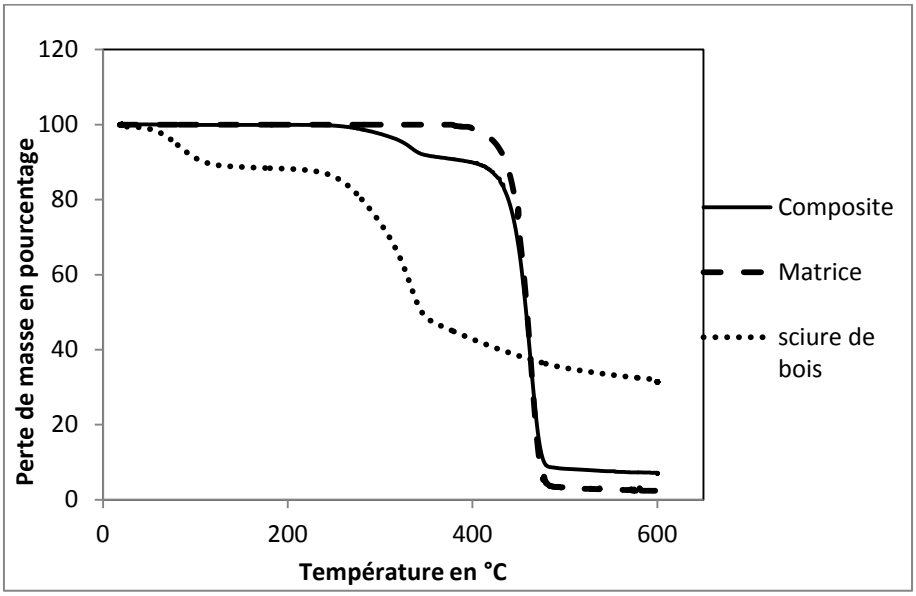


Figure 49 : Analyse thermogravimétrique du CBP, de la matrice thermoplastique et de la sciure de bois

Lors qu'on observe la figure 49, on remarque que les trois étapes de perte de masse des CBP ne sont juxtaposables ni avec celles de l'ATG de la sciure ni avec celles de la matrice thermoplastique. La première étape de la perte de masse est assimilable à la destruction des constituants chimiques (la cellulose et les hémicelluloses) du bois. En effet dans cette zone, l'allure du spectre ATG des CBP est semblable à celle de la sciure de bois à une échelle plus réduite. Ce qui paraît normal étant donné que la sciure de bois est présente à 25% dans le CBP. Par ailleurs, les pics de décomposition des constituants chimiques du bois au niveau du spectre ATG des CBP sont légèrement décalés vers les hautes températures ce qui tend à montrer que la matrice thermoplastique a un effet stabilisation thermique sur le bois.

La seconde étape se réalise entre 330 degrés et 460 degrés dans cet intervalle de température, le CBP perd 60% de sa masse (ramené à 100mg). Les courbes d'ATG de la matrice et du CBP sont confondues et permettent de constater que l'on assiste à la dégradation des différents constituants de la matrice. En ce qui concerne la troisième

étape, le processus de dépolymérisation et de dégradation de la lignine sont la principale cause de la perte de masse.

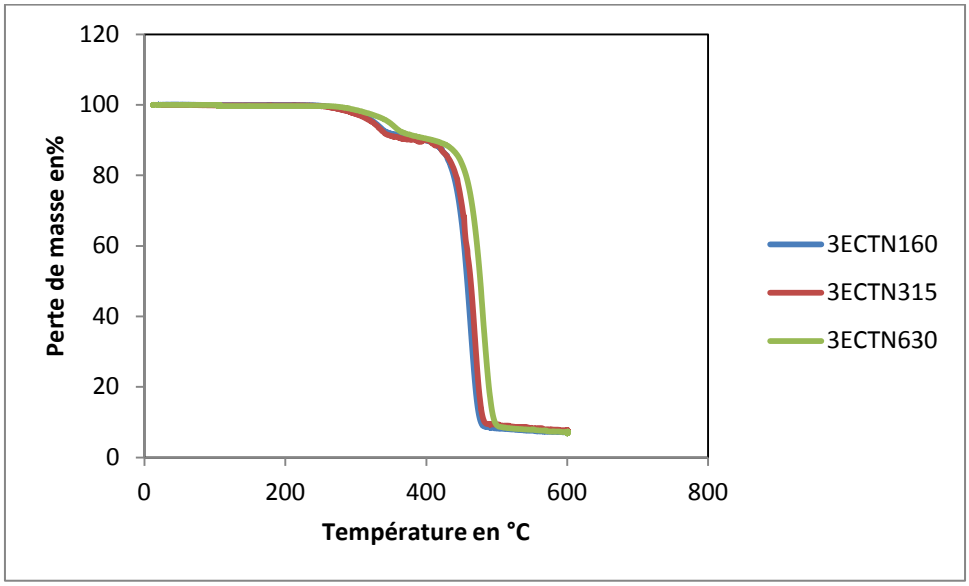


Figure 50 : Analyse thermogravimétrique des CBP dont la granulométrie du renfort est G1, G2, G3

L'analyse thermogravimétrique a été reprise dans les mêmes conditions que la précédente pour des composites fabriqués avec de la sciure de bois de granulométrie G1, G2 et G3 dans le but d'évaluer l'influence de la granulométrie sur les propriétés thermiques. Sur le graphique de la figure 50 on distingue trois courbes d'ATG, des composites à granulométrie de la sciure de bois sont 0,160 mm 0,315 mm et 0,630 mm. On remarque que ces courbes se chevauchent de façon quasi systématique. Cependant on note une légère différence entre les composites 3E-CTN630 et les composites 3E-CTN160 et 3E-CTN315 qui est probablement due à la marge d'erreur acceptable pendant une expérimentation. La granulométrie de la fibre n'influence quasiment pas la stabilité thermique des CBP. Cette déduction s'explique aisément étant donné que de la même conclusion avait été tirée pour les fibres dans les paragraphes précédents.

Nous avons effectué une étude comparative des résultats d'analyses thermogravimétrique entre les échantillons de CBP fabriqués avec la méthode artisanale et ceux extrudés (voir figure 51)

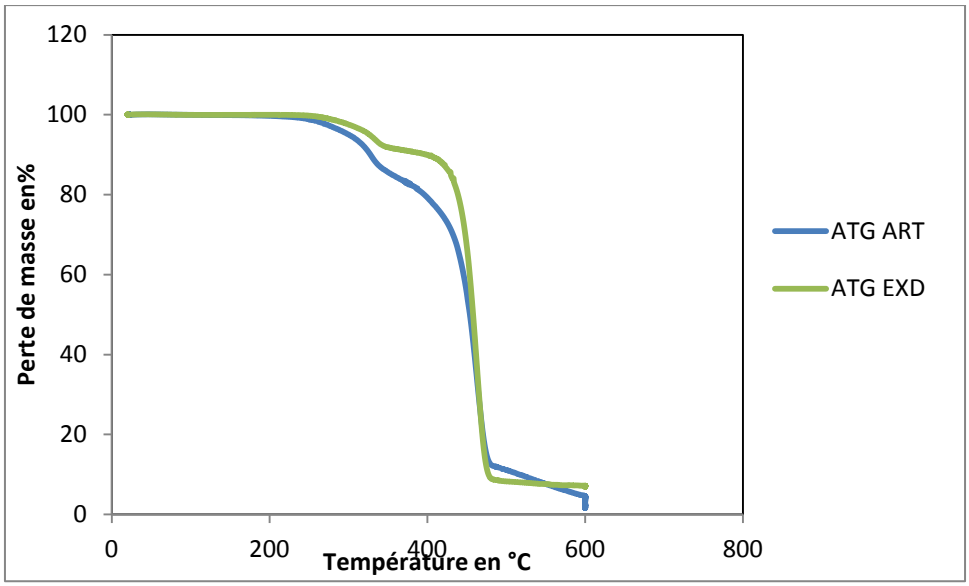


Figure 51 : Analyse thermogravimétrique des CBP fabriqués de façon artisanale et extrudés

ATG ART : Spectre ATG pour CBP obtenu par fabrication artisanale.

ATG EXD : Spectre ATG pour CBP obtenu par extrusion.

Nous avons effectué une étude comparative des résultats d'analyses thermogravimétriques entre les échantillons de CBP fabriqués avec la méthode artisanale et ceux extrudés. La courbe d'ATG de l'échantillon fabriqué de façon artisanale, met en évidence trois zones de perte de masse qui ne se démarquent pas de façon claire contrairement à la courbe d'ATG EXD. De façon générale, la perte de masse se fait de la même manière au niveau des deux échantillons. Une légère différence existe pourtant. Sans aller trop loin dans l'interprétation, il semble que la décomposition de la matrice a commencé plus tôt lors de la fonte de ce dernier. En effet, les DTG de la figure 52 montrent que la désintégration l'échantillon extrudé est plus prononcée et prend plus de temps. Alors que celle de l'échantillon ART se fait de façon plus rapide. Ce qui pourrait avoir pour explication que la matrice et une partie des fibres aient été dégradées préalablement (avant l'analyse thermogravimétrique).

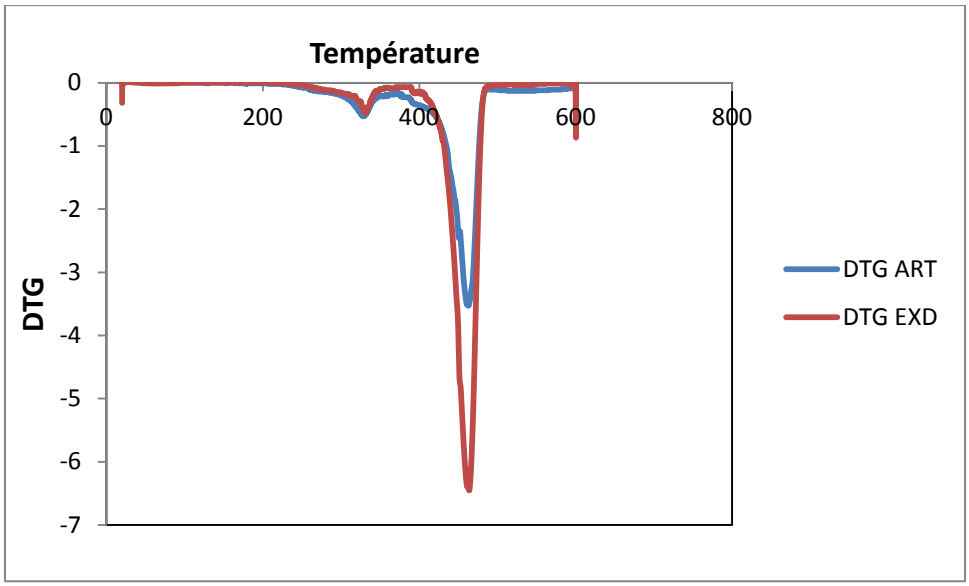


Figure 52 : DTG des CBP fabriqués de façon artisanale et extrudés

4.5.3. Analyse du faciès de rupture des composites bois polymères

Après rupture du composite, les faciès de rupture sont analysés au microscope à balayage électronique. Les résultats sont reportés sur la figure ci-dessous.

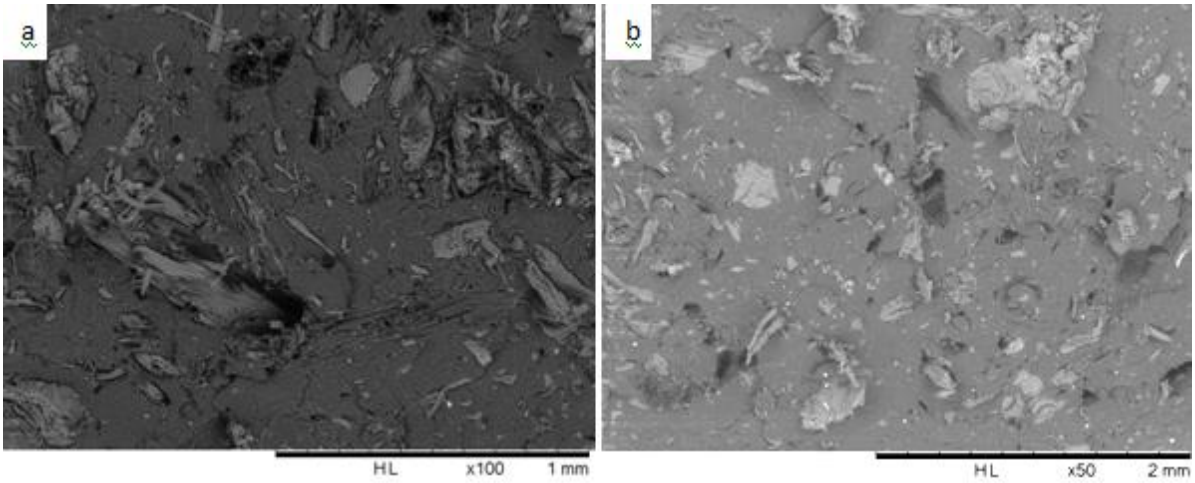


Figure 53 : Faciès de rupture des composites bois polymères extrudés

L'image MEB de la figure représente la microstructure de l'éprouvette de CBP sur un faciès de rupture. À l'issue d'un essai de traction uni axial, bien que la matrice soit obtenue à partir de plusieurs polymères, on observe de façon générale une cohérence au niveau de sa structure microscopique. Cette uniformité constatée au niveau de la matrice est confirmée à une plus grande échelle x 100 (figure 53a).

Lorsqu'on réduit l'agrandissement x 50, on se rend compte que le faciès de rupture qui représente la section la plus faible de l'échantillon, ne comporte pas de vides dû aux bulles d'air qui s'introduisent dans le CBP lors de la fabrication et qui le fragilise. Cette microstructure laisse apparaître les fibres de bois cassées (figure 53). La présence de ces particules de bois rompues malgré leur taille, indiquent une rupture dans le bois et non à l'interface bois/matrice. Cette observation confirme la bonne tenue mécanique de l'interface bois/matrice. D'autres auteurs ont utilisé cette technique (MEB) et ont abouti aux mêmes conclusions [128]. La figure 53 montre que les particules de bois ne sont pas orientées dans la direction de la traction: ce qui traduit une bonne adhérence de l'interface bois/matrice. Néanmoins, même si la rupture semble adhésive, on remarque par endroit un déchaussement de fibres laissant un trou sur le faciès de rupture.

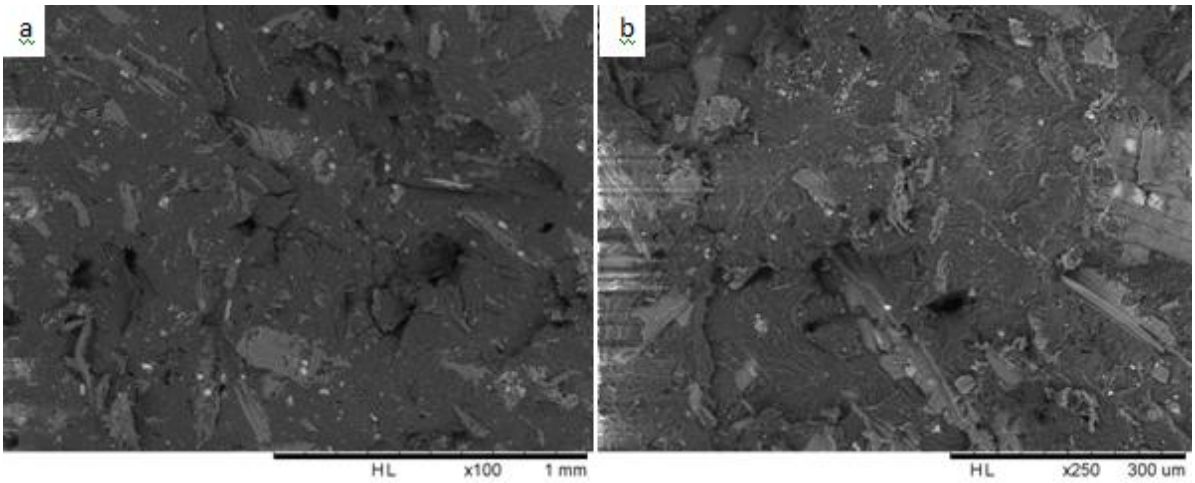


Figure 54 : Faciès de rupture des composites bois polymères fabriqués de façon artisanale

La figure 54 représente le faciès de rupture d'un échantillon fabriqué de façon artisanale et soumis à la traction uni axiale. On observe des particules de bois incrustées dans la matrice sur l'image agrandie x 100. On constate de façon générale qu'après la rupture, les particules de bois sont orientées de façon horizontale à la surface de rupture (figure 54). Presque toutes les particules de sciure de bois sont orientées de cette façon. Cette disposition indique que les particules de bois n'ont pas participé à résister à l'effort de

traction et qu'elles ont juste servi de charge. Bien que peu nombreux, on remarque aussi par endroit des trous. Leur présence est le signe de particules de bois disposés dans la direction verticale à la surface de rupture. Ces particules de bois n'ont pas résisté à l'effort de traction mais on été arrachées car elles n'étaient pas solidement ancrées dans la matrice thermoplastiques, ce qui traduit une mauvaise adhérence mécanique entre la matrice et les particules de bois et donc une rupture de nature cohésive.

4.5.4. Caractérisation du CBP en traction

Pour rappel, l'essai de traction permet d'apprécier la cohésion qui existe entre les particules de bois et la matrice polymère et de connaître les limites de sollicitation du matériau face à l'étirement. L'étude de la courbe contrainte-déformation apporte une précision sur le comportement du matériau.

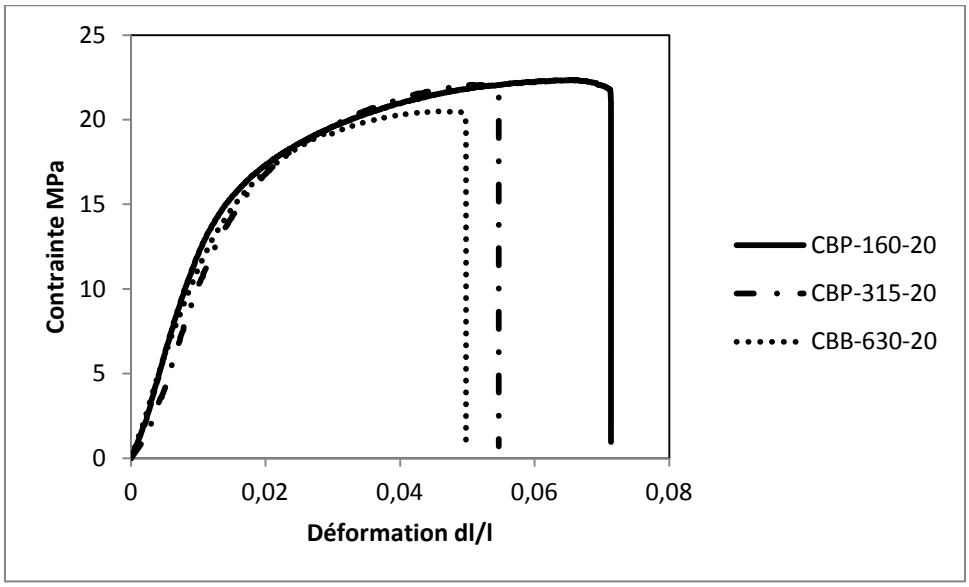


Figure 55 : Courbes du comportement des CBP en fonction de la taille des particules de bois

Dans le contexte de ce travail de recherche, nous avons étudié la matrice plastique et par la suite nous avons introduit de la sciure de bois : à 20 %, 25 %, 28 % et 30 % de masse. Nous avons aussi fait varier la granulométrie de la sciure de bois. Pour chaque pourcentage massique nous avons fabriqué des échantillons avec de la sciure de bois de granulométrie G1, G2 et G3. Le tableau XV récapitule les résultats obtenus.

La figure 55 donne la courbe du comportement pour des composites en faisant varier la taille des grains de sciure de bois. De façon générale, cette courbe a la même allure pour tous les types d'échantillons expérimentés. D'une part, on distingue une zone élastique où les contraintes sont proportionnelles aux déplacements. Ensuite une zone plastique, où après chargement le matériau retrouve sa forme mais garde des déformations résiduelles. Ce comportement est typique des matériaux composites selon plusieurs auteurs ***Ben M'bareK*** [15] [37]. Par la suite il est important de connaître l'effet de la variation du pourcentage massique et de la granulométrie sur les propriétés des CBP.

Tableau XV: Récapitulatifs des résultats obtenus pour le test de traction.

Nomenclature	MOE (MPa)	MOR (MPa)
E-PEHD	957,1±30,5	25,1±0,7
E-CTN	1077,8±48,8	23,7±0,7
20% de sciure de bois		
CBP-160-20	1388,8±52	22,8±1,4
CBP-315-20	1400,6±45,6	23,1±1,0
CBP-630-20	1441,7±76	22,9±0,6
25% de sciure de bois		
CBP-160-25	1400,8±46,6	22,8±0,2
CBP-315-25	1516,6±38,4	23,5±1,3
CBP-630-25	1544,6±67,7	22,8±0,6
28% de sciure de bois		
CBP-160-28	1715,1±72,2	20,7±0,7
CBP-315-28	1654,6±99,7	21,0±0,5
CBP-630-28	1730,3±62,3	20,6±0,4
30% de sciure de bois		
CBP-160-30	2058,5±72,3	17,9±0,7
CBP-315-30	2055,5±66	16,8±0,7
CBP-630-30	2098,6±63,8	17,6±0,7

4.5.4.1. Influence de la taille des grains de sciure de bois sur le module d'élasticité en traction

Les diagrammes de la figure 56 montrent l'évolution du MOE en traction en fonction de la granulométrie de la sciure de bois pour les quelques taux de fibres que nous avons utilisés. Afin de faciliter la lecture, la variation en ordonnée reste la même (140 MPa). Sans s'intéresser pour le moment à l'influence du taux de fibres sur le MOE, ces diagrammes appellent plusieurs remarques.

- Pour des taux de fibres de 20% et 25% , il semble que plus les renforts ont une taille importante, plus les matériaux sont rigides. A 20% en sciure et entre une. granulométrie de 160µm et 630µm, le MOE s'accroit de 7%. Il augmente de près de 11% entre ces deux limites de granulométrie. Lorsque la proportion des fibres dans le composite est de 25%.
- A des teneurs en fibres plus élevées, il semble plus difficile de dégager une tendance et les variations sont plus faibles lorsque l'on passe d'une granulométrie à une autre. Ainsi, le MOE varie au maximum de 4,5% selon la granulométrie des fibres introduites à 28% et 25% dans le cas où le pourcentage massique de la sciure est de 30%.
- Compte tenu des écarts types il est quelque peu hasardeux de conclure sur le phénomène, même s'il semble que la variation à plus faible taux de renfort soit significative.

D'ailleurs la littérature n'est pas unanime concernant cette question [83] [78] [85] [84].

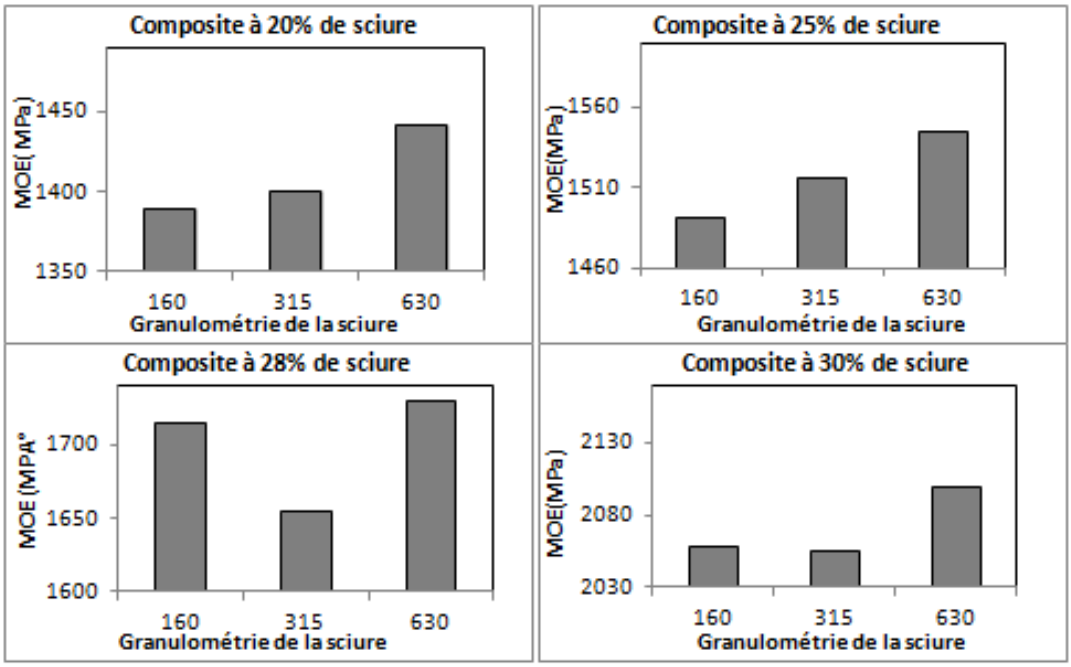


Figure 56 : Diagrammes du MOE en fonction de la taille des grains de sciure de bois

4.5.4.2. Influence de la taille des grains de sciure de bois sur le module de rupture en traction

Pour les trois teneurs, 20%, 25%, et 28%, l'évolution du module de rupture en fonction de la granulométrie est presque la même. En effet, il semble y avoir un maximum des valeurs pour les composites dont la taille des particules de bois est 0,315mm. On ne saurait toutefois généraliser ce constat puisqu'il n'existe pas un grand écart entre les valeurs obtenues. De plus selon plusieurs études sur le même sujet, les auteurs [79] [37] affirment que la contrainte de rupture évolue avec le facteur de forme et lorsque ce dernier est supérieur à 10. Dans notre cas la sciure de bois se comporte comme une charge puisque elle a un facteur de forme compris entre 3 et 5 [78].

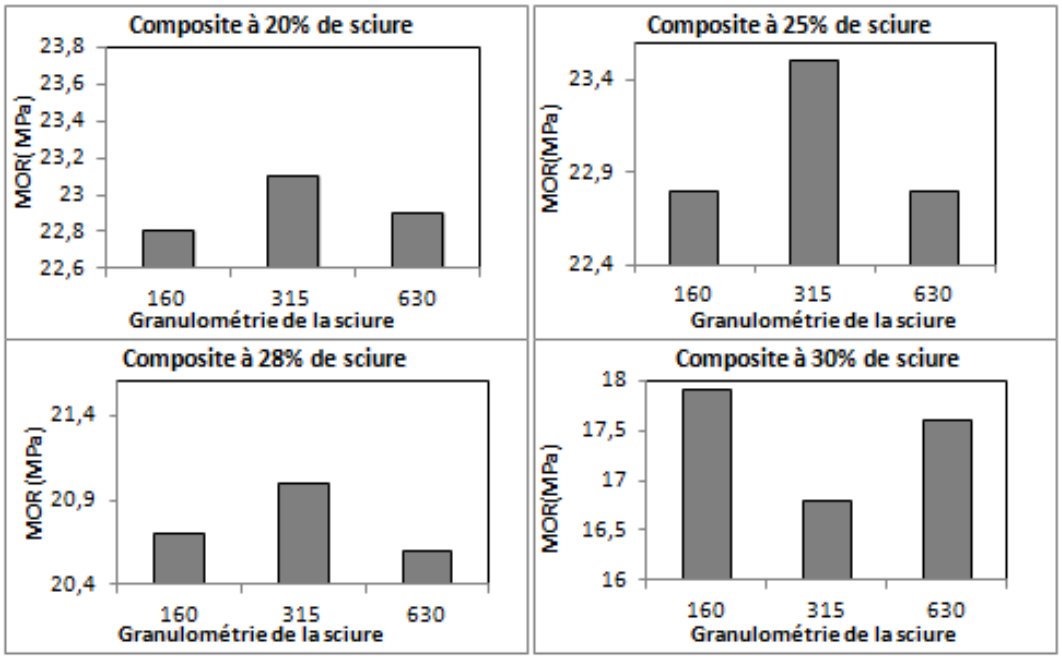


Figure 57 : Diagrammes du MOR en fonction de la taille des grains de sciure de bois

4.5.4.3. Influence de la quantité sciure de bois sur le module d'élasticité en traction

La figure 58 reporte les résultats précédents sous forme d'une autre présentation, propre à mettre en évidence la variation du module d'élasticité en traction en fonction de la teneur en fibres et ceux, pour les trois granulométries utilisées.

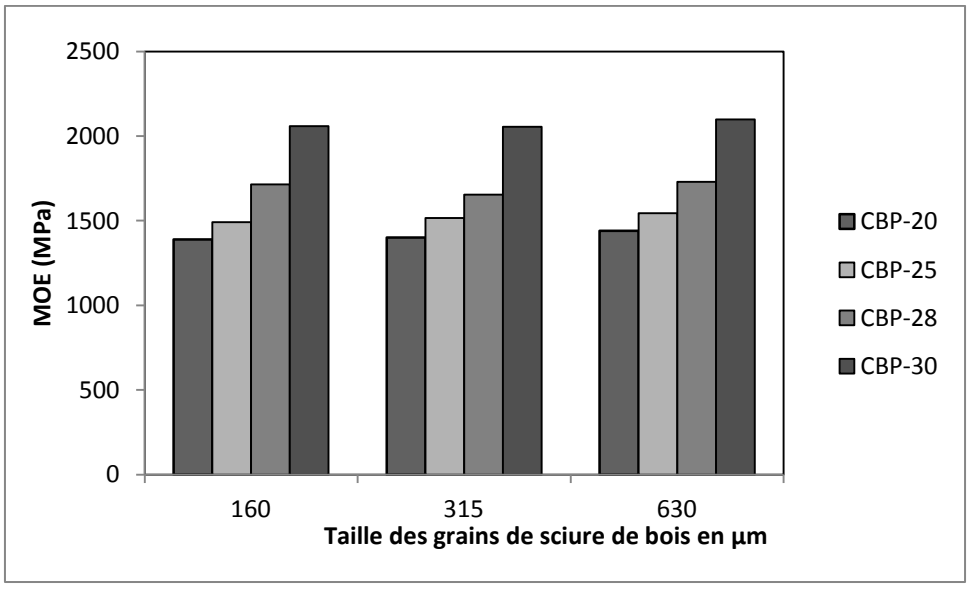


Figure 58 : Diagramme du MOE en fonction de la taille des grains de sciure de bois

Si cette figure renouvelle l'effet de la granulométrie dont nous avons discuté précédemment, elle montre clairement que le module d'élasticité augmente avec la teneur en fibres. C'est un résultat logique, confirmé par de nombreuses études [129], [130] [70] [81] et qui montre que dans nos systèmes, (moins classiques que ceux reportés dans la littérature) l'ajout de fibres rigidifie la matrice. Ce résultat est d'ailleurs valable quelque soit la granulométrie utilisée ici. Il est probable qu'au-delà d'un taux de 30% la valeur du MOE passe par un maximum, puisque c'est le cas pour de nombreux systèmes fibres/matrice thermoplastique [85] [131].

On peut également remarquer , même si l'échelle est ici trompeuse , que la croissance du MOE est plus importante lorsque l'on passe de 25% à 30% des fibres qu'elle ne l'est entre 20% et 25%.Ainsi lorsque l'on passe d'un taux de fibre de 20% à 25%, la croissance moyenne du MOE est de l'ordre de 6%(moyenne effectuée sur les 3 granulométries)contre près de 40% lorsque le taux de fibre passe de 25à 30% c'est un résultat important qui met en avant que pour nos systèmes, un taux de fibres assez conséquent ne peut être que bénéfique aux propriétés mécaniques en traction , au moins au niveau de la rigidité des matériaux. Cette conclusion confirme les résultats de ***Michael P. Wolcott Karl Englund,*** [70] selon lesquels la farine ou sciure de bois améliore mieux le module d'élasticité que les fibres de bois.

4.5.4.4. Influence de la quantité sciure de bois sur le module de rupture en traction

La courbe de la figure 59 donne la variation du MOR en fonction de la quantité de la sciure de bois dont la granulométrie G1 est comprise entre 630µm et 315µm. Pour les composites contenant 20 % et 25 %, les valeurs obtenues pour le MOR sont légèrement plus faibles que celles de la matrice soit un écart d'environ 1 MPa en moyenne mais pour les CBP contenant 28 % et 30 % de sciure de bois les valeurs du MOR sont nettement plus faible que celles de la matrice. On peut expliquer cela par le fait que quand la quantité de la sciure de bois augmente, celle de la matrice diminue et il se pose un problème d'enrobage de la sciure de bois par la matrice qui sert de liant. C'est un phénomène que nous avons observé. Lors de la fabrication, les composites contenants 28 % et 30 % de sciures ont été plus difficiles à fabriquer. Par ailleurs, le mélange en sortie d'extrudeuse avait un aspect sec relié à la forte proportion de particules de bois. Certains auteurs confirment ce phénomène [131] [71] [72] [132]. Il indique qu'au-delà de 40 % des difficultés majeures apparaissent lors du moulage ou de l'extrusion.

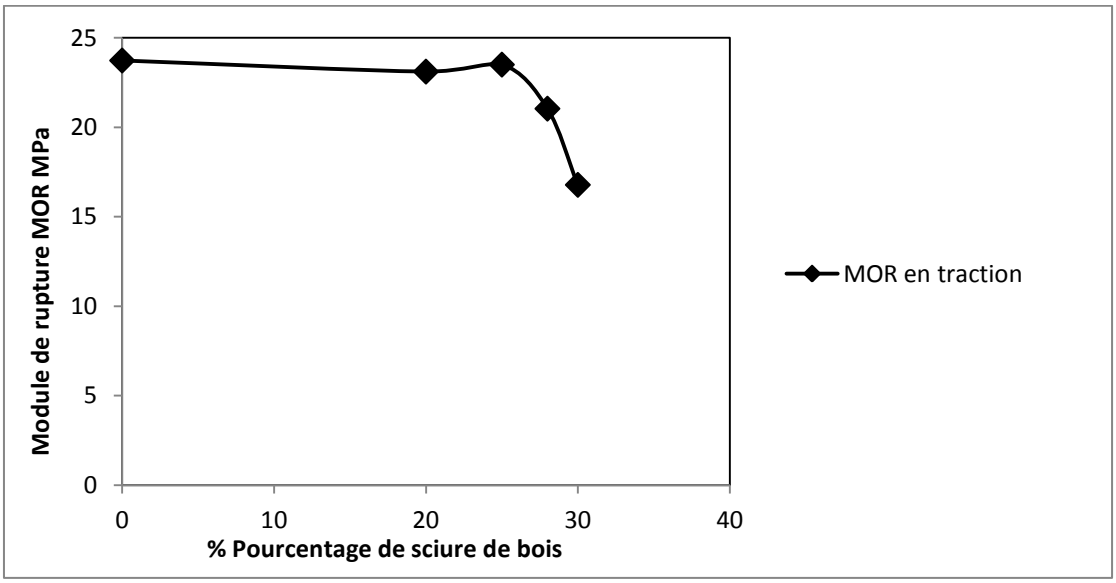


Figure 59 : Courbe du MOR en fonction du pourcentage de sciure de bois

4.5.5. Caractérisation du CBP en compression

L'analyse de la bibliographie sur les composites bois/polymères permet de conclure que le test de compression n'est pas très utilisé par les chercheurs. Il est souvent remplacé par l'essai de résistance aux chocs qui ne joue pas le même rôle que la compression. Pour que les CBP soient utilisables dans le domaine de la construction, il est important de connaître leurs limites lorsqu'ils sont soumis à la compression.

Comme précédemment, les caractérisations ont été effectuées sur des composites préparés avec 3 types de granulométrie et quatre teneurs en fibres différentes (20%,25% ,28% et 30%). Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau XVI.

D'après le tableau, la matrice PE-CTN a des résultats inférieurs à celles des composites comportant 20%, 25% et 28% de sciure de bois. Pour une teneur de 30% en fibres, seul le module d'élasticité est amélioré quelque soit la granulométrie (plus 66% en moyenne sur les trois granulométries) tandis que la contrainte à la rupture s'affaisse légèrement (-12% en moyenne sur les 3 granulométries). Sur cette grandeur, et si l'on prend en compte les écarts type, la contrainte peut même être considérée comme inchangée puisque les intervalles de valeurs se recouvrent

Tableau XVI : Récapitulatifs des résultats obtenus pour le test de compression.

Nomenclature	MOE (MPa)	MOR (MPa)
PECTN	864,9±24,8	33±4,7
20% de sciure de bois		
PCBP-160-20	1035±54,7	41,4±0,3
PCBP-315-20	1097±35,8	41,1±1,6
PCBP-630-20	1069,8±61,3	42,2±1,8
25% de sciure de bois		
PCBP-160-25	1148±50	41,5±0,8
PCBP-315-25	1152,1±110	41,2±1,1
PCBP-630-25	1164,4±16,2	39±0,5
28% de sciure de bois		
PCBP-160-28	1298,2±50,1	36,1±0,6
PCBP-315-28	1275,5±28,4	35,4±1,2
PCBP-630-28	1365±61	35,6±1
30% de sciure de bois		
PCBP-160-30	1464,8±35	28,4±1
PCBP-315-30	1438,5±33	29,5±0,8
PCBP-630-30	1421,8±51,4	28,9±2

4.5.5.1. Influence de la taille des grains de sciure de bois sur le module d'élasticité pour le test de compression

Comme précédemment, les résultats du tableau précédent ont été mis en forme par les diagrammes de la figure 60.

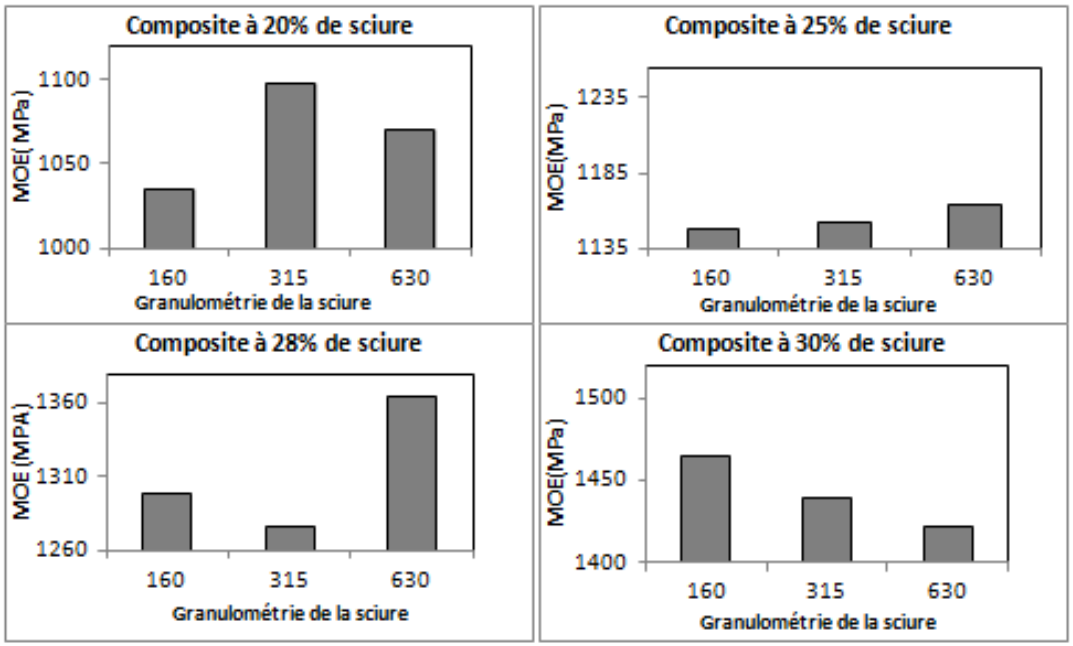


Figure 60 : Diagrammes du MOE en fonction de la taille des grains de sciure de bois

Au regard de la figure 60, il est difficile de tirer une conclusion sur l'effet de la granulométrie sur le MOE. Les diagrammes n'évoluent pas de la même façon en fonction de la granulométrie, quelque soit la teneur en particules de bois. On peut comprendre ces résultats puisqu'il n'existe pas un grand écart entre ces valeurs mesurées.

Il n'existe pas non plus une grande différence entre les tailles des différentes particules de bois ceci pourrait expliquer le peu d'influence que ce paramètre exerce sur le MOE.

4.5.5.2. Influence de la taille des grains de sciure de bois sur le module de rupture pour le test de compression

De même que précédemment, c'est à travers les diagrammes de la figure 61 que nous avons examiné l'influence la taille des grains de sciure de bois sur le module de rupture.

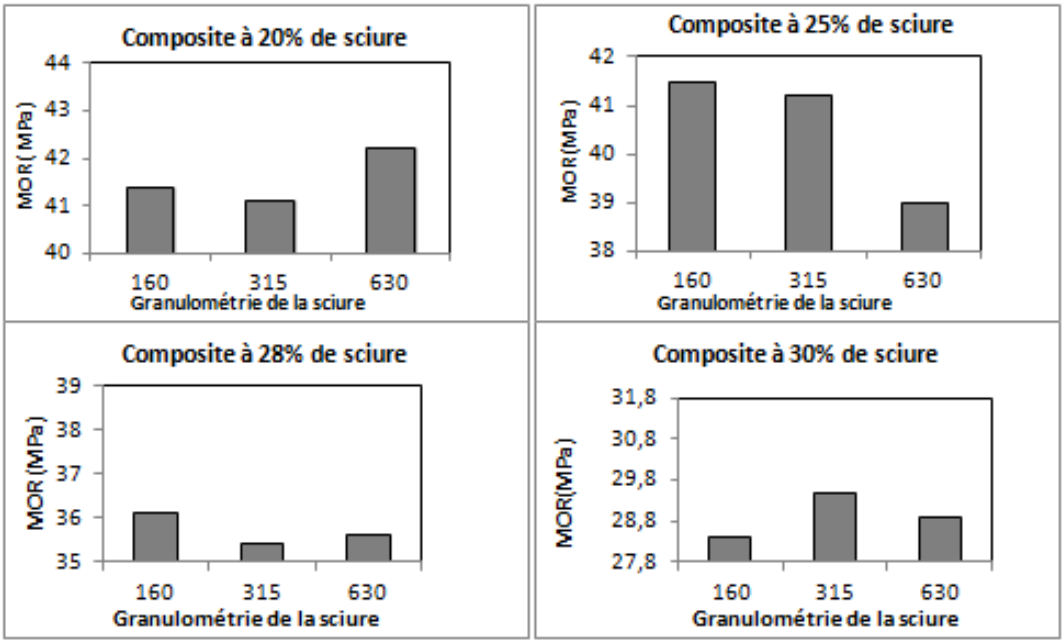


Figure 61 : Diagrammes du MOR en fonction de la taille des grains de sciure de bois

Il est difficile de dégager une tendance à la vue de cette figure, d'autant plus si l'on affecte aux valeurs reportées les écarts types obtenus sur les résultats des mesures. Pour nos systèmes, et à ces teneurs en fibre, il semble que la granulométrie n'ait pas d'influence sur la valeur moyenne des contraintes de rupture .Pour certains auteurs [86] [87], le MOR est une fonction croissante des facteurs de forme. Ici, cela ne semble pas être le cas mais pour pouvoir tirer une conclusion plus générale il serait souhaitable de poursuivre cette étude pour la sciure de bois de granulométrie 1,25mm, 2,5mm voire plus.

4.5.5.3. Influence de la quantité sciure de bois sur le module d'élasticité pour le test de compression

La courbe de la figure 62 indique l'évolution du MOE en fonction de la quantité de sciure de bois dans le CBP.

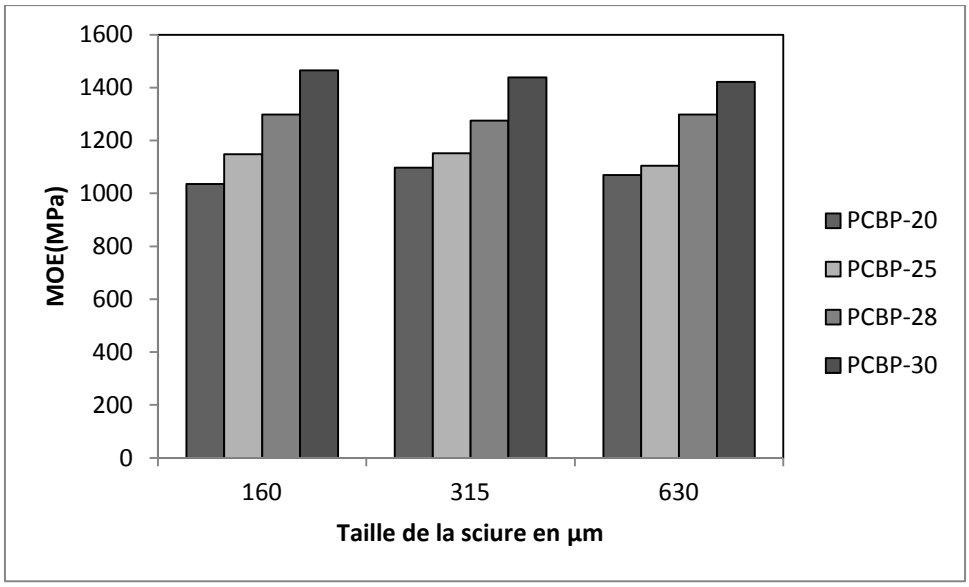


Figure 62 : Diagramme du MOE en fonction de la taille des grains de sciure de bois

Les tendances sont similaires à celles relevées dans le cas de la traction. Le MOE croît avec la quantité de sciure de bois et nos résultats sont en accord avec ceux de la littérature (Maitï et al 1985 [74]). Ils prédisent une amélioration de module d'élasticité avec l'augmentation de la quantité de sciure de bois.

Selon Wolcott et Englund lorsqu'on compare les fibres, les particules et la sciure de bois, les augmentations du module les plus élevés sont observées pour la sciure de bois. Cela s'explique par le fait que plus la sciure de bois est fine plus grande est la surface de contact avec la matrice. [133] ***F. Godard,*** *2008* définit le rapport surface/volume de charge (quantité de sciure contenue) dans le composite et lui attribue les meilleures propriétés mécaniques obtenues par la sciure de bois.

4.5.5.4. Influence de la quantité sciure de bois sur le module de rupture pour le test de compression

La courbe de la figure 63 donne la variation du MOR en fonction de la quantité de la sciure de bois dont la granulométrie G1 est comprise entre 630µm et 315µm.

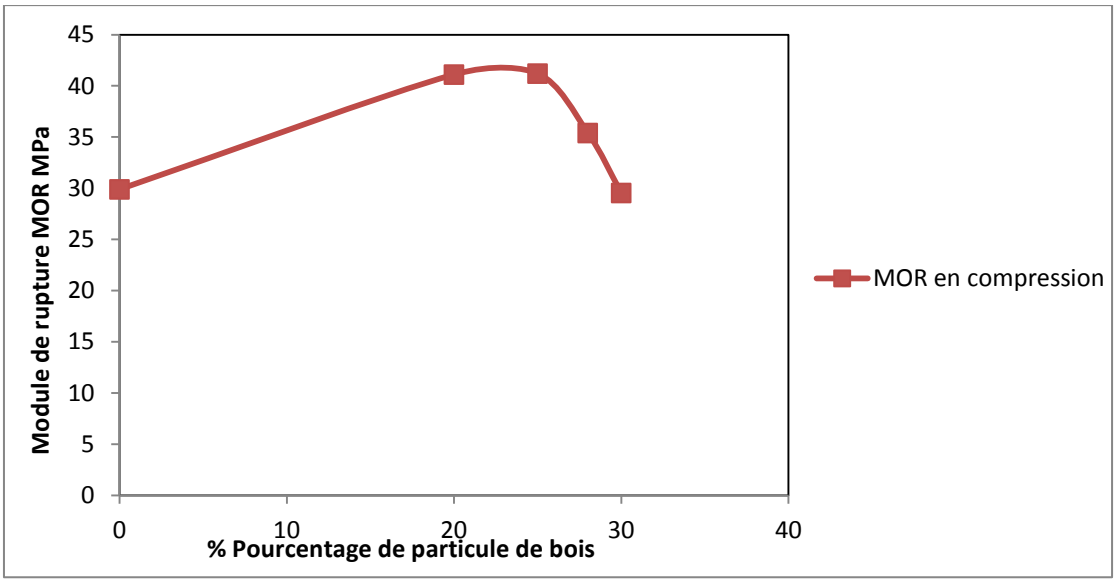


Figure 63 : Courbe du MOR en fonction du pourcentage de sciure de bois pour le test de compression

Contrairement aux résultats obtenus pour le test de traction, on constate que le MOR passe par un maximum en fonction de la quantité de sciure de bois, mais en restant toujours supérieur ou égal au MOR de la matrice. On explique cette baisse du MOR à partir de 28 % par la méthode de fabrication: l'extrusion.

Lorsqu'on procède à l'extrusion des CBP il existe une certaine teneur de sciure de bois à partir de laquelle on remarque des difficultés au niveau de la vis chauffante pour effectuer le mélange de la sciure et des polymères. Ces problèmes se répercutent sur les propriétés mécaniques des CBP. On peut tout de même conclure que la sciure de bois améliore de 10 % à 30% la résistance des CBP en compression. Les particules de bois reçoivent la charge imposée en compression et participe avec la matrice à résister à la contrainte. Sans entrer dans le détail, il apparaît ici que quelque soit leur teneur, ces apports vont dans le sens d'une amélioration globale des propriétés mécaniques en compression

puisque, à la fois le module d'élasticité et la contrainte à la rupture sont augmentés ou stabilisés.

4.5.6. Caractérisation du CBP en flexion

La résistance en flexion des composites est un paramètre mécanique qui a fait l'objet de nombreuses études dans la bibliographie. Elle permet d'apprécier la déformabilité du CBP sous l'effet d'une charge. Nous avons réalisé la flexion 3 points sur des CBP contenant 20 %, 25 %, 28 % et 30 % de sciure de bois et en faisant varier la taille des grains de particules de bois entre 0,160 ; 0,315 et 0,630 mm. On remarque que d'après le tableau XVII, les composites bois /polymères ont des propriétés mécaniques améliorées par rapport à la matrice. La taille des grains ou la teneur en sciure de bois sont des facteurs qui pourraient expliquer cette amélioration. L'étude de l'influence de la granulométrie et de la quantité de sciure de bois apportera une réponse plus précise à cette question.

Tableau XVII : Récapitulatifs des résultats obtenus pour le test de flexion.

Nomenclature	MOE (MPa)	MOR (MPa)
E-PEHD	815,8±30,1	47,7±0,6
E-CTN	1078,2±76	.39,1±0,5
20% de sciure de bois		
FCBP-160-20	1488,7±55	50,8±2,9
FCBP-315-20	1479,9±39,9	48,95±1,2
FCBP-630-20	1457,5±46	46,6±0,5
25% de sciure de bois		
FCBP-160-25	1518,4±44,5	47,1±1,5
FCBP-315-25	1586,7±16	49,6±0,9
FCBP-630-25	1534,9±40,1	49,8±0,7
28% de sciure de bois		
FCBP-160-28	2084,6±60	40,9±1,1
FCBP-315-28	2063±72,2	40,1±0,6
FCBP-630-28	1992,2±39,9	40,3±1,2

30% de sciure de bois		
FCBP-160-30	2487,1±144	30,8±0,5
FCBP-315-30	2606,9±68,9	31,3±0,4
FCBP-630-30	2558,8±150	30,9±0,7

4.5.6.1. Influence de la taille des grains de sciure de bois sur le module d'élasticité pour le test de flexion

Les diagrammes de la figure 64 montrent l'évolution du MOE en flexion en fonction de la granulométrie de la sciure de bois pour les quelques taux de fibres que nous avons utilisés. Afin de faciliter la lecture, la variation en ordonnée reste la même (200 MPa).

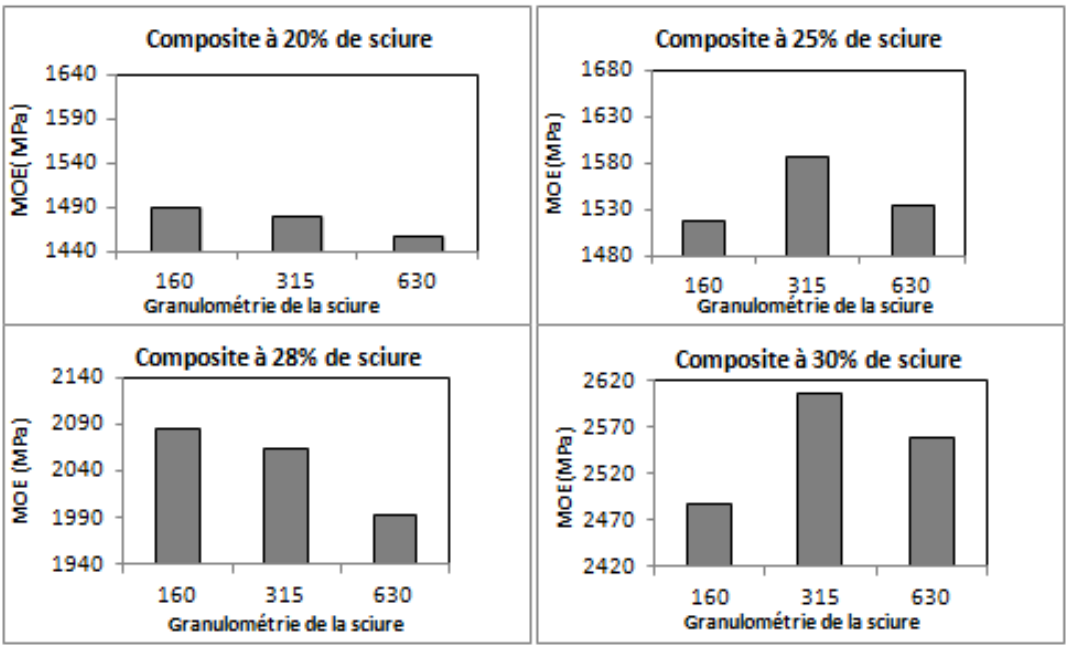


Figure 64 : Diagrammes du MOE en fonction de la taille des grains de sciure de bois

On peut remarquer sur les diagrammes de la figure que les MOE ont des valeurs irrégulières en fonction de la taille des grains de la sciure de bois. Les composites CBP-160-20 ont un MOE de 1448,7 MPa alors que les CBP-315-20 et CBP-630-20 ont respectivement un MOE valant 1479,9 et 1457, 5MPa. Avec un écart type moyen de 50MPa on ne peut définir une relation claire entre le MOE et la taille des grains de la sciure. On peut donc dire que la taille des grains de sciure de bois compris entre

160,315mm et 630 µm n'a pas d'influence significative sur les propriétés mécaniques des CBP.

4.5.6.2. Influence de la taille des grains de sciure de bois sur le module de rupture pour le test de flexion

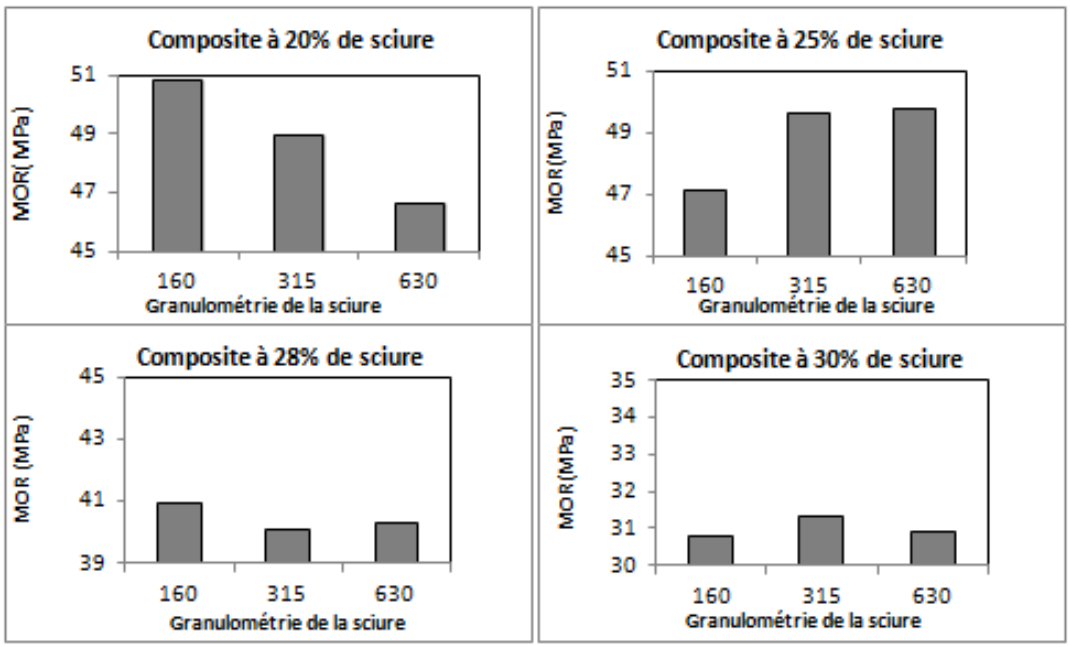


Figure 65 : Diagrammes du MOR en fonction de la taille des grains de sciure de bois

La bibliographie sur les CBP indique que pour des facteurs de forme supérieurs ou égaux à 10 , les particules de bois se comportent comme des renforts [134] [135]. Plusieurs tests réalisés en traction viennent confirmer cette hypothèse [132]. Le facteur de forme de la sciure de bois est ici compris entre 3 et 5. Néanmoins, les CBP fabriqués avec la sciure de bois donc la taille des grains est de 0,315, 0,630 et 0,160 mm ont été améliorés en flexion. Lorsque le matériau est sollicité selon ce mode, les fibrilles de HDPE s'enroulent autour des particules de bois formant un ensemble solide capable de résister à l'effort. Lorsqu'on analyse les diagrammes de la figure 65, on remarque qu'il est difficile d'établir avec certitude une relation entre la variation de la taille des particules et celle de la contrainte de rupture. Cette remarque est valable quelque soit le pourcentage de fibres utilisés et particulièrement si l'on prend en compte les écarts types évalués à partir de la

moyenne des mesures. Ce qui vient conforter les études de Nicole Stark [78] sur la question.

4.5.6.3. Influence de la quantité sciure de bois sur le module d'élasticité et le module de rupture pour le test de flexion

Le diagramme de la figure 66 permet de confirmer que l'ajout de la sciure de bois améliore le MOE. Quel que soit le cas de sollicitation (traction compression flexion) dans lequel se trouve le CBP, la sciure de bois améliore sa rigidité. Lorsqu'on augmente la quantité de la sciure de bois le MOE croît. Le premier ne se comporte pas de la même façon. Il croit pour 20 % 25 % de sciure de bois et commence à décroître pour 28 % et 30 %. Il se produit le même phénomène pour la compression et la traction. On peut donc définir 28 % comme une quantité à partir de laquelle le MOR se réduit. Cette perte de résistance est sûrement dû aux difficultés de moulage qui sont liés l'extrusion d'après. L'injection permet de réaliser des composites avec une plus grande quantité de la sciure de bois. De façon générale cette amélioration du MOR conduit à une très bonne adhérence mécanique entre les particules de bois et le polymère.

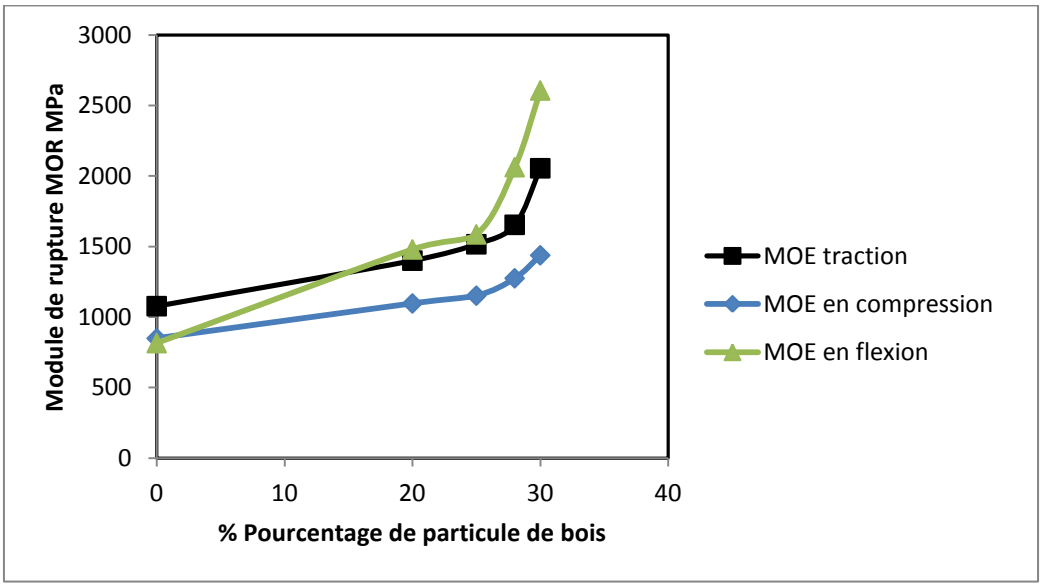


Figure 66 : Courbe du MOE en fonction du pourcentage de sciure de bois

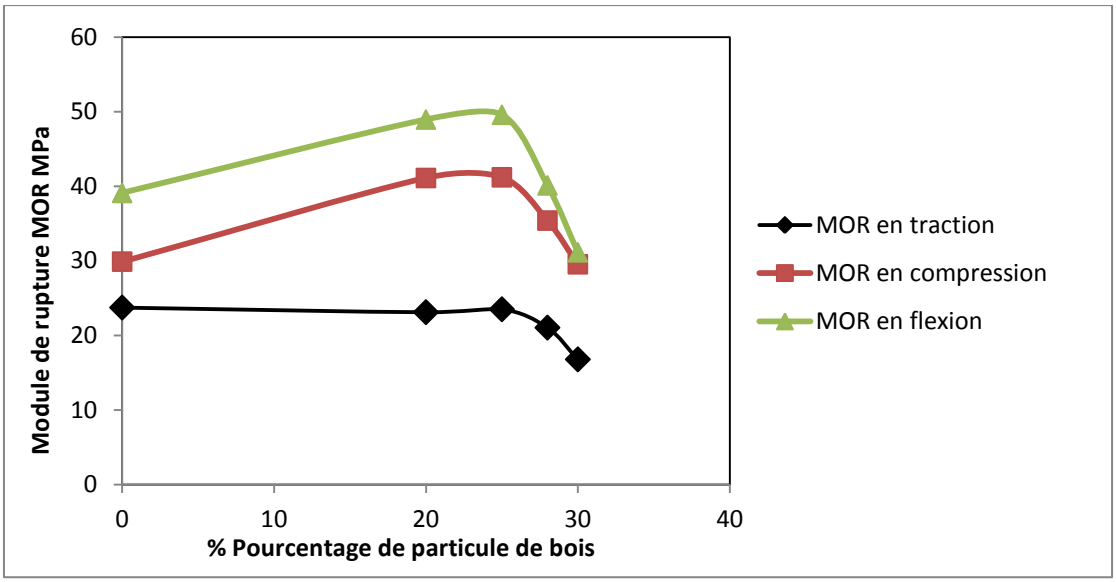


Figure 67 : Courbe du MOR en fonction du pourcentage de sciure de bois

4.6. Comparaison entre les échantillons de la méthode artisanale et les échantillons de la méthode industrielle

Les résultats indiquent d'après le tableau XVIII que de façon évidente les propriétés mécaniques (MOE et MOR) de la méthode artisanale sont plus faibles que celles de la méthode industrielle. Ces résultats étaient prévisibles étant donné que la méthode artisanale souffre de certaines insuffisances. Notamment le problème du contrôle de la température lors de la fusion de la matrice.

En se référant au paragraphe concernant l'analyse thermogravimétrique de la matrice, on constate que lorsque la température de fusion et au-delà de 390°C la matrice se dépolymérise.

Avec la méthode artisanale le mélange silure matrice se fait de façon manuelle. Ce qui requiert l'habileté de l'opérateur car le mélange doit être fait très rapidement avant que la matrice ne durcisse par refroidissement

Le moulage est fait en introduisant le mélange par couche dans un moule. Il est possible qu'il se forme des zones de faiblesse à l'interface de chaque couche. Toutes ces conditions réunies peuvent expliquer cette différence au niveau des propriétés.

Le faciès de rupture des composites fabriqués de façon artisanale montre plusieurs points de faiblesse (ou vides) et révèle une mauvaise adhérence entre les particules de bois et la matrice dans la mesure où celles-ci sont dans le plan tangent au faciès de rupture. La vue au MEB vient donc appuyer l'interprétation des résultats mécaniques. La fabrication des CBP est très délicate et chaque étape de fabrication doit respecter un protocole très précis.

Tableau XVIII : Récapitulatif des résultats mécaniques obtenus par la méthode artisanale

	Traction		Compression		Flexion	
Nomenclature	MOE(MPa)	MOR(MPa)	MOE(MPa)	MOR(MPa)	MOE(MPa)	MOR(MPa)
E-CTN	534,1±32,1	13,3±1,2	618,15±36,1	10,1±0,9	718,2±22,1	8,21±2,3
20% de sciure de bois						
FCBP-160-20	602,3±36,1	7,5±2,1	607,7±24 ,1	15, 1±1,2	817,1±28,6	17, 2±1,3
FCBP-315-20	725,1±28,4	6,2±1,6	603,84±15,8	16,43±3,1	809,12±30,1	16,3±2,5
FCBP-630-20	614,9±26,6	8,12±0,8	496,34±28,2	17,01±2,2	798,2±36,4	19,1±2,4
25% de sciure de bois						
FCBP-160-25	652,3±26,5	7,8±2,1	760,65±38,5	16, 3±1,5	887,4±41,2	17, 2±1,7
FCBP-315-25	720,5±30,1	6,5±1,6	678,15±32,1	15,23±1,8	901,15±37,5	18,5±1,9
FCBP-630-25	745±25,5	6,1±2,3	27,5±27,4	15,7±2,2	856,2±36,4	16,3±3,1

4.7. Conclusion

Au terme de ce chapitre, on peut conclure que le mélange des différents polymères constituant la matrice réduit légèrement la contrainte de rupture, du polymère majoritaire mais la matrice garde la majeure partie de ses propriétés mécaniques. La matrice thermoplastique a un effet de stabilisation thermique sur le bois. L'ajout de la sciure de bois augmente la rigidité des CBP pour des sollicitations en traction, compression et flexion.

En traction, la contrainte à la rupture diminue en présence de sciure. Alors que dans le cas de la compression et la flexion, les propriétés mécaniques des CBP sont améliorées quelques soit la tailles de la sciure de bois. La comparaison effectuée avec la méthode artisanale a révélé ces insuffisances qui se sont fait ressentir sur les propriétés mécaniques des échantillons fabriqués grâce à cette méthode.

CHAPITRE

5 Conclusion

5. Conclusion générale

5.1. Conclusion générale

A travers ce projet d'étude, nous pourrons améliorer la technique de fabrication artisanale des CBP qui existait déjà. Nous rappelons que les CBP expérimentés durant ces travaux sont fabriqués à partir de sciure de bois et d'une matrice thermoplastique unique dont nous avons identifié les caractéristiques dans les chapitres précédents. Cette étude aborde le volet technologique de la fabrication des CBP et l'optimisation de la formulation. L'utilisation de l'extrusion comme procédé de fabrications nous a permis de relever les problèmes qui existe lors de la fabrication artisanale :

- Le problème du contrôle de la température lors de la fusion de la matrice.
- La difficulté qui se pose lors du mélange (manuelle) de la sciure de bois et de la matrice thermoplastique.
- Le problème du moulage.

En ce qui concerne l'optimisation de la technologie de fabrication, les propriétés mécaniques (module d'élasticité et contrainte de rupture) en traction compression et flexion on été étudiées en évaluant l'ajout de la sciure de bois à la matrice thermoplastique. Les conclusions suivantes on été tirées :

- La sciure de bois améliore la rigidité des CBP en traction mais se comporte comme une charge pour les contraintes de rupture.
- En compression l'ajout de la sciure de bois est un avantage pour les CBP car elle améliore la rigidité et fait augmenter la contrainte de rupture pour 25% et 28% de sciure.
- En flexion, on observe le même phénomène qu'en compression

5.2. Recommandations

Ce Travail de recherche c'est concentré sur certaines propriétés physiques et mécaniques d'un composite bois polymère dont la fabrication a été faite dans une optique de recyclage. Il gagnerait à être amélioré par des études complémentaires (objet d'une thèse ou d'un mémoire) abordant l'aspect technologique, élargissant les champs d'analyse de la morphologie de la sciure de bois, analysant le comportement du composite face à l'eau et en étudiant le composite dans le temps.

Du point de vue de la mise en œuvre, d'après les conclusions de l'étude, le dispositif artisanal doit être doté d'un système de contrôle de la température qui permettra de le régler selon les besoins de l'utilisateur. Il faut donc penser à la conception d'un dispositif qui prenne en compte ces paramètres. Cette thèse a permis d'étudier l'influence de la granulométrie de la sciure de bois entre 0,160-0,315-0,630 mm sur les propriétés mécaniques du composite. Il n'a pas été possible de dégager une tendance claire sur cette question. Il serait intéressant de reproduire cette même étude pour des tailles de sciure de bois supérieures à 0,630mm. En ce qui concerne les propriétés physiques, l'absorption qui est un paramètre abordé par plusieurs auteurs n'a pas été étudiée. Il est nécessaire que les prochaines études prennent en compte cet aspect. Le composite bois polymère est destiné à être utilisé comme revêtement de sol, isolant, ou matériaux de construction. La dureté, le vieillissement, la résistance au choc et la conductibilité thermique sont autant de paramètre qui doivent êtres étudiés.

6. Références bibliographiques

[1] I. L. Yavu, Fracture toughness of phenolic resins composite by using saw dust as filler of percentage by weight, 2008.

[2] D. Chowdhury, «Study on mechanical behaviour of wood dust filled polymer composites,» 2010.

[3] J. Soucy, Potentiel d'utilisation des fibres de papier dans la conception de composites bois polymères par une technologie d'extrusion, Université du québec en abitibi-témiscamingue, 2007.

[4] M. Schneider, Wood polymer composites, W. Fib., Éd., 1994, pp. 142-151.

[5] D. Osso, O. Tillement, P. Fleurentin et J.-L. Guichard, Physico-chimie de l'interface bois polymère, R. C. 9. CAP, Éd., Dombasle: Sciences & Techniques, 1999.

[6] C. SCIENCE, DOSSIER ENSEIGNANT (VOYAGE EN INDUSTRIE), 2006.

[7] D. Osso, O. Tillement, P. Fleurentin et J.-L. Guichard, Physico-chimie de l'interface bois polymère, Dombasle: Rapport CST 99/001 CAP Sciences & Techniques, 1999.

[8] RNCR. (Réseau National des Centres de Ressources), Etude sur la gestion des déchets plastiques dans l'espace UEMOA: cas du Bénin, Rapport final, 2011, p. 59.

[9] L. A. Berreur, Rapport final : L'industrie française des panneaux composites, Ministère de l'économie des finances et de l'industrie, France., 2002..

[10] D. Grosser, Die Hôlzer Mitteleuropas, Springer Verlag, 1977, p. 208.

[11] H. Bosshard, Holzkunde, Birkhäuser Verlag, 1974, pp. 312-224.

[12] J. Harrington, MicroFibril Angle in Wood. Ed B.G Butterfield, 1998.

[13] M. JEBRANE, Fonctionnalisation chimique du bois par transesterification des esters d'enol, Bordeaux: thèse : Université Bordeaux 1, École Doctorale Des Sciences Chimiques, 2009.

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

[15] T. Ben M'barek, Utilisation d'une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique de composites bois/plastique 'WPC', Pau, 2011.

[16] P. Navi et F. Heger, Comportement thermo-hydromécanique du bois, Presses polytechniques et universitaires romandes, 2005.

[17] M. Bernard, LES POLYMERES VEGETAUX, Bordas, 1980.

[18] A. Cloutier, Anatomie et structure du bois, Laval: Université Laval : Département des sciences du bois et de la foret, 2005.

[19] A. Bledzki, S. Reihmane et J. Gassan, Properties and modification methods for vegetable fibers for natural fiber composites, vol. 8, Journal of Applied Polymer Science, 1996, pp. 1329-1336.

[20] L. Dányádi, T. Janecska, Z. Szabó, G. Nagy, J. Móczó et B. Pukánszky, Wood flour filled PP composites: Compatibilization and adhesion, vol. 13, Composites Science and Technology, 2007, pp. 2838-2846.

[21] O. C.J, Acid—base interfacial interactions in aqueous media, vol. 78, Colloids and Surfaces A:Physicochemical and Engineering Aspects, 1993, pp. 1-49.

[22] W. J. Dilsiz N, Effect of acid–base properties of unsized and sized carbon fibers on fiber/epoxy matrix adhesion, vol. 164, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 2000, pp. 325-336.

[23] A. Merlin, PhD thesis.;, Université de Mulhouse, 1974.

[24] N. Hon, Behavior of hydrogen atoms and formyl radicals formed in photoirradiated cellulose, vol. 4, Journal of Polymer Science :Polym Chem Ed, 1976, p. 225–229.

[25] N. Hon, formation of free radicals in photoirradiated cellulose and related compounds, vol. 12, J. P. S. :. P. C. Ed, Éd., 1976, p. 2653–2669.

[26] K. Koichi, V. Victor, F. Mikhail, M. Masashi, I. Yoshito et N. Katsuhiko, JPolym Sci, Part A, Polym Chem, 1999, p. 357–362.

[27] J. Gassan et V. Gutowski, vol. 60, Compos Sci Techn., 2000, p. 2857–2863.

[28] R. Stone et J. Barrett, Study Reveals Interesting Efects of GasPlasma Radiations on Cotton Yarn, vol. 88, Textile Bull., 1962, p. 65–68.

[29] F. Ferrero et R. Bongiovanni, Improving the surface properties of cellophane by air plasma treatment, Surface and Coatings Technology, vol. 17, 2006, p. 4770–4776.

[30] D. Soignet, O. Hinojosa, T. Ward et R. Benerito, The Efects of Plasma Irradiation on Saccharides, vol. 3, J Macromolecular Sci A, 1982, p. 403–414.

[31] M. Reza, A. Malek et I. Holme, The efect of plasma treatment on some properties of cotton, vol. 4, Iranian Polymer J., 2003, p. 271–280.

[32] T. Ward et R. Benerito, New surface in cellulosic fibers by use of radiofrequency plasma of ammonia, U.S. Patent 4351857.

[33] N. Abidi et E. Hequet, Cotton fabric graft copolymerization using microwave plasma. I. Universal attenuated total reflectance-FTIR study, vol. 93, J Appl Polym Sci, 2004, p. 145–154.

[34] T. Uehara et I. Sakata, Efect of corona discharge treatment on cellulose prepared from beech wood, vol. 7, J Appl Polym Sci, 1990, p. 1695–1706.

[35] M. Belgacem, G. Czeremuszkin et S. Sapieha, Surface characterization of cellulose fibers by XPS and inverse gas chromatography Cellulose, vol. 2, 1995, p. 145–157.

[36] M. Belgacem, G. Czeremuszkin et S. Sapieha, Surface characterization of cellulose fibers by XPS and inverse gas chromatography. Cellulose, vol. 2, 1995, p. 145–157.

[37] M. Ragoubi, D. Bienaimé, S. Molina, B. George et A. Merlin, Impact of corona treated hemp fibers onto mechanical properties of polypropylene composites made thereof., vol. 2, Industrial Crops and Products, 2010, p. 344–349.

[38] A. Pizzi, R. Kueny, F. Lecoanet, B. Massetau, D. Carpentier, A. Krebs, F. Loiseau, S. Molina et M. Ragoubi, High resin content natural matrix–natural fiber biocomposites, vol. 2, Industrial Crops and Products, 2009, p. 235–240.

[39] S. Kuzina et A. Mikhailov, The oxidation and thermal transformations of macroradicals in gamma irradiated cellulose, vol. 80, Russ J Phys Chem., 2006, p. 1666–1670.

[40] N. Pekel, F. Yoshii, T. Kume et O. Guven, Radiation crosslinking of biodegradable hydroxypropyl methylcellulose, vol. 55, Carbohyd Polym, 2004, p. 139–147.

[41] A. Charlesby, Atomic Radiation and Polymers. London, Pergamon Press, 1960.

[42] J. J. Arthur, Derivatives of cellulose: reactions induced by high-energy radiation, vol. 5, High Polym, 1971, p. 937–975.

[43] T. Molegi, K. Aoki et K. Kimura, Thermoplastic resins with cellulosic fiber, US patent . No 4783493, 1988.

[44] K. Horimoto, Synthetic pulp and absorbent compressing the same, US patent . No 4833010, 1989.

[45] J. Markarian, Wood plastic composites: current trends, Materials and processsing, Plastic and compounding, 2005, pp. 20-26.

[46] J. Winandy, N. Stark et C. Clemons, Consideration in recycling of wood- plastic composite, Kassel: 5th Global wood and natural fibers composites symposium, 2004.

[47] J. Gassan et A. Bledzki, Dynamic- mechanical properties of natural fiber-renforced plastics : the effect coupling agent, Madison: Fourth International conference on wood plastic composites, 1997, pp. 76-80.

[48] F. Daan, D. Caulfield et A. Sanadi, Effect of compatibilizer on the structure-property relatioships of kenaf fiber/ polypropylene composites, vol. 4, Polymer composites, 2001, pp. 506-517.

[49] D. S. William et M. W. John, Coupling agents for matinal fiber-fillled polyolefins and compositions thereo, Patent N° 200713001 .

[50] D. Sigworth, Additives for wood-filled polyolefins coupling agents, Toronto: Progress in wood fibre- plastic - composites conférence, 2002, pp. 23-24.

[51] M. Bengtsson, P. Gatenholm et K. Oksman, the effect of crosslinking on the properties of polyethylene/ woood flour composite, vol. 10, Composite Science and Technology, 2005, pp. 1468-1479.

[52] A. Klyosov, wood plastic composites, wiley interscience , 2007.

[53] M. Botros, Developpement of new generation coupling agent for wood plastic composite, New orlean: Inter tech confzrence, tthe global outlook for natural and wood fiber composites, 2003, pp. 3-5.

[54] J. Trotignon et A. D. e. M. P. J. Verdus, Matières plastiques, structures-propriétés, mise en oeuvre, normalisation., nathan éd., 1996.

[55] e. M. S. Behzad T., Numerical Modeling of Hemp Fiber/Thermoset Composites for Automotive Applications. Progress in Wood & Bio Fibre Plastic Composites, 2006.

[56] D. Rosato, Injection Molding Handbook, London: Kluwer Academic Publishers., 2000.

[57] E. Gamstedt, K. Neagu, K. Bogren et N. Lindström, Micromechanical Approaches to Development of Improved Wood-Fibre Biocomposites., Toronto: Intern. Conf. on Progress in Wood and Bio-fibre Plastic Composites, 2006.

[58] M. Baillif et K. Oksman, The influence of the extrusion process on bleached pulp fiber and its composites, toronto: Progress in Wood & Biofibre Plastic Composites conference, 2006.

[59] K. Englund et B. Olson, 9th International Conference on Wood & Biofiber Plastic Composites, 2007.

[60] C. Burgstaller et W. Stadlbauer, Influence of polymer grade and compatibilizer concentration on the interfacial shear strength in sisal fibre polypropylene composites., Proceedings of the 28th Risø International Symposium on Materials Science: Interface Design of Polymer Matrix Composites Mechanics, Chemistry, Modelling and Manufacturing, 2007.

[61] A. Khalifeh et J. Clermont, Courbes caractéristiques débit-pression d'une extrudeuse monovis pour des fluides non-newtoniens par des simulations numériques tridimensionnelles, Rhéologie, 2005, pp. 44-50.

[62] P. Marechal, Analyse des principaux facteurs impliqués dans le fractionnement combiné de pailles et de sons de blé en extrudeur bi-vis : obtention d'agro-matériaux, T. d. Doctorat, Éd., Toulouse: Institut National Polytechnique de Toulouse, Toulouse, Sciences des Procédés : Sciences des Agro-ressources, 2001.

[63] E. Peyrat, Nouveau composite biodégradable obtenu à partir de maïs plante entière Etude du procédé de transformation thermo-mécano-chimique en extrudeur bi-vis et de la mise en forme par injection-moulage, T. d. Doctorat, Éd., Toulouse: Institut National Polytechnique de Toulouse,Sciences des Procédés : Sciences des Agro-ressources,, 2000.

[64] C. Geneau, Procédé d'élaboration d'agromatériau composite naturel par extrusion bivis et injection, T. d. Doctorat, Éd., Toulouse: Institut National de Toulouse: Sciences des Agroressources, 2006.

[65] S. Kasliwal et J. Jones, Gentle compounding of natural fibre filled PVC composites., ANTEC Annual Technical Conference,, 2004.

[66] E. Zaddi, Procédé de transformation des matières plastiques I. Université Laval, 2002.

[67] I. A. I. e. M. Modic, Self-Reinforced Melt Processible Composites :Extrusion, Compression, and Injection Molding. Journal of Polymer composite, vol. 8, 1987, pp. 158-175.

[68] e. a. Bérard J., Manuel de foresterie. Université Laval,, 1996, pp. 1315-1413.

[69] R. H. Falk et S. M. Cramer, The comparative performance of woodfiber-plastic and wood-based panels. 5th International Conference of Woodfiber-Plastic Composites, Madison Winsconsin., 1999.

[70] M. P. Wolcott et K. Englund, A Technology Review of Wood-Plastic Composites, Washington: 33rd International Particleboard/ Composite Matériels Symposium, 1999.

[71] B. Liang, M. L., S. M. Shaler et G. Caneba, Properties of transfer-molded wood-fiber/polystyrene composites, vol. 3, Wood and Fiber Science, 1994, pp. 382-389.

[72] S. Takase et N. Shiraishi, Studies on composites from wood and polypropylenes, vol. 37, Journal of Applied Polymer, 1989, pp. 645-659.

[73] K. Yam, V. Kalyankai, S. Selke et C. Lai, Mechanical properties of wood fiber/recycled HDPE composites, ANTEC, 1998, pp. 1809-1811.

[74] S. Maiti et S. K., Influence of wood flour on the mechanical properties of polyethylene, vol. 32, Journal of Applied Polymer, 1986, pp. 4285-4289.

[75] F. Michaud, Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement : aptitude au post formage, Mémoire de thèse Université Bordeaux, 2003.

[76] S. Migneault, A. Koubaa, F. Erchiqui, A. Chaala, K. Englund et M. P. Wolcot, Effects of processing method and fiber size on the structure and properties of wood–plastic composites, Laval: Composites: Part A, 2009.

[77] N. Stark et A. Sanadi, Effects of fiber type on the properties of wood-plastic composites, Toronto: Materials and Manufacturing Ontario, 2000, pp. 25-26.

[78] N. M. Stark et R. E. Rowlands, Effects of wood fiber characteristics on mechanical properties of wood/polypropylene composites, vol. 2, Wood and fiber science, 2003.

[79] R. Gosselin, Injection de mousses composites bois/plastiques d'origine post-consommation, laval: FACULTÉ DES SCIENCES ET DE GÉNI, 2005.

[80] X. Ge, X. ,. H. Li et Y. Z. Meng, Tensile properties, morphology, and thermal behavior of PVC composites containing pine flour and bamboo flour, vol. 4, Journal of Applied Polymer Science, 2004, pp. 1804-1811.

[81] D. Maldas, B. Kokta et C. Daneault, Composites of poly(vinyl chloride)-wood fibers. Effect of the nature of fibers, vol. 2, Journal of Vinyl Technology, 1989, pp. 90-99 .

[82] A. Bledzki et O. Faruk, Wood fibre reinforced polypropylene composites: effect of fibre geometry and coupling agent on physico-mechanical properties, vol. 6, Applied Composite Materials, 2003, pp. 365-379.

[83] N. M. Stark et M. Berger, Effect of particle size on properties of wood-flour reinforced polypropylene composites, Madison: 4 International Conference on Woodfiber-Plastic Composites, 12-14 May 1997, pp. 134–143.

[84] C. Vaca-Garcia, M. Yoshioka et N. Shiraishi, Coating process for PP-wood flour composites, Bordeaux: Wood Fibre Polymer Composites Symposium 27-28 March 2003, 2003.

[85] J. Julson, G. Subbarao, D. Stokke, H. Gieselman et K. Muthukumarappan, Mechanical properties of biorenewable fiber/plastic composites, vol. 5, Journal of Applied Polymer Science, 2004, pp. 2484–2493 .

[86] D. Maldas et B. Kokta, Recycled thermoplastic-woodflour composites, International Journal of Polymeric Materials, 1994, pp. 69-78.

[87] H. Chen, T. Chen et C. Hsu, Effects of wood particle size and mixing ratios of HDPE on the properties of the composites, vol. 3, Holz als Roh- und Werkstoff, 2006, pp. 172-177 .

[88] J. Müssig, Influence of fibre fineness on the properties of natural fibre composites and Natural Fibre Composites Symposium, Kassel: 4 International Wood 10-11 April 2002, 2002.

[89] L. Augier, Etude de l'élaboration de matériaux composites PVC/bois à partir de déchets de menuiserie : formulation, caractérisation, durabilité et recyclabilité,

TOULOUSE, 2007.

[90] v. Klason, Kubât et H. Strômval, The efficiency of cellulosic fillers in common thermoplastics. Part I. Fill-ing without processing aids or coupling agents, vol. 10, International Journal of Polymeric Materials, 1984, pp. 159-187.

[91] B. Liang, L. Mott, S. M. Shale et G. Caneba, Properties of transfer-molded wood-fiber/polystyrene composites, vol. 3, Wood and Fiber Science, pp. 382 -389.

[92] J. Helene, S. Arne et C. Frauke, Development of a thermogravimetric analysis (TGA) method for quantitative analysis of wood flour and polypropylene in wood plastic composites(WPC), Thermochimica Acta, 2012, p. 165–171.

[93] A. S. Singha, K. Raj et Rana, Chemically Induced Graft Copolymerization of Acrylonitrile Onto Lignocellulosic Fibers, vol. 124, Appl Polym Sci, 2012, p. 1891–1898.

[94] C. Ashish et S. K. Balbir, Synthesis Characterization and Evaluation of Novel Hibiscus sabdariffa-g-poly(EA) Copolymer, J Appl Polym Sci, 2012, p. 448–454.

[95] A. Arbelaiz, B. Fernandez, A. Valea et I. Mondragon, Mechanical properties of short flax fibre bundle/poly(3-caprolactone) composites: Influence of matrix modification and fibre content, Carbohydrate Polymers, 2006, p. 224–232.

[96] B. Raid et M. F. Mohammad, Thermo-Gravimetric Stability of High Density Polyethylene Composite Filled with Olive Shell Flour, vol. 3, American Journal Polymers Science, 2015, pp. 65-74.

[97] V. Purohit et R. Orzel, Polypropylene: a literature review of the thermal decomposition products and toxicity, vol. 7, International Journal Toxicol, 1988, pp. 221-242.

[98] A. Alireza et N. Amir, Performance properties of microcrystalline cellulose as a reinforcing agent in wood plastic composites, vol. 41, Composites: Part B, 2010, p. 578–581.

[99] P. T. Williams et S. Besler, The influence of temperature and heating rate on the slow pyrolysis of biomass, vol. 7, Renewable Energy, 1996, pp. 233-250 .

[100] F. Shafizadeh et W. De Groot, Combustion characteristics of cellulosicfuels, dans Thennal uses and properties of carbohydrates and lignin, London: Academic Press,

1977, pp. 1-17.

[101] F. Mengeloglu et A. Kabakci, Determination of thermal properties and morphology of eucalyptus wood residue filled high density polyethylene composites, International Journal Mol. Science, 2008, pp. 107-119.

[102] B. Li et J. He, Investigation of mechanical property, flame retardancy and thermal degradation of LLDPE-wood-fibre composites, vol. 83, Polym. Degrad. Stabil, 2004, pp. 241-246.

[103] C. Amen-Chen, Production of monomeric phenols by thermochemical conversion of biomass, vol. 79, a review. Bioresour. Technol, 2001, pp. 277-299.

[104] S. Kazemi-Najafi, E. Hamidinia et M. Tajvidi, Mechanical properties of composites from sawdust and recycled plastics, vol. 100, Journal of Applied Polymer Science, 2006, p. 3641–3645.

[105] S. Selke et I. Wichman, Wood Fibre/Polyolefin Composites, Composites: Part A, 2004, p. 321–326.

[106] k. Adhikary, S. Pang et M. Staiger, Dimensional stability and mechanical behaviour of wood–plastic composites based on recycled and virgin high-density polyethylene (HDPE), vol. 39, Composites: Part B, p. 807–815.

[107] J. Mali, P. Sarsama, L. Lindberg, J. Peltonen, M. Vilkki, T. Koto et S. Tiisala, Wood fiber– plastic composites, VTT Technical Research Centre of Finland, 2003.

[108] A. Alireza et N. Amir, Performance properties of microcrystalline cellulose as a reinforcing agent in wood plastic composites, Composites: Part B, 2009, p. 578–581.

[109] D. Kamdem, H. Jiang, W. Cui, J. Freed et L. Matuana, Properties of wood plastic composites made of recycled HDPE and wood flour from CCA-treated wood removed from service, vol. 35, Composites: Part A, 2004, p. 347–355 .

[110] J. Youngquist, G. Myers, J. Muehl, A. Krzysik et G. Clemons, Composites from recycled wood and plastics. Project report , USDA Forest service, Forest Products Laboratory, Madison, USA, january, 1995, pp. 42-48.

[111] B. English, C. Clemons, N. Stark et J. Schneider, Waste-wood derived fillers for plastics. Forest Product Laboratory , general technical report FPL-GTR-91,

mai(1996).

[112] J. Mishra et S. Naik, Studies on swelling behavior of wood polymer composites based on agro-waste and HDPE in steam and water at ambient temperature. Polym. Plast. Technol. Eng, 1999, pp. 1051-1058.

[113] J. Joseleau, Les hémicelluloses , dans Les Polymères Végétaux, Paris: Ed Monties, Bordas, 1980, pp. 87-121.

[114] T. Browne, M. Paice, N. Jemaa, M. Paleologou, X. Zhang et M. Champoux, Le bioraffinage forestier : Possibilité pour les entreprises québecoises de pâtes et papiers, québec: MRNF – FPInnovations-Paprican - Guide de développement, 2009.

[115] F. Shafizadeh, Pyrolytic reactions and products of biomass, Fundamentals of Termochemical Biomass Conversion, Fundamentals of Thermochemical Biomass Conversion, 1985, pp. 183-217.

[116] F. A et ROBERTS, The heat of reaction during the pyrolysis of wood, vol. 17, Combustion and Flame,, 1971, pp. 79-86.

[117] F. Shafizadeh, Industrial pyrolysis of cellulosic materials, vol. 28, ,Applied polymer symposium, 1975, pp. 153-174.

[118] K. Friedrich, M. Evstatiev, S. Fakirov, O. Evstatieva, M. Ishiic et M. Harrassa, Microfibrillar reinforced composites from PET/PP blends: Processing, morphology and mechanical properties, vol. 65, Compos. Sci. Technol, 2005, p. 107–116.

[119] K. Jayanarayanan, S. Thomas et K. Joseph, In situ microfibrillar blends and composites of polypropylene and poly (ethylene terephthalate): Morphology and thermal properties, vol. 18, J. Polym. Res, 2011, p. 1–11.

[120] Z. Li, M. Yang, J. Feng, W. Yang et R. Huang, Morphology of in situ poly(ethylene terephthalate)/polyethylene microfiber reinforced composite formed via slit-die extrusion and hot-stretching, vol. 37, Mater. Res. Bull, 2002, p. 2185–2197.

[121] H. Chiu et Y. Hsiao, Compatibilization of Poly(ethylene terephthalate)/Polypropylene Blends with Maleic Anhydride Grafted Polyethylene-Octene Elastomer, vol. 13, Journal Polym. Res, 2006, pp. 153-160.

[122] Z. Li, L. Li, K. Shen, M. Yang et R. Huang, In situ poly(ethylene terephthalate) microfibers- and shear-induced non-isothermal crystallization of isotactic polypropylene by on-line small angle X-ray scattering. Polymer, vol. 46, 2005, p.

5358–5367.

[123] M. Asgari et M. Masoomi, Thermal and impact study of PP/PET fibre composites compatibilized with Glycidyl Methacrylate and Maleic Anhydride, vol. 43, Compos. Part B Eng, 2012, p. 1164–1170.

[124] A. Laukaitiné, V. Jankauskaité, K. Žukiené, V. Norvydas, S. Munassipov et U. Janakhmetov, Investigation of polyvinyl chloride and thermoplastic polyurethane waste blend miscibility, vol. 19, Mater. Sci., 2013, p. 397–402.

[125] L. Xu, G. Zhong, X. Ji et Z. Li, Crystallization behaviour and morphology of one-step reaction compatibilized microfibrillar reinforced isotactic polypropylene/poly(ethylene therephthalate) (iPP/PET) blends, vol. 29, Chin.J. Polym. Sci, 2001, p. 540–551.

[126] U. LA, Polyethylene blends, U. LA, Éd., Chapman and Hall, 1998, p. 230–53.

[127] R. Khandkar- Siddikur, I. Md Nazrul, R. Md Mushfiqur, H. Md Obaidullah, Islam, R. Md Mushfiqur, H. Md Obaidullah, D. Rudi et K. HPS Abdul, Flat-pressed wood plastic composites from sawdust and recycled polyethylene terephthalate (PET): physical and mechanical properties, vol. 2, SpringerPlus, 2013, pp. 2193-1801.

[128] D. Gardner, M. Wolcott, L. Wilson, Y. Huang et M. Carpenter, Our understanding of wood surface chemistry in 1995, Proceeding of Wood Adhesive éd., C. A.W et C. A.H, Éds., Forest Products Society, 1995.

[129] M. H. Schneider, Wood polymers composites, vol. 1, Wood and Aber Scrence, 1994, pp. 142-151 .

[130] M. J. Schwarzkopf et M. D. Burnard, Wood-Plastic Composites—Performance and Environmental Impacts, Research and Developmen, 2016.

[131] F. Michaud, RHÉOLOGIE DE PANNEAUX COMPOSITES BOIS/THERMOPLASTIQUES SOUS CHARGEMENT THERMOMÉCANIQUE : Aptitude au postformage, Québec-Bordeaux: Thèse de doctorat présentée en cotutelle à la Faculté des Études Supérieures de l'Université Laval, Québec dans le cadre du programme de sciences du bois pour l'obtention du grade de Philosophiae Doctor (Ph.D.), 2003.

[132] K. Yam, B. Gogoi, C. Lai et S. Selke, Composites from compounding wood fibers with recycled high-density polyethylene, vol. 11, Polymer Engineering and Sci.,

1990, pp. 693-699.

[133] M. V. J.-F. A. e. B. V. F. Godard, Étude du comportement rhéologique et des propriétés mécaniques de composite sciures de bois-polyéthylène haute densité, 2008.

[134] K. J. S. H. Klason C, The efficiency of cellulosic fillers in common thermoplastics. part 1 Filling without processings aids or coupling agents. Inter. J. Polymeric Mater, 1984, pp. 159-187.

[135] N. M. Stark, Wood Fiber Derived from Scrap Pallets Used in Polypropylene Composite. Forest Product Journal,, vol. 49, 1999, pp. 421-431.

ANNEXES

7. Annexe

Annexe 1 : Autres méthodes d'extrusion

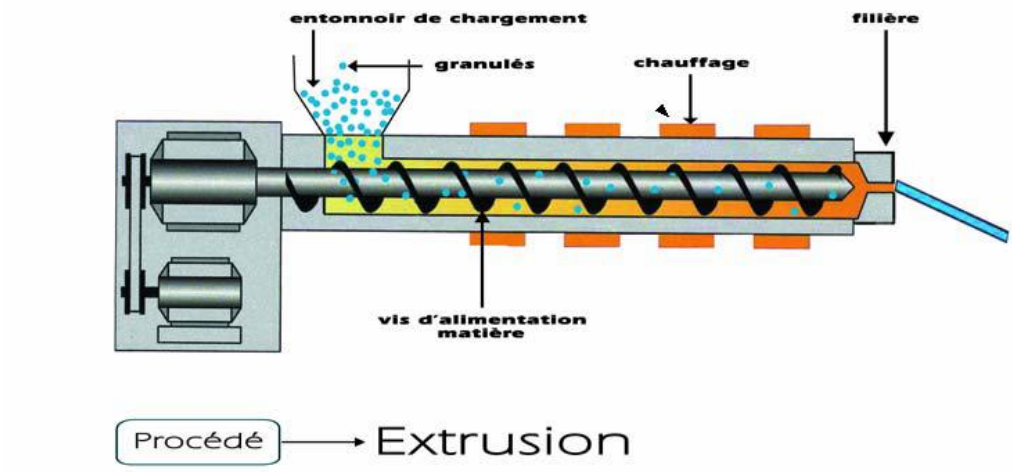


Figure 68. Procédé général d'extrusion

L'extrusion soufflage permet de fabriquer des corps creux. Cela commence par l'extrusion d'un tube plein appelé la paraison. Ce tube de plastique encore chaud à la sortie de la filière est coupé et recueilli dans un moule froid en deux parties qui se referme autour de lui. Ensuite, de l'air est injecté dans la matière par une canne de soufflage et le polymère vient se plaquer sur les parois intérieures du moule qui est rapidement refroidi. Le procédé se termine par le démoulage, le décarottage et l'élimination des déchets de moulage de la pièce.

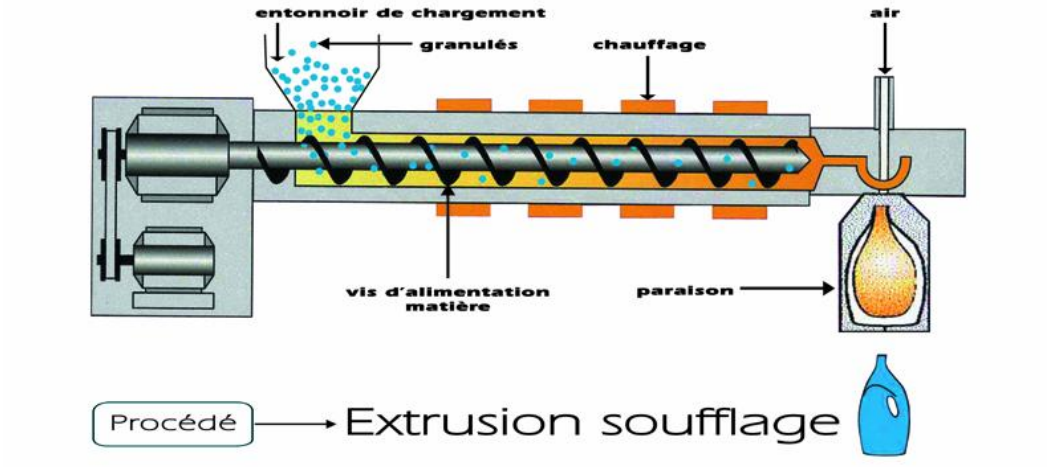
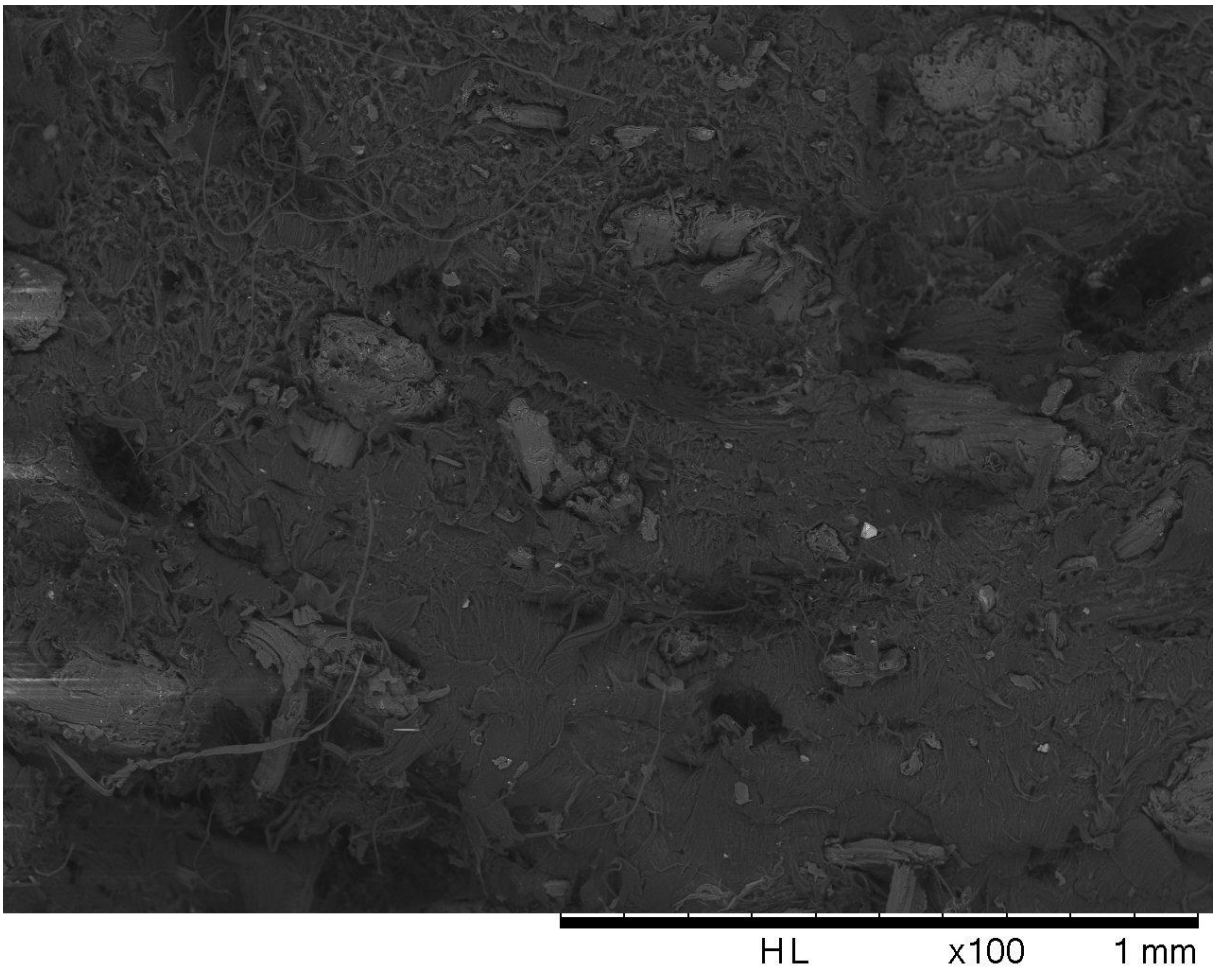


Figure 69. Procédé d'extrusion par soufflage

L'extrusion gonflage : C'est une variante de l'extrusion qui permet de fabriquer des films plastiques. Ce procédé consiste, au sortir de l'extrudeuse, à dilater avec de l'air comprimé une gaine polymère précédemment formée. La sortie de l'extrudeuse est verticale, on insuffle de l'air comprimé dans la matière fondue qui se gonfle et s'élève verticalement en une longue bulle de film. Après refroidissement, des rouleaux aplatissent le film en une gaine plate qui s'enroule sur des bobines. On fabrique ainsi des films utilisés dans la fabrication d'emballages, de sacs-poubelles, de sacs de congélation, de poches médicales pour perfusion et des feuilles souples et fines de revêtements pour serres horticoles.

Annexe 2 : Vue au MEB du faciès de rupture du CBP à l'échelle X100



Annexe 3 : Vue au MEB du faciès de rupture du CBP à l'échelle X 100

Annexe 4 : Modélisation 3D d'un échantillon de CBP pour essai de traction

Logiciel de modélisation : Autocad 2014

Volume : 7863,14 mm^3