



**République Algérienne Démocratique Et  
Populaire**  
**Ministère de l'enseignement supérieur et de la  
Recherche Scientifique**  
**Université M'Hamed Bougera - Boumerdes**  
**Faculté des Sciences**



**Domaine :** Science de la matière

**Filière:** Chimie des matériaux

**Mémoire de fin d'étude**

**En vue de l'obtention du diplôme de MASTER en chimie des matériaux**

**THEME:**

**Valorisation des sciures de bois dans des composites  
thermoplastiques (HDPE-bois): élaboration et  
caractérisation**

**Présentée et soutenu par :**

**LOUGGANI Kenza**

**Encadré par :**

**Dr BOUSSAK Hassina**

Soutenu devant le jury :

Mme. BENOUDJIT. F

MCA /UMBB

Président

Mme. HAMDANI-BELKAID.S

MCB /UMBB

Examinatrice

Mme. BOUSSAK.H

MCA /UMBB

Encadreur

Année universitaire : 2020/2021



## *REMERCIEMENTS*

*Je remercie tout d'abord « ALLAH » qui m'a donné la force et la patience nécessaire pour réaliser ce modeste travail.*

*Je remercie ma cher  
Famille, mon père RABAH LOUGGANI, ma mère  
FATIHA MAZIEN et à mes frères et sœurs, qui m'ont  
encouragé tout le long de mes études*

*Je remercie mon Encadreur*

*Dr BOUSSAK Hassina*

*J'adresse ma reconnaissance à tous les membres du jury pour  
m'avoir fait l'honneur d'accepter d'évaluer ce travail : Mme.  
HAMDANI-BELKAID.S pour avoir été l Examinatrice et Mme.  
BENOUDJIT. F pour avoir été la président du jury de cette  
mémoire.*

*Je remercie également tous les Enseignants du  
Département de CHIMIE, et toute l'équipe de l'entreprise  
«PIPETECH» ; mes collègues ainsi que mes amis  
Enfin, je remercie tous ceux qui m'ont aidé de à réaliser ce  
travail.*

*Dédicaces*

*« Une famille, la santé, des amis c'est tout ce qui compte dans la vie, le reste n'est qu'un surplus auquel on attache plus ou moins d'attention »*

AU NOM D'ALLAH LE TOUT MISÉRICORDIEUX, LE TRÈS MISÉRICORDIEUX !

*J'ai l'honneur et le plaisir de dédier ce travail*

*A Mes chers parents pour leur soutien et leur*

*Encouragement*

*A chaque instant de ma vie scolaire et*

*Universitaire*

*A Mes sœurs et Mes frères*

*A Tous les collègues surtout les étudiants de*

*Magister Garçons et filles*

*A Tous mes proches de mon cœur*

*A Tous les personnes que j'aime Beaucoup*

**KENZA LOUGGANI**

# Sommaire

---

# SOMMAIRE

---

Listes des figures

Liste des tableaux

Liste des symboles

Résumé

**Introduction générale**

## **Chapitre I : partie bibliographique**

I.1. Les composites bois-polymère (CBP) .....	3
I.1.1. Fibres végétales thermoplastiques .....	3
I.2. Généralités sur le bois .....	5
I.2.1. Structure du bois .....	6
I.2.1.1. Structure macroscopique du bois .....	6
I.2.1.2. Microstructure du bois .....	7
I.3. Avantages et inconvénients des fibres végétales .....	10
I.4. Techniques d'élaboration des BC plastique-bois .....	10
I.4.1 Méthodes physiques .....	11
I.4.2. Traitements chimiques .....	12
I.5. Polyéthylène PE .....	12
I.5.1. Caractéristiques générales des polyéthylènes .....	13
I.5.1.1. Description multi échelles de la structure du polyéthylène .....	14
I.5.2. Propriétés du polyéthylène à haute densité .....	15
I.5.2.1. Propriétés mécaniques .....	16
I.5.2.2. Propriétés physiques .....	16
I.5.2.3. Propriétés chimiques .....	17
I.5.2.4. Propriétés électriques .....	17
I.5.3. Utilisations .....	17
I.5.4. Avantages et inconvénients du PEHD .....	18
I.5.5. Cycle de vie .....	19
I.6. Procédés de fabrication des composites bois-polymère renforcés par des fibres courtes .....	19

# SOMMAIRE

---

I.6.1 Techniques plasturgistes.....	19
I.6.1.1. L'extrusion.....	20
I.6.2. Techniques de l'industrie du bois .....	20
I.7. Conclusion .....	21

## Chapitre II: Matériel et Méthode

II. 1. Introduction.....	22
II.2 Détails expérimentaux .....	22
II.2.1. Matériaux .....	22
II.2.2. Méthodes .....	25
II.2.2.1. Préparation des farines .....	25
II.2.2.2. Préparation des composites PEHD/FB.....	26
II.3 Techniques de caractérisations.....	27
II.3.1. Taux d'humidité .....	27
II.3.2. Taux de cendre .....	28
II.3.3. Essai de traction des biocomposites.....	28
II.3.4. Mesure de l'indice de fluidité« MFI ».....	30
II.3.5. Détermination la masse volumique.....	32
II.3.6. Analyse Calorimétrique différentielle (DSC) [Le Temps d'Induction à l'Oxydation (OIT)] .	34
II.4. Conclusion .....	35

## Chapitre III : Technique d'analyse et Méthodes expérimentales

III. 1. Introduction .....	36
III.2. Caractérisation de la poudre de bois .....	36
III.2.1. Détermination du taux d'humidité.....	36
III.2.2. Taux de cendre (Norme TAPPI T 211 CM-86).....	38
III. 3. Caractérisation des propriétés mécaniques des composites PEHD-sciures de bois .....	39
III.4. Mesure de l'indice de fluidité « MFI ».....	43
III.5. .Détermination de la masse volumique .....	47

## SOMMAIRE

---

III.6. Analyse Calorimétrique différentielle (DSC) [Le Temps d'Induction à l'Oxydation (OIT) .....	48
III. 7. Conclusion .....	52
Références bibliographiques	
Annexe	

## LISTES DES FIGURES

---

### Listes des figures

Figure I. 1 : Quelques plantes et origine des fibres utilisées comme renfort dans les matrices Polymères.....	4
Figure I. 2 : (a) Cellulose (b) Lignine et (c) Parois des fibres bois.....	5
Figure I.3 : Arbre de bois rouge (pin finlandais).....	6
Figure I. 4 : Coupe transversale d'un tronc d'arbre.....	6
Figure I. 5 : Plans de référence du bois.....	7
Figure I. 6 : Structure d'une fibre végétale.....	7
Figure I. 7 : Représentation des trois unités composant de la lignine.....	8
Figure I. 8 : Structure de la paroi cellulaire, en coupe transversale (en bas) et en vue tridimensionnelle (en haut) : paroi Secondaire (1 à 3, couches S1 à S3); lumen (4); paroi primaire (5); lamelle moyenne .....	9
Figure I. 9: Structure macromoléculaire du polyéthylène linéaire (PEHD).....	12
Figure I. 10: Représentation des différentes échelles structurelles d'un matériau polymère.....	15
Figure I. 11 : Extrudeuse (a) simple vis et (b) double vis.....	20
Figure. II.1. : Farine de bois.....	23
Figure. II.2. : PE-g-MA.....	24
Figure II.3.: Broyeur utilisé (original 2017).....	25
Figure II.4. : Tamis (original 2017).....	25
Figure. II.5. : Extrudeuse et la presse d'injection.....	26
Figure II.6. : Echantillons sous forme haltère.....	26
Figure II. 7: Creuset avec les cendres (original 2017).....	28
Figure II.8 : Machine de traction de type <i>WDT-W-50B2</i> .....	29
Figure II.9 : Eprouvette de type 1.....	29
Figure II.10: Machine de MFI (fluidimètre).....	30
Figure II.11 : Balance électrique de marque (OHAUS).....	32
Figure II.12 : Les extrudats obtenus de l'essai du MFI.....	32
Figure II.13 : Les paniers .....	33
Figure II.14 : Appareil de DSC.....	34
Figure III.1 : Essai de traction du composite (80% PEHD+20 % bois).....	39
Figure III.2 : Essai de traction du composite (85% PEHD+15% bois).....	40
Figure III.3: Essai de traction du composite (90% PEHD+10 % bois).....	40
Figure III.4 : Essai de traction du composite (100% PEHD+0% bois).....	41
Figure III. 5 : Variation de l'indice de fluidité des composites élaborés avec 3% en PE-g-MA en fonction du taux de farine de bois.....	44
Figure III.6 : Variation de la masse volumique des composites élaborés avec 3% en PE-g-MA en fonction du taux de farine de bois.....	47
Figure III.7 : Exemple de thermogramme pour un polyéthylène présentant une réaction endothermique.....	48

## **LISTES DES FIGURES**

---

Figure III. 8 : Thermogramme DSC de composite 100% PEHD+ 0% farine de bois (F0).....49

Figure III.9 : Thermogramme DSC de composite 90% PEHD+ 10% farine de bois (F10).....50

Figure III. 10: Thermogramme DSC de composite 85% PEHD+ 15% farine de bois (F15)...50

Figure III. 11: Thermogramme DSC de composite 80% PEHD+ 20% farine de bois (F20)...51

## LISTE DES TABLEAUX

---

### Liste des tableaux

Tableau I. 1 : Principales fibres végétales, d'après John et Thomas.....	8
Tableau I. 2 : Propriétés mécaniques et thermiques des polyéthylènes.....	13
Tableau I. 3 : Récapitulatif des différents types de polyéthylène.....	15
Tableau I. 4 : Propriétés physiques et thermiques de PEHD et PEBD.....	16
Tableau I. 5: Propriétés mécaniques des différents polyéthylènes.....	16
Tableau II. 1 : Propriétés physico-chimiques du PEHD.....	24
Tableau II. 2 : Propriétés physico-chimiques de l'adhésif polyéthylène greffé.....	25
Tableau II. 3 : Formulations des échantillons.....	27
Tableau II. 4: Nombre des éprouvettes en fonction du diamètre extérieur.....	30
Tableau II. 5 : Vitesse de machine de traction en fonction de l'épaisseur.....	30
Tableau III. 1 : Résultats des tests mécaniques(les valeurs des paramètres mécaniques sont prises en moyenne).....	41
Tableaux III. 2 : Variation de la masse volumiques des composites en fonction des pourcentages de la farine de bois.....	47
Tableau III. 3 : Temps d'induction de l'oxygène des composites (0, 10, 15 et 20% en en farine de bois).....	49

## LISTE DES SYMBOLES

---

<b>PVC :</b>	Poly Chlorure de Vinyle
<b>BR :</b>	Bois Rouge
<b>% :</b>	Pourcent
<b>Ca :</b>	Calcium
<b>Mg :</b>	Magnésium
<b>PP :</b>	Polypropylène
<b>PE :</b>	Polyéthylène
<b>PET:</b>	Polyéthylène téréphtalate
<b>PC:</b>	Polycarbonate
<b>UV :</b>	Ultra violet
<b>MPa :</b>	Méga pascal
<b>GPa :</b>	Giga pascal
<b>Kg /m3 :</b>	Kilogramme par mètre cube
<b>J/m :</b>	Joule par mètre
<b>Tf :</b>	Température de fusion
<b>Tg :</b>	Température de transition vitreuse
<b>°C :</b>	Dégréé Celsius
<b>CaCO<sub>3</sub> :</b>	Carbonate de calcium
<b>g /cm<sup>3</sup> :</b>	Gramme par centimètre cube
<b>T :</b>	Température
<b>mm :</b>	Millimètre
<b>tr/min :</b>	Tour par minute
<b>CBP :</b>	composte bois-polymère
<b>E :</b>	module d'élasticité
<b>Rm :</b>	résistance mécanique maximale
<b>Rad :</b>	Radian
<b>m :</b>	Mètre
<b>g / mol :</b>	Gramme par mole
<b>K :</b>	Kelvin
<b>Mw :</b>	Mégawatt
<b>DSC :</b>	Analyse calorimétrique différentielle
<b>MIF :</b>	L'indice de fluidité

## Liste des symboles

---

<b>HZ :</b>	Hertz
<b>PEHD :</b>	Polyéthylène haute densité
<b>PEBD :</b>	Polyéthylène basse densité
<b>PE-g-MA :</b>	Polyéthylène greffé à l'anhydride maléique
<b>MEB:</b>	Microscopie Electronique à Balayage
<b>ATG :</b>	Analyse Thermogravimétrique
<b>IRTF :</b>	Infra Rouge à Transformer de Fourier

## Résumé

Les composites ne cessent d'évoluer vers des produits qui sont, soit les moins coûteux possible, soit les plus performants ou bien les deux à la fois. Dans cette étude un intérêt particulier a été porté aux particules de bois, comme charge dans la fabrication des matériaux composites à matrice polyéthylène haute densité. Dans ce contexte, différentes formulations à base de PEHD/poudre de bois ont été initiées avec différents taux de charge 10%, 15% et 20% en présence d'un agent de couplage le polyéthylène greffé au maléique anhydride (PE-g-MA). Notons que les particules de bois ont été caractérisées par : tests physiques (taux de cendres et taux d'humidité), tandis que les composites PEHD+bois par des tests : physiques (masse volumique), mécaniques (test de traction, essai MFI), thermiques (DSC) en mesurant le Temps d'Induction à l'Oxydation (OIT). L'introduction du bois dans le PEHD augmente la contrainte de résistance mécanique et le module d'élasticité par contre diminue l'allongement à la rupture avec le taux de charge, ces résultats ont montré que l'incorporation de la poudre de bois rend le matériau moins élastique. Par ailleurs le test de vieillissement thermique a été procédé pour toutes les formulations. Les résultats ont montré que les échantillons ne contenant pas des particules de bois sont les premiers à vieillir confirmation établie par plusieurs techniques : essais mécaniques et analyse thermique (DSC) montrés par le temps d'induction à l'oxygène [OIT]. La masse volumique des composites diminue avec l'augmentation du taux de farine et avec traitement. L'amélioration dans la formulation F20, et on remarque aussi que le traitement des particules par un agent de compatibilisant provoque une diminution de l'induction de temps de l'oxygène et diminue le vieillissement. Comparant les quatre types de formulations, les composites préparés avec PE-g-MA+bois sont plus stables que les composites traités sans PE-g-MA+bois.

Mots clés : composites, PEHD, adhésion, bois, propriétés, vieillissement, caractérisations.

## Abstract

Composites are constantly evolving towards products that are either the cheapest possible, the best performing, or both at the same time. In this study, particular interest was paid to wood particles, as filler in the manufacture of composite materials with a high density polyethylene matrix. In this context, different formulations based on HDPE / wood powder were initiated with different loading rates 10%, 15% and 20% in the presence of a coupling agent polyethylene grafted with maleic anhydride (PE-g-MA). Note that the wood particles were characterized by: physical tests (ash content and humidity), while the HDPE + wood composites by tests: physical (density), mechanical (tensile test, MFI test), thermal (DSC) by measuring the Oxidation Induction Time (OIT). The introduction of wood in HDPE increases the mechanical strength stress and the modulus of elasticity on the other hand decreases the elongation at break with the load rate, these results have shown that the incorporation of wood powder makes the less elastic material. Furthermore, the thermal aging test was carried out for all the formulations. The results showed that the samples containing no wood particles are the first to age, confirmation established by several techniques: mechanical testing and thermal analysis (DSC) showed by the oxygen induction time [OIT]. The density of composites decreases with increasing flour content and with processing. The improvement in the F20 formulation, and it is also noted that the treatment of the particles with a compatibilizer causes a decrease in the induction of oxygen time and decreases aging. Comparing the four types of formulations, composites prepared with PE-g-MA + wood are more stable than composites treated without PE-g-MA + wood.

Keywords: composites, HDPE, adhesion, wood, properties, aging, characterizations.

## ملخص:

تتطور المواد المركبة باستمرار نحو المنتجات التي تكون إما أرخص سعر ممكن أو أفضل أداء أو كليهما في نفس الوقت. في هذه الدراسة ، تم إيلاء اهتمام خاص لجزيئات الخشب ، كمادة حشو في تصنيع المواد المركبة ذات مصفوفة البولي إيثيلين عالية الكثافة. في هذا السياق ، تم البدء في تركيبات مختلفة تعتمد على HDPE / مسحوق الخشب بمعدلات تحميل مختلفة 10% و 15% و 20% في وجود عامل اقتران بولي إيثيلين مطعوم بمادة أنهيدريد المائيك (PE-g-MA). لاحظ أن جزيئات الخشب تميزت بـ: الاختبارات الفيزيائية (محتوى الرماد والرطوبة)، بينما مركبات الخشب HDPE+ عن طريق الاختبارات: الفيزيائية (الكثافة)، الميكانيكية (اختبار الشد، اختبار MFI)، الحرارية (DSC) عن طريق قياس تحريض الأكسدة الوقت (OIT). يؤدي إدخال الخشب في HDPE إلى زيادة إجهاد القوة الميكانيكية ومعامل المرونة من ناحية أخرى يقلل من الاستطالة عند الكسر مع معدل الحمل ، وقد أظهرت هذه النتائج أن دمج مسحوق الخشب يجعل المادة الأقل مرونة. علاوة على ذلك ، تم إجراء اختبار الشخوخة الحرارية لجميع التركيبات. أظهرت النتائج أن العينات التي لا تحتوي على جزيئات من الخشب هي الأولى في العمر، وقد تم إثبات ذلك من خلال عدة تقنيات: الاختبار الميكانيكي والتحليل الحراري (DSC) الذي يظهر من خلال زمن تحريض الأكسجين [OIT]. تنخفض كثافة المواد المركبة مع زيادة محتوى الدقيق ومع المعالجة. التحسن في صيغة F20 ، ويلاحظ أيضًا أن معالجة الجسيمات بعامل التوافق يؤدي إلى انخفاض في تحريض وقت الأكسجين وتقليل الشخوخة. بمقارنة الأنواع الأربعة من التركيبات ، تكون المركبات المحضرة بخشب + PE-g-MA أكثر ثباتًا من المركبات المعالجة بدون خشب + PE-g-MA .

الكلمات المفتاحية: مركبات ، HDPE ، التصاق ، خشب ، خواص ، تقادم ، توصيفات.

# INTRODUCTION GENERALE

---

Les matériaux polymères ont vu leur utilisation croître dans divers domaines depuis les années 30. Les applications liées aux canalisations sous pression comme l'alimentation en eau potable, l'évacuation des eaux usées ou encore la distribution de gaz naturel connaissent un développement technique à large échelle. En effet, leur facilité de mise en œuvre, leur faible coût de production et leurs caractéristiques mécaniques intéressantes, sont autant d'atouts qui ont conduit les utilisateurs à privilégier cette classe de matériaux.

Pour des considérations de protection de l'environnement et de la santé publique, la substitution des charges minérales (le mica, le talc ou le CaCO<sub>3</sub>) et les renforts synthétiques (fibres de verre, carbone,...) par des fibres végétales (comme le bois, le chanvre, le jute, le lin, l'Alfa, le kénaf,...) dans la conception des matériaux composites apparaît aujourd'hui comme une alternative forte intéressante et se fait de plus en plus courante, en raison de leur rigidité élevée, leurs faibles coût et densité, leur caractère écologique du fait qu'elles sont issues de ressource renouvelable et biodégradable. Les fibres végétales semblent être un renfort idéal, à tel point qu'elles ont été introduites dans tous types de polymères : thermodurcissables (les polyesters insaturés, les résines époxydes, et les résines phénoliques), ou thermoplastiques (PET, PC, PE, PP et le PVC).

Etant donné que les matériaux composites Plastiques/Bois associent les avantages du plastique à ceux du bois, qui sont, entre autre :

- Une rigidité supérieure à celle du plastique,
- Des possibilités de mise en forme plus nombreuses que pour le bois,
- Des traitements de surface non nécessaires,
- La conception du matériau composite peut être potentiellement recyclable.

Cette synergie d'avantages contribuera la fabrication de matériaux composites à base de PVC renforcé par des fibres de bois, en favorisant un environnement plus sain par :

- Le remplacement partiel d'une partie de matière issue de fossiles, par une matière renouvelable,
- La prolongation de la durée de vie utile du bois, participant ainsi à la séquestration du carbone.

L'association de la poudre de bois à une résine thermoplastique, constituera un composite plastique bois possédant des propriétés physico- mécaniques et thermiques intéressantes. Ceci nous amène donc à présenter ce travail de la manière suivante :

Le premier chapitre sera consacré à la synthèse bibliographique sur le bois, ses constitutions, les composites à matrice thermoplastiques, ainsi que les procédés de fabrication des matériaux composites bois/plastique (injection, extrusion, calandrage). Le deuxième chapitre traitera de l'optimisation des propriétés mécaniques des composites thermoplastiques/charges végétales par la comparaison des traitements connus.

Le troisième chapitre se rapportera à l'exploitation de l'ensemble des résultats obtenus qui seront discutés. Pour l'amélioration de l'adhésion particule/matrice, ainsi que les différentes techniques utilisées caractériser les composites.

En fin, nous terminons par une conclusion générale et des perspectives.

CHAPITRE I  
REVUE DE LA LITTERATURE

---

## **I.1. Les composites bois-polymère (CBP)**

Les matériaux composites sont généralement constitués de l'assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles et de natures différentes qui se complètent en permettant d'aboutir à un matériau qui présente des propriétés qu'aucun des composants pris séparément ne possède. Ces matériaux sont constitués d'une ou plusieurs phases discontinues appelées renfort réparties dans une phase continue nommée matrice [1].

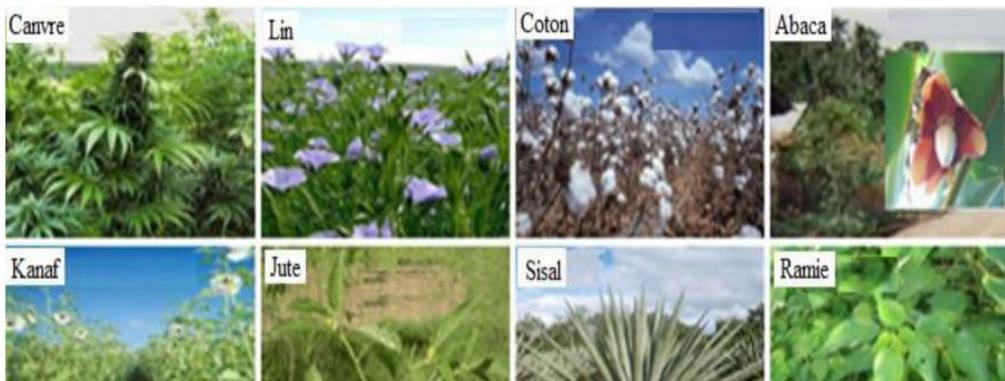
Les composites bois-polymère sont composés de deux éléments principaux : le bois, qui représente l'élément de renfort, et le polymère, qui joue le rôle de matrice. Le but de ce mélange est d'obtenir un produit présentant certaines caractéristiques de ces deux ressources, telles que l'apparence du bois et la performance du plastique en milieu humide. En effet, les nouveaux types de biomatériaux comme les CBP sont devenus de plus en plus utilisés [2], [3], [4]. Les causes sont nombreuses et diverses : la haute disponibilité et la durabilité, le faible entretien, la résistance mécanique acceptable, le faible coût, les bonnes propriétés de renforcement [5]. Cependant, la raison la plus importante pour utiliser ce type de matériaux est celle environnementale; notamment la non-biodégradabilité et la pollution de la nature, ce qui a incité la plupart des pays à chercher une alternative pour les matériaux non renouvelables [6], [7]. D'autres avantages peuvent être mentionnés dont la résistance contre la détérioration biologique, la disponibilité des résidus du bois et les bonnes propriétés thermiques [8], [9].

### **I.1.1. Fibres végétales thermoplastiques**

La température de fusion ( $T_m$ ) constitue le critère principal dans le choix d'un matériau thermoplastique lors de la mise en forme des biocomposites plastique-renforts naturel. Celle-ci doit en effet être inférieure à la température de dégradation de la fibre ( $\sim 210^\circ\text{C}$ ) [10]. En fait, ce critère limite souvent le choix des polymères à la classe des polymères dite polyoléfinés (polyéthylène haute densité (HDPE), polyéthylène faible densité (PELD), polyéthylène linéaire à faible densité (PELLD), polypropylène (PP)...

Le polyéthylène est l'une des polyoléfinés le plus souvent utilisées ; ses propriétés chimiques intéressantes le rendent convenable pour diverses applications. Il résiste à la corrosion, sa mise en forme est flexible et en plus, il est facilement recyclable. La structure macromoléculaire de polyéthylène haute densité (HDPE) est linéaire, régulière et semi-cristalline [11]. Elle possède une masse volumique qui varie entre 940 et 980  $\text{Kg.m}^{-3}$  et une conductivité thermique entre 0,46 et 0,51  $\text{W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$ . Le HDPE a une température de transition vitreuse  $T_g$  de l'ordre de  $-110^\circ\text{C}$  et sa température de fusion est comprise entre 128 et  $135^\circ\text{C}$ , ce qui représente une température optimale pour la mise en forme des biocomposites à base de

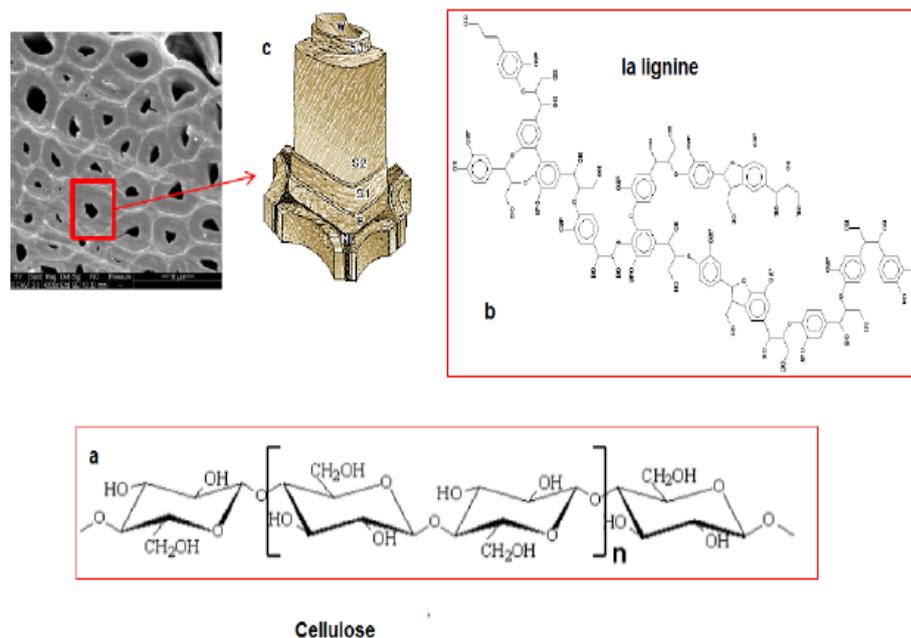
fibres naturelles. La mise en forme des polyéthylènes se fait généralement entre une température de 150°C et 170°C. Les polyesters forment un autre groupe de thermoplastiques qui suscite souvent de l'intérêt dans le domaine de l'industrie des biocomposites. On cite, par exemple, le polyéthylène téréphtalate (PET). C'est un polyester dur et rigide obtenu par polycondensation à partir d'acide téréphtalique et d'alcool éthylène glycol. Sa structure macromoléculaire varie, selon la température, entre une forme amorphe et une forme semi-cristalline [12]. Au-dessous de la température vitreuse  $T_g$  qui est de 60°C, le PET est amorphe et rigide. Au-dessus de  $T_g$ , il devient cristallin et les chaînes macromoléculaires sont orientées. Une fois que la température de fusion (~250°C) est atteinte, le matériau devient liquide. L'inconvénient majeur avec les polyesters (PET) est leur point de fusion très élevé. Le PET possède une température de fusion entre 250°C et 260 °C supérieure à celle de dégradation des fibres naturelles (210°C). Pour remédier à ce problème, on recourt généralement à une réaction de copolymérisation afin de modifier la structure du polymère (PET) [13].



**Figure I. 1** : Quelques plantes et origine des fibres utilisées comme renfort dans les matrices Polymères.

Quant aux renforts naturels, une variété de matériaux lignocellulosiques (jute, bambou, coco, riz, lin, sisal, sciures de bois, etc.) est utilisée pour renforcer les thermoplastiques. Ces matières fibreuses se composent principalement de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Le pourcentage de chacun de ces composants varie d'un type de fibre à l'autre. La cellulose est un polysaccharide semi-cristallin, la partie cristalline de la cellulose est la partie la plus rigide. Son module de rigidité est de l'ordre de 136 GPa, ce qui est très élevé par rapport à celui de la fibre de verre, qui est de seulement de 75 GPa. Les liaisons hydrogènes qui s'établissent le long et entre les chaînes cellulosiques sont à la base de la nature hydrophile des fibres naturelles [14]. L'hémicellulose est un polysaccharide totalement amorphe ayant un poids moléculaire faible, comparativement à la cellulose. Sa

structure amorphe lui donne un caractère soluble dans l'eau et dans les solutions alcalines [15]. La lignine est un polymère amorphe, mais, contrairement à l'hémicellulose, la lignine est composée principalement de composés aromatiques et a peu d'effet sur l'absorption de l'eau [16]. Les principales qualités des fibres naturelles utilisées dans la fabrication des composites (plastiques-renforts naturels) sont leur faible coût, leur caractère durable et leur faible densité. Les fibres naturelles sont beaucoup plus légères que le verre, avec une masse volumique estimée entre 1,15 et 1,50g/cm<sup>3</sup>, contre 2,4 g/cm<sup>3</sup> pour le verre.



**Figure I. 2 :** (a) Cellulose (b) Lignine et (c) Parois des fibres bois [17]

## I.2. Généralités sur le bois

Bois Rouge Généralement appelé Sapin rouge, le Pin Sylvestre est un conifère résineux présent en Europe du Nord et en Sibérie ; il résiste bien au froid intense ainsi qu'à la sécheresse. Cet arbre au long tronc se reconnaît notamment à la couleur orangée de son écorce, à ses aiguilles et ses cônes pointus. Son bois très résineux en fait naturellement un bois tendre qui se laisse facilement travailler; il est particulièrement apprécié par les menuisiers pour réaliser des portes, des placards, du mobilier d'intérieur et peut être employé en extérieur lorsqu'il est traité thermiquement [18].



Figure I.3 : Arbre de bois rouge (pin finlandais)

## I.2.1. Structure du bois

### I.2.1.1. Structure macroscopique du bois

Lorsque l'on regarde la section transversale d'un tronc d'arbre, plusieurs éléments caractéristiques sont visibles à l'œil nu. De la moelle vers l'extérieur, nous pouvons distinguer une première zone centrale appelée duramen (bois mort), une zone plus claire appelée aubier (bois fonctionnel), le cambium et enfin l'écorce (figure I.4).

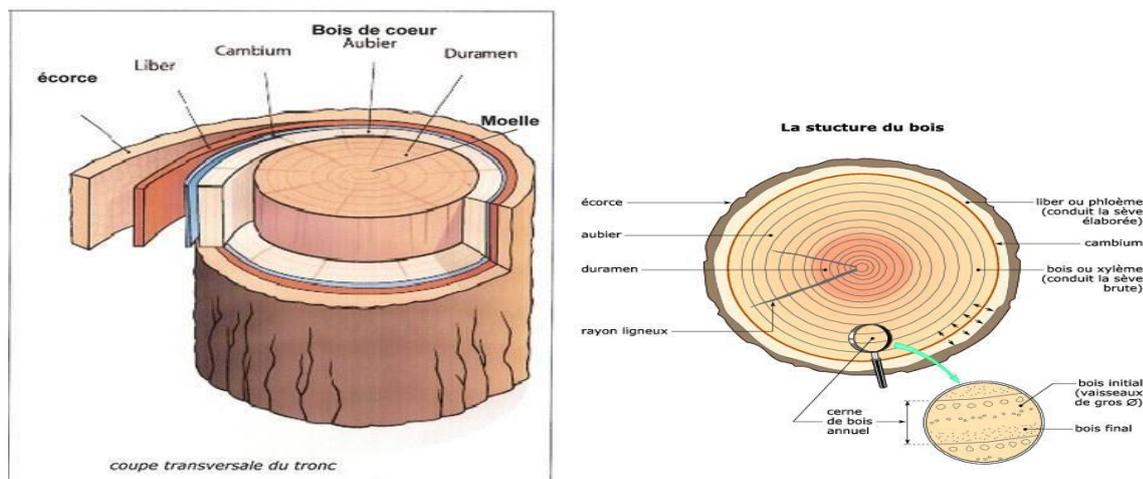


Figure I. 4 : Coupe transversale d'un tronc d'arbre [19].

Les régions fonctionnelles et actives du bois ne sont en réalité localisées que dans l'aubier. Au fur à mesure que l'on s'éloigne de l'aubier, le bois fonctionnel se transforme en bois non fonctionnel, souvent appelé « bois de cœur » ou « bois parfait ». Ce bois n'assure plus le rôle de conduction mais seulement un rôle mécanique structural [21].

### I.2.1.2. Microstructure du bois

#### a- Plans de référence du bois

Pour connaître la structure d'un bois, il est nécessaire de le caractériser à l'aide de trois coupes réalisées dans trois sections perpendiculaires liées à une géométrie cylindrique: section transversale (Tr), radiale (Ra) et tangentielle (Tg) (Figure I. 5). La coupe transversale est perpendiculaire à l'axe de la tige, la radiale se fait dans un plan passant par la moelle et la tangentielle, dans un plan excentré et parallèle à l'axe de la tige [22].

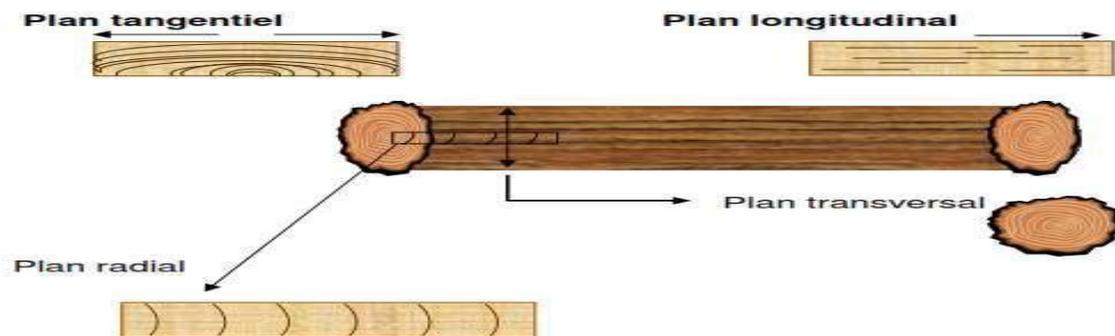


Figure I. 5 : Plans de référence du bois.

Les fibres végétales sont des structures biologiques principalement composées de Cellulose, hémicelluloses et de lignine. Dans une proportion beaucoup plus faible elles contiennent aussi des extractibles, des protéines et certains composés inorganiques. Chaque fibre se présente sous la forme d'un composite multicouches dans lequel la lignine joue le rôle d'une matrice enrobant un élément structurant très rigide qui est la cellulose [23].

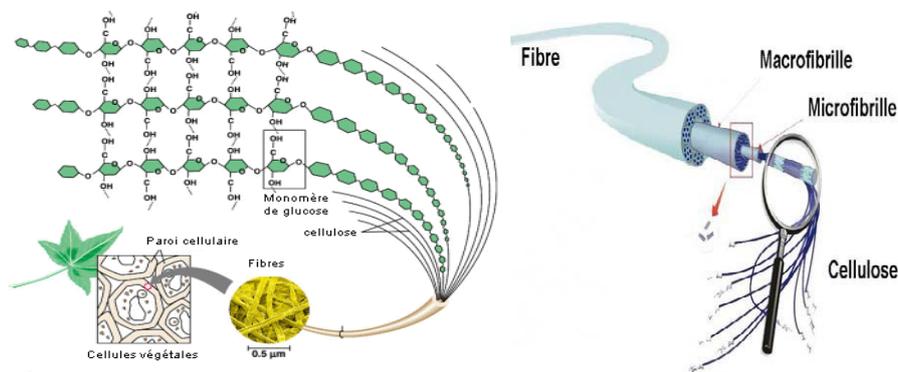
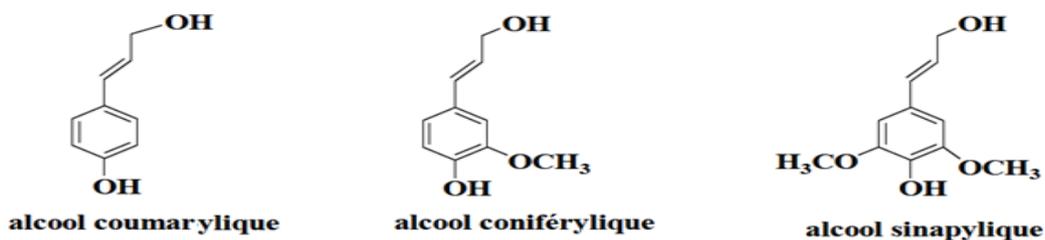


Figure I. 6 : Structure d'une fibre végétale

**Tableau I. 1** : Principales fibres végétales, d'après John et Thomas [24].

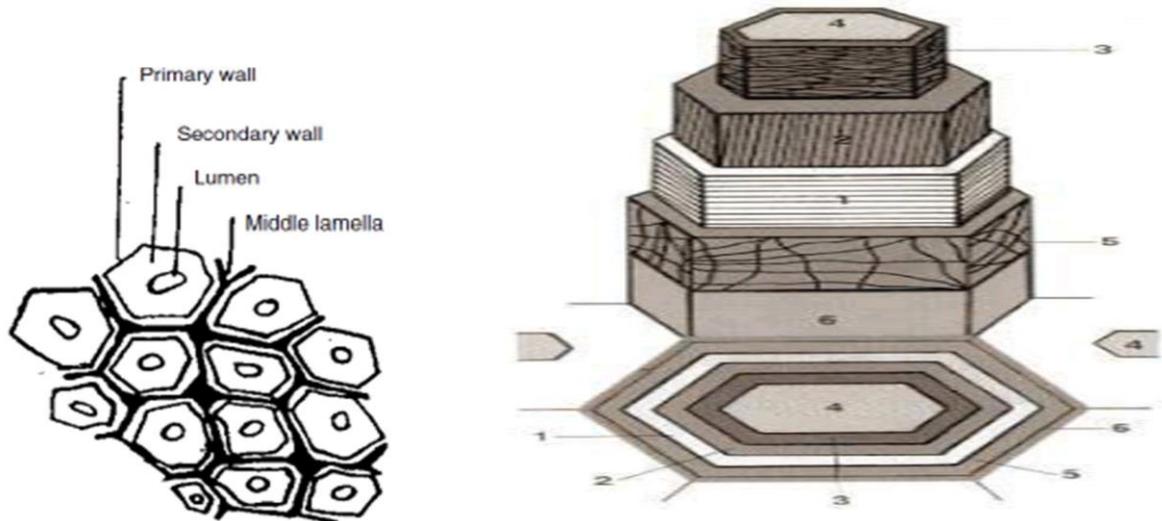
Source des fibres	Espèce	Origine
Bambou	> 1250	Herbe
Banane	Musa indica	Feuille
Fibres de coco	Cocos nucifera	Fruit
Coton	Gossypium sp	Graine
Lin	Linum usitatissimum	Tige
Chanvre	Cannabis sativa	Tige
Jute	Corchorus capsularis	Tige
Sisal	Agave sisilana	Feuille
Bois	> 10000	Tige

La lignine ou « les lignines » sont des polymères tridimensionnels provenant de la polymérisation radicalaire de trois alcools phénylpropénoïques dont la structure, dépendant de l'espèce végétal; est indiquée sur le Schéma 10: l'alcool coumarylique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique [24].

**Figure I. 7** : Représentation des trois unités composant de la lignine

### b- Structure de la fibre végétale

La fibre végétale tire sa structure de l'architecture et la composition biochimique de sa paroi dont celle-ci est composée de trois couches superposées dans le sens radial, et elles sont parallèles à l'axe de la fibre [25]. De l'extérieur à l'intérieur sont localisées : la lamelle moyenne, dont son rôle est de coller les cellules l'une avec l'autre pour former le faisceau fibrillaire ; suivi par la paroi primaire et en dernier la paroi secondaire. Cette dernière borde un lumen de diamètre variable suivant l'espèce végétale (figure I. 8).



**Figure I. 8 :** Structure de la paroi cellulaire, en coupe transversale (en bas) et en vue tridimensionnelle (en haut) : paroi Secondaire (1 à 3, couches S1 à S3); lumen (4); paroi primaire (5); lamelle moyenne [26].

### c- Utilisations des fibres végétales comme renforts dans les polymères :

La connaissance des propriétés caractéristiques des fibres est nécessaire en vue de leur utilisation comme renforts dans les matériaux composites à matrice organique. Les fibres végétales présentent en général de bonnes propriétés mécaniques, mais leur utilisation est limitée à cause de leur caractère hydrophile et de leur faible stabilité thermique. De même, la comptabilisation fibres-matrice, à travers l'incorporation d'un agent de couplage, va dépendre non seulement de la nature de la matrice polymère mais également du type de fibres. [27], [28]. La grande variété des fibres naturelles et le large éventail d'applications des matériaux composites ainsi élaborés, sont à l'origine du grand nombre de travaux réalisés dans ce domaine. Des études concernant l'utilisation des fibres végétales comme alternative aux fibres de verre couramment additionnées aux thermoplastiques, lesquels sont de nature plutôt hydrophobe et majoritairement apolaire comme les polyoléfinés, ont conduit à des composites facilement recyclables. L'inconvénient majeur de l'emploi des fibres naturelles avec ce type de polymère reste l'incompatibilité de ces composants ; la nature hydrophile et polaire des fibres en est à l'origine [29]. Celles-ci vont présenter une faible adhésion à la matrice et une moindre dispersion dans le milieu ; en conséquence, les propriétés, notamment mécaniques, du composite seront diminuées. Pour résoudre ces problèmes, différents traitements surtout au niveau des fibres sont utilisés afin d'améliorer leur adhésion avec la matrice et d'augmenter leur stabilité thermique il s'agit de traitements physiques comme le corona, le plasma et thermique de ratification ou bien chimiques comme le traitement alcalin et le greffage par du

silane, de l'acide acétique, ou encore de molécules à base de benzoyle, d'isocyanate ou de triazin. De nombreuses études traitent des composites à matrice polymère biodégradable, telles que les polyesters thermoplastiques biodégradables comme le PLA, ce qui permet d'obtenir des composites entièrement biodégradables [30]. De plus, ce type de matrice est compatible avec les fibres naturelles puisque leurs structures sont proches.

### **I.3. Avantages et inconvénients des fibres végétales**

L'introduction de fibres végétales dans les matrices polymères peut apporter des avantages notoires par rapport aux fibres traditionnellement utilisées dans les composites (comme les fibres de verres) :

- Faible densité;
- Faible coût ou coût modéré;
- Fibres renouvelables par culture;
- Faible consommation d'énergie pour leur production;
- Fibres biodégradables;
- Propriétés spécifiques élevées ;

Les fibres végétales constituent une alternative intéressante aux fibres de verre et de carbone comme renfort de composites. En revanche, certains inconvénients peuvent être un frein au niveau des développements industriels;

- Taux de reprise en eau important : risques de moisissures en l'absence de traitement biocide;
- Mauvaise tenue au vieillissement;
- Faible résistance thermique (200°C max);
- Pour des applications industrielles, demande une bonne gestion de stocks pour garantir
- une qualité constante [31]

### **I.4. Techniques d'élaboration des BC plastique-bois**

En raison de la faible compatibilité entre les fibres lignocellulosique, et les matrices Thermoplastiques, il est essentiel de traiter à fibre et/ou la matrice. Les différents traitements pouvant être appliqués sont généralement classés en deux catégories : physiques et chimiques. Le but principal des traitements de la cellulose est de leur conférer des fonctions pour Les

rendre hydrophobes afin de les doter d'une réactivité vis – à - vis de matrices polymères pour obtenir des matériaux composites a performances mécanique très élevée [28].

#### 1.4.1 Méthodes physiques

Les méthodes de traitement physique consistent à modifier la structure et les propriétés physiques de surface des fibres naturelles et du polymère afin de favoriser une bonne adhésion à l'interface fibres-chaines polymère. En fait, ce changement à la surface des fibres se manifeste souvent par un changement d'énergie de surface des fibres cellulosiques (augmentation de l'énergie de surface) de manière à accroître le degré de lien entre les deux éléments (fibres et polymère). L'adhésion dans ce cas est loin d'être chimique, mais plutôt mécanique. Les chaines macromoléculaires du polymère et les fibres cellulosiques se croisent les unes contre les autres. Parmi les techniques physiques les plus utilisées pour modifier les propriétés des fibres naturelles ou de la matrice polymérique, on cite le traitement Corona et le traitement Plasma. Ces techniques consistent à modifier l'énergie de surface à l'aide d'un rayonnement radiatif dans un milieu à gaz soit à faible pression ou à haute pression. Plusieurs chercheurs ont démontré que le polypropylène renforcé de fibres de chanvre traitées avec la méthode Corona permet d'améliorer considérablement la résistance mécanique du composite. En fait, l'observation microscopique des échantillons soumis à des tests de traction montre des fibres de chanvre fracturées (sans avoir glissé dans la matrice). Cela mène les auteurs à confirmer que les fibres adhèrent fortement aux chaines moléculaires du polymère [31].

Avec les plasmas à basse température, on obtient sensiblement le même type d'action. Le choix du gaz impliqué dans le traitement a une influence directe sur les modifications possibles. L'oxygène entraînera la formation de groupes plutôt acides (accepteurs d'électrons), alors que l'azote par exemple ou l'ammoniaque entraînera la formation de groupes plutôt basiques (donneurs d'électrons).

Les agents dispersifs (Cires, paraffine) : Ces produits agissent sur des propriétés spécifiques entraînant certaines modifications directes du composite ou indirecte en facilitant sa fabrication (changement des paramètres du procédé : baisse de la température, homogénéisation du mélange, diminution des contraintes mécaniques lors du processus). D'autres additifs comme les élastomères et les plastifiants sont aussi utilisés.

### I.4.2. Traitements chimiques

Le rôle des traitements chimiques est de modifier la surface des fibres : amélioration du mouillage des fibres par la matrice par modification de l'état de surface des fibres et création des liaisons chimiques avec le polymère. L'intérêt de la création de liaisons chimiques est de former une interface durable, résistant aux environnements agressifs, en particulier l'humidité. La modification de la surface par des méthodes chimiques a permis le couplage entre les fibres cellulosiques fortement hydrophiles et les polymères hydrophobes (estérification).

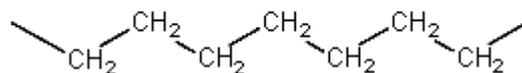
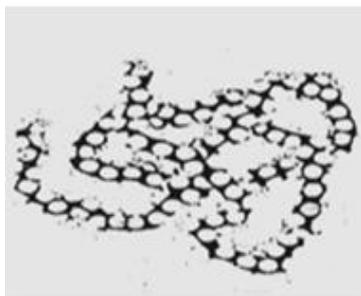
Le choix du traitement se fait en fonction de la nature des fibres [32].

### I.5. Polyéthylène PE

Le Polyéthylène est un nom générique utilisé afin de décrire les polyoléfines issues de la polymérisation de l'éthylène. Ce sont probablement les polymères les plus couramment utilisés, en effet ils sont employés pour la fabrication des sacs plastiques, des bouteilles d'emballage et de certains jouets. Il en existe de nombreux types mais ceux-ci sont généralement classés dans deux grandes familles qui se définissent en fonction de leur masse volumique : [29].

- Polyéthylènes basse densité ou PE-BD :  $0,92 \text{ g/cm}^3 < \rho < 0,94 \text{ g/cm}^3$ .
- Polyéthylènes haute densité ou PE-HD :  $0,95 \text{ g/cm}^3 < \rho < 0,97 \text{ g/cm}^3$ .

Le polyéthylène (PE) possède l'une des structures chimiques les plus simples de tous les Polymères. La figure. Présente le modèle d'un segment macromoléculaire de polyéthylène (PE-HD) ; la chaîne est dans la réalité environ dix fois plus longue. Les atomes d'hydrogène (Petit diamètre) sont liés latéralement aux atomes de carbone (grand diamètre), ce qui confère Une allure en zigzag à la macromolécule. En réalité et comme précisé précédemment la Macromolécule - sans entrave causée par exemple par d'autres macromolécules - n'est pas « allongée » mais enchevêtrée sous forme de pelote. La figure montre la disposition spatiale des Atomes dans la macromolécule de PE au moyen d'un modèle moléculaire. [33]



**Figure I. 9:** Structure macromoléculaire du polyéthylène linéaire (PEHD)

Les propriétés les plus importantes de ces types sont rassemblées dans le Tableau I. 2.

**Tableau I. 2 :** Propriétés mécaniques et thermiques des polyéthylènes [25].

Propriétés	PEBD	PEHD
Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )	0.91–0.94	0.95–0.98
Module de Young (20°C, 100s) (GPa)	0.15–0.24	0.55–1.00
Résistance à la traction (MPa)	7-17	20-30
Ténacité (20°C) (MPa m <sup>1/2</sup> )	1-2	2-5
Température de transition vitreuse T <sub>g</sub> (°K)	270	300
Température de ramollissement T <sub>s</sub> (°K)	355	390
Chaleur massique (J Kg <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	2250	2100
Conductivité thermique (W m <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	0.35	0.52
Coefficient de dilatation thermique (M K <sup>-1</sup> )	160-190	150-300

Les propriétés des polyéthylènes dépendent des paramètres structuraux comme la cristallinité, la masse volumique et la distribution des masses molaires, de la conception de la pièce et des conditions d'utilisation comme la durée des charges appliquées, la nature des contraintes de sollicitation et la température. L'introduction de branchements courts dans la chaîne carbonée, favorisant l'encombrement stérique, abaisse la masse volumique du HDPE et sa Cristallinité. [34]

### I.5.1. Caractéristiques générales des polyéthylènes

La température de fusion des zones cristallines les mieux formées se situe à 135 °C. Les séquences non cristallisées subissent le phénomène de transition vitreuse à ~ -110 °C. Cette transition (dite «γ») correspond au mouvement de courtes séquences (3 à 4 groupe méthylène) et est observée dans tous les types de PE. On admet que le PE présente une seconde transition à ~ -20 °C (transition «β») qui est liée au mouvement de segments plus longs et qui n'est pratiquement pas décelable dans les polymères de cristallinité élevée. Le taux de cristallinité des polyéthylènes est

étroitement dépendant de leur structure ; il peut varier de 30 % à 70 % selon que la proportion des ramifications (ou celle du comonomère) est élevée ou faible [35].

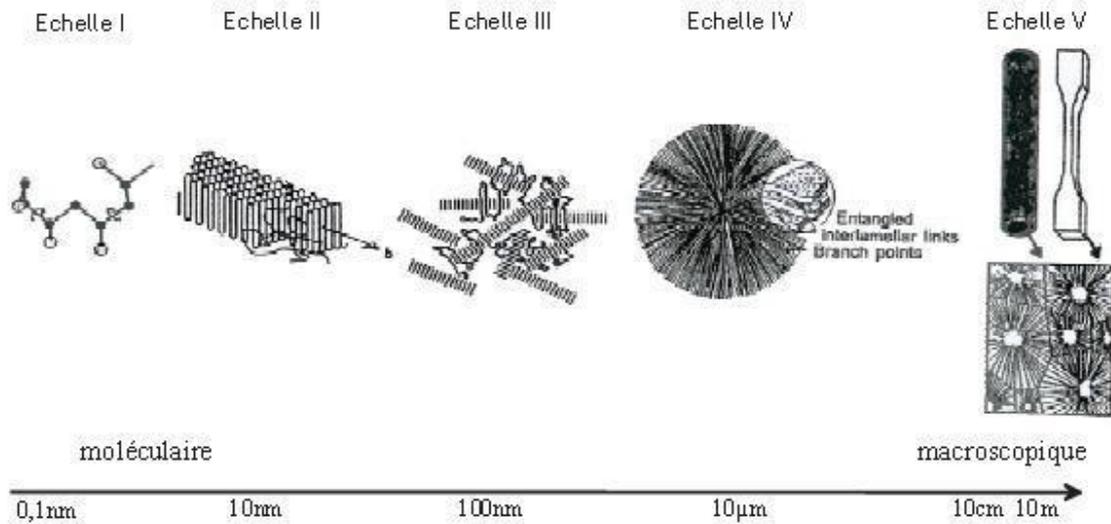
Un cas particulier est celui des PE linéaire de très forte masse molaire ( $M_w > 3.10^6 \text{ g.mol}^{-1}$ ) dont la cristallisation peut être partiellement inhibée ( $d = \sim 0.94$ ), non par la proportion des branches, qui est faible, mais par la viscosité très élevée du milieu. La forte densité d'énergie cohésive des zones cristallines est responsable de la faible solubilité du polyéthylène : il est insoluble dans tous les solvants à la température ambiante et n'est soluble, à haute température ( $T > 80 \text{ °C}$ ) que dans certains hydrocarbures (décahydronaphtalène...) des hydrocarbures halogéné (o-dichlorobenzène, trichlorobenzène...) ou bien des cétones, des esters et des éthers portant des groupe alkyle lourds (diamyl éther). L'insolubilité du PE à la température ambiante a nécessité, pour sa caractérisation structurale en solution, la mise au point de technique opérant à haute température.

En raison de sa structure paraffinique le PE présente un caractère hydrophobe marqué et une inertie chimique, sa résistance à la dégradation thermo-oxydante est en étroite relation avec son taux de ramification car les hydrogènes tertiaires sont plus sensibles que les secondaires à l'attaque de l'oxygène moléculaire. [36]

#### **I.5.1.1. Description multi échelles de la structure du polyéthylène**

La structure du polyéthylène peut être décrite à différentes échelles, partant de la macromolécule pour arriver à l'échantillon macroscopique. Cinq échelles se distinguent, la structure moléculaire, directement issue des réactions de synthèse du polymère, la structure conformation elle, c'est-à-dire l'arrangement spatial de la chaîne macromoléculaire, l'échelle des phases amorphe et cristalline, l'organisation entre elles sous forme de sphéroïdes constitue

l'échelle microscopique, et enfin la dernière échelle représente l'échantillon macroscopique [38].



**Figure I. 10 :** Représentation des différentes échelles structurelles d'un matériau polymère.

Les polyéthylènes sont des semi- cristallins obtenus par la polymérisation de l'éthylène. L'éthylène est polymérisé en présence d'un Co-monomère. La nature et la concentration du co-monomère influent sur la densité et les caractéristiques mécaniques des polymères. Il possède une excellente résistance aux agents chimiques et aux chocs. Dans la famille de polyéthylène les produits se différencient par leurs structures moléculaires issues de leurs modes de synthèse:[39].

**Tableau I. 3 :** Récapitulatif des différents types de polyéthylène.

Polyéthylène Haute Densité	Polyéthylène Basse Densité	Polyéthylène Basse Densité Linaire	Polyéthylène Moyenne Densité	polyéthylène ultra haut masse molaire
PEHD	PEBD	PEBDI	PEMD	PE-UHMW

### I.5.2. Propriétés du polyéthylène à haute densité

Les propriétés du polyéthylène haut densité dépendent :

- Des paramètres structuraux : cristallinité, masse volumique et distribution des Masses molaires.
- Des conditions de mise en œuvre.
- De paramètres d'utilisation : charge ; température.

Les propriétés physiques et thermiques sont présentées dans le tableau suivant :

**Tableau I. 4 :** Propriétés physiques et thermiques de PEHD et PEBD [40].

propriétés	PEHD	PEBD
Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )	0.955 - 0.970	0.915 - 0.935
Transition vitreuse (°C)	-110	-110
Température de fusion à l'équilibre thermodynamique (°C)	128 - 135	110– 120

### I.5.2.1. Propriétés mécaniques

A la température ambiante, le polyéthylène est un matériau bi phasique dont l'une des phases est un élastomère amorphe, l'autre étant constituée de cristallites rigides. Ses propriétés mécaniques à l'état solide vont dépendre de plusieurs paramètres :

- ✓ proportion des deux phases
- ✓ perfection des cristallites
- ✓ ténacité de la phase amorphe
- ✓ cohésion entre les deux phases et entre les cristallites (molécules de liaison).

Ces paramètres sont directement liés à la structure des chaînes, à savoir, à leurs longueurs, à la répartition moléculaire, au nombre de ramifications, à leur nature, leurs longueurs et leur répartitions. Le taux de cristallinité dépendra donc du taux de ramification de la chaîne. Plus les ramifications seront nombreuses et longues, plus les taux de cristallinité seront faibles, puisqu'elles gêneront la réorganisation des chaînes macromoléculaires [39].

**Tableau I. 5:** Propriétés mécaniques des différents polyéthylènes

Propriétés	PEHD	PEBD		PEBDI	
		Film	Plaquette	Film	Plaquette
Contrainte Au Seuil D'écoulement- Traction (MPa)	25-30	8-15.5	7-10	9-20	10-20
		9-23	8-10	20-30	10-13
Résistance Rupture (MPa)	30 - 35	9-23	8-10	20-30	10-13
Allongement rupture %	800-1100	200-500	190-280	200-600	210-550
Dureté shore D	66	40-4	40-47	46-63	46-63

### I.5.2.2. Propriétés physiques

Le mode de polymérisation influe sur le taux de cristallisation. Les ramifications gênent l'arrangement macromoléculaire, car plus ils augmentent plus le polyéthylène est moins cristallin. Les polyéthylènes d'un aspect blanc et d'un toucher cireux sont opaques à

grande épaisseur et transparents en film. Leur perméabilité aux hydrocarbures diminue lorsque la cristallisation augmente puisque le volume libre inter macromolécule diminue limitant ainsi la pénétration du diffusant [36], [40].

### **I.5.2.3. Propriétés chimiques**

Ils ont en général une bonne stabilité chimique et à des températures inférieures à 60°C, ils sont insolubles. Les acides, les bases et les solutions de sel ne les attaquent pas d'où leur utilisation en vaisselle de chimie. Leur insolubilité même sous forme de film les rend utilisables dans des applications alimentaires (emballage, bouteilles de lait). Ils sont sensibles aux fissurations sous contraintes dans un milieu de savon, d'alcool et de détergent, donc un peu perméables aux solvants à l'état naturel. En présence d'oxygène (air), ils sont affectés par les ultraviolets et pour leur éviter cela, on les charge de 2 à 3% de poudre de carbone. Ils sont combustibles mais supportent la chaleur jusqu'à 110 à 120°C s'ils ne sont pas chargés. La contrainte diminue leur teneur à la température [41].

### **I.5.2.4. Propriétés électriques**

Ce sont d'excellents isolants électriques avec une rigidité d'électrique élevée d'où leurs utilisations comme isolante de câbles et de fils électriques. Constante diélectrique 2,3 (60 Hz). [39]

### **I.5.3. Utilisations**

Le polyéthylène est le polymère de synthèse le plus employé. Il compose notamment la moitié des emballages plastiques (films à usage alimentaire, agricole...). L'utilisation la plus visible du polyéthylène est les sacs plastiques. Lorsque le sac se froisse facilement sous la main, avec un bruit craquant, on touche «mécanique » et revient plus ou moins spontanément à sa forme d'origine, il s'agit du HDPE (PE haute densité). Lorsque le toucher est plus « gras », que le plastique se froisse sans bruit, se perce facilement avec le doigt, il s'agit du LDPE (PE basse densité). Les principales applications du HDPE sont des produits rigides : flacons (détergents, Cosmétiques...), bouteilles, boîtes type Tupperware, jerricans, réservoirs de carburant D'automobiles, etc. Les principales applications du LDPE sont des produits souples, sacs, Films, sachets, sacs poubelles, récipients souples (ketchup, crèmes hydratantes etc...) [32].

Le polyéthylène réticulé (PER) montre une meilleure tenue thermique que le PE. Pour la fabrication de gaines de câbles, la réticulation se fait en général après extrusion. Le

UHMWPE (PE a poids moléculaire « ultra-haut »), tel le Dynamo, est utilisé pour ses hautes performances (un rapport résistance/masse 40 % supérieur a celui des aramides(Kevlar)). On le trouve dans les équipements sportifs (ski, snowboard, surf, cerfs-volants, etc....), le matériel de protection, notamment balistique (gilets pare-balles) ou moto (tenues à haute résistance à l'abrasion), les implants chirurgicaux, les plaques pour remplacer la glace des patinoires etc....Son coût est très supérieur à celui des autres polyéthylènes. Remarque : le polyéthylène téréphtalate (PET) est un polyester sature utilise pour Fabrication de fibres textiles, de bouteilles pour boissons, d'emballages, etc... Le polyéthylène est également un additif alimentaire (Cire de polyéthylène oxydée/E914). [42]

#### **I.5.4. Avantages et inconvénients du PEHD**

Par rapport aux matériaux traditionnels, le polyéthylène offre plusieurs avantages :

1. Pas de corrosion,
2. Pas d'encrassement.

Grâce à ces propriétés, de nombreux pays a adopté le PE comme la solution idéale pour les réseaux de distribution eau et gaz.

##### **a)Avantages :**

###### **❖ La légèreté**

Elle permet une manutention facile de produits et par conséquent une main d'oeuvre réduite, moins de machines et les tubes polyéthylène flottent.

###### **❖ Flexibilité et installation**

Elle permet de suivre le terrain, de diminuer le nombre de connexions et de rendre le tracé du réseau plus facile. La flexibilité des tubes permet de les transporter et de les stocker en tourets. On peut enrouler Jusqu'à 200 m de tube, permettant ainsi d'avoir de grandes longueurs. Les avantages résultants sont : [37], [40]

- ✓ De grandes longueurs
- ✓ Moins de connexions et soudures
- ✓ Moins de manipulations et manutention
- ✓ Moins de risques de fuite
- ✓ Suit la forme du terrain
- ✓ Moins d'engineering

Ceci représente un gain de temps et d'argent et une amélioration de la fiabilité.

**b) Inconvénients**

- ✓ Sensibilité aux UV en présence d'oxygène
- ✓ Sensibilité à la fissure sous contrainte
- ✓ Mauvaise tenue à la chaleur
- ✓ Collage important.

Le PEHD peut être étiré pour donner des mono-filaments entrant dans la fabrication décodages, et l'industrie textile. L'étirage du PEHD linéaire de forte masse molaire peut conduire à l'élaboration de fibres de très haut module d'élasticité [42].

**I.5.5. Cycle de vie**

La production de tubes et canalisations polyéthylène PEHD n'émet aucun rejet dans L'environnement. 100% des rebuts de production sont recyclés sur site et l'eau servant au refroidissement des canalisations produites circule en circuit fermé. En conséquence, aucun rejet n'est à craindre pour l'environnement. La fiabilité du polyéthylène PEHD en termes d'étanchéité surclasse tous les autres matériaux. Sa flexibilité lui permet de s'adapter à tous les terrains, sans risque de casse ou de fuites. Le réseau soudé, son taux de défaillance est proche de ZERO, même sous contraintes. C'est un matériau extrêmement résistant, ce qui explique son expansion sous tous les climats et permet de préserver de manière considérable la ressource en eau. Le Polyéthylène est le matériau le plus utilisé au monde pour sa fiabilité.

Le polyéthylène PEHD est un matériau 100% recyclable et sans retraitement spécifique en fin de vie. Il peut être broyé et utilisé dans d'autres applications. Il peut également être valorisé par incinération avec récupération d'énergie [41], [42].

**I.6. Procédés de fabrication des composites bois-polymère renforcés par des fibres courtes**

Il existe deux grandes techniques de fabrication des composite bois : les techniques de la plasturgie et les techniques de l'industrie du bois.

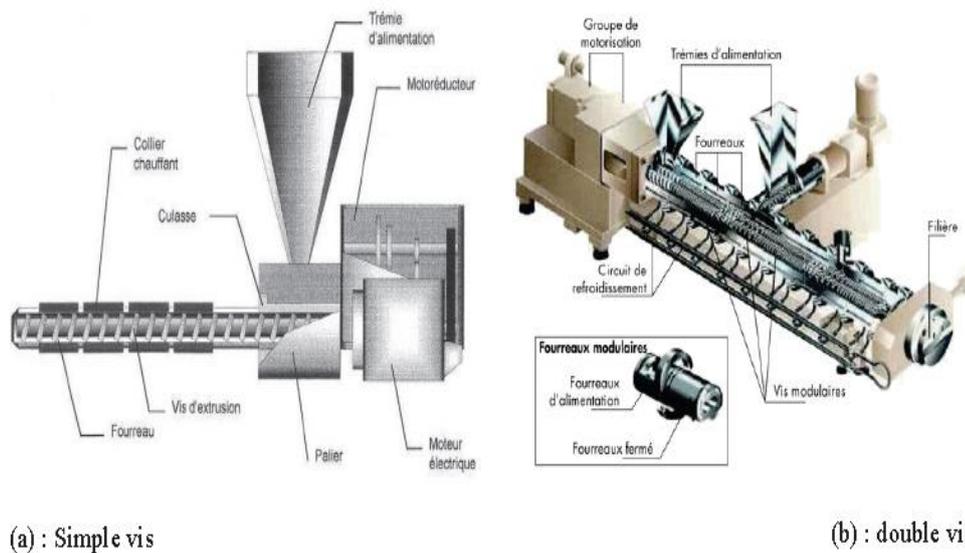
**I.6.1 Techniques plasturgistes**

Dans le domaine de plasturgie, l'injection et l'extrusion sont les principaux procédés utilisés jusqu'à présent pour la fabrication des composites bois-polymère. Le point commun des techniques plasturgistes est de réaliser un mélange des matières premières à une température correspondante à la phase liquéfiée des plastiques. Ce mélange à chaud conduit à

différents modes de fabrication. Ces modes peuvent être appliqués aux composites à renforts végétaux à condition que la température de mise en œuvre reste assez basse pour éviter la dégradation des fibres [41].

### I.6.1.1. L'extrusion

L'extrusion est un procédé de fabrication et de transformation de matière à l'état granulaire ou poudre en un profilé [43]. Lors de l'extrusion, les fibres sont incorporées aux thermoplastiques fondus à l'aide d'un système de vis (double ou simple).



**Figure I. 11** : Extrudeuse (a) simple vis et (b) double vis

### I.6.2. Techniques de l'industrie du bois

Les techniques de l'industrie bois consistent à une compression d'un matelas de fibres, de copeaux ou particules liées par un adhésif. Il s'agit, à la suite de la conformation du matelas par dépôt de couches successives, de réaliser la consolidation thermomécanique grâce à des presse multi-plateaux ou extrusion continues. Le matelas peut se composer comme un mélange homogène ou un stratifié. Les composites produits sont en majorité des panneaux bien que l'on puisse fabriquer des pièces moulées. Pour les panneaux, il est possible d'ajouter une étape supplémentaire de mise en forme par postthermoformage. Il existe aussi d'autres procédés dans l'industrie du bois comme le drapage en autoclave, la centrifugation, la stratification en continu, l'estampage, etc [44].

### **I.7. Conclusion**

Les matériaux composites sont de plus en plus utilisés dans le monde grâce à leurs faibles couts, leurs biodégradabilités et surtout disponibilités qui facilitent leurs mises en œuvre. Cette étude constitue une contribution à la recherche de nouveau matériau originaire des ressources naturelles végétales abondantes, afin de lutter contre la pollution des plastiques d'une part et de valoriser nos ressources naturelles délaissées. L'adhésion entre les fibres et la matrice est toujours un problème d'actualité. Nombreux sont les travaux de recherche qui ont porté sur l'importance de l'interface et l'influence des différents types de traitement de surface sur les propriétés physiques et mécaniques des biocomposites. La majorité des travaux de recherche cités dans la littérature favorise un traitement chimique plutôt que physique afin de modifier les propriétés de surfaces des fibres, et ce, en raison de la simplicité et de l'efficacité de ce procédé.

# CHAPITRE II

## MATERIELS ET METHODES

---

## **II. 1. Introduction**

Nous nous intéressons dans ce travail à l'élaboration et à la caractérisation des propriétés thermomécaniques des composites HDPE-bois à partir de matières premières prélevées de l'entreprise **PIPETECH** (transformation de matière première plastique tube PEHD –PVC PEBD et tuyaux d'irrigation) à la zone d'activité ISSERS d'Algérie, qui occupent une situation géographique intéressante, en tenant compte que notre stage a été déroulé dans cette entreprise.

En fonction de la température et de la concentration de particules de bois. À cet effet, nous considérons six concentrations de particules de bois (0%, 10%, 15%, 20%), il s'agit d'une composition massique exprimé uniquement en %. Agent couplant utilisé est le Polyéthylène greffé au maléique anhydride (PE-g-MA). Les composites renforcés par des particules naturelles présentent des propriétés assez variables. Cette variabilité est due d'une part aux caractéristiques du renforcement à savoir le taux d'humidité des particules et leurs résistances mécaniques, d'autre part au pourcentage du renfort ajouté dans le composite et l'adhésion entre la matrices et les particules.

Donc, la méthode la plus fiable pour la caractérisation d'un matériau composite à base de particules naturelles est l'expérimentation. C'est dans cet esprit qu'une campagne expérimentale a été organisée qui se concentre sur les essais de caractérisation du matériau en traction. Des mesures complémentaires du taux d'humidité et de mesure de l'indice de fluidité « MFI » et Analyse Calorimétrique différentielle (DSC). Ces essais vont permettre de déterminer la loi de comportement du matériau et de comprendre l'évolution de ses propriétés avec les différents paramètres.

## **II.2 Détails expérimentaux**

### **II.2.1. Matériaux**

Les particules de bois utilisées dans ce travail proviennent de la sciure qui résulte de la première transformation du bois, cette sciure a été fournie par la scierie située à Alger. Elle est constituée de sapin issu du bois rouge. C'est un type de bois résineux, composé essentiellement de cellulose, d'hémicellulose, de lignine et autres substances organiques. La granulométrie de cette poudre est de 0.125mm. Pour chaque type de mélange, différents pourcentages de farine de bois ont été ajouté afin de voir l'évolution des caractéristiques mécaniques et physiques du composite en fonction du taux de renfort.



**Figure. II.1. :** Farine de bois

Le polymère utilisé est le Polyéthylène haute densité. Le P6006 est un composé noir haute densité (classe MRS 10 - PE 100) en polyéthylène à distribution bimodale de la masse moléculaire. Il est spécialement conçu pour les applications de tuyauterie sous pression. Il offre d'excellentes propriétés de résistance à la fissuration sous contrainte (ESCR) combinées avec une très bonne résistance hydrostatique à long terme, c'est un thermoplastique. Les propriétés du PEHD sont montrées dans le Tableau III. 1.

Afin de résoudre le problème d'adhésion entre les particules et matrice, un agent comptabilisant a été ajouté dans certains mélanges. L'agent couplant de nom commercial COESIVE L8.92.8 (U) COESIVE L8.92.8 (U). Il s'agit d'un polyéthylène greffé à l'anhydride maléique (PE-g-MA) dont sa température de fusion est de 120°C et avec un indice de fluidité (MFI) égal à 1,5 g/10min (190°C, 2,16 kg). Nous avons utilisé une quantité de 3%, de la masse totale du composite, de l'agent couplant. Cette quantité a été jugée optimale pour améliorer l'homogénéité du mélange en assurant une meilleure distribution des particules dans la matrice polymérique. Les groupes polaires greffés sur le polymère offrent une excellente adhérence sur matériaux polaires tel que les résines époxydiques ; aluminium et les polymères polaires.

Dans le composite, le bois est sous forme de sciures tamisées préalablement séchées. Les sciures ont été séchées à une température de 105°C pendant 24 heures, puis conservées dans des sacs en polyéthylène. Le taux d'humidité résiduel est calculé à partir de la masse de sciures avant et après un deuxième séchage à 120°C pendant 24 heures. Il est évalué à un taux inférieur à 3 % massique.



Figure. II.2. : PE-g-MA

Tableau II. 1 : Propriétés physico-chimiques du PEHD

<b>Généralités</b>		
État du matériau	Commercial : actif	
Additif	Noir de charbon: 2%	Noir de charbon: 2%
Applications	Applications industrielles	
<b>Physique</b>	<b>Valeur nominale et Unité</b>	<b>Méthode de test</b>
Densité <sup>2</sup>	959 g/cm <sup>3</sup>	ASTM D1505
Indice de fluidité à chaud en masse (MFR)		ISO 1133
190°C/21,6 kg	6.4 g/10 min	
190°C/5,0 kg	0.23 g/10 min	
Teneur en noir de charbon	2.25 %	ISO 6964
<b>Mécanique</b>	<b>Valeur nominale et Unité</b>	<b>Méthode de test</b>
Module de traction	900Mpa	ASTM D638
Résistance à la traction	23Mpa	ASTM D638
Allongement en traction	> 350%	ISO 527-2/1BA/50
Tensile Creep Modulus-100h <sup>6</sup>	360Mpa	ISO 527-2
<b>Thermique</b>	<b>Valeur nominale et Unité</b>	<b>Méthode de test</b>
OIT (210°C)	> 30 min	EN728

**Tableau II. 2** : Propriétés physico-chimiques de l'adhésif polyéthylène greffé

Propriétés	Valeurs	Méthode d'essai
Densité du compound (g/cm <sup>3</sup> )	0.910-0.920	ISO1183-ASTM D1505
Allongement a la rupture (%)	≥600	ISO527-ASTM D638
Température de fragilité (°C)	≤-70	ASTM D746

## II.2.2. Méthodes

### II.2.2.1. Préparation des farines

La sciure du bois rouge est réduite en poudre fine en utilisant un broyeur industriel



**Figure II.3.:** Broyeur utilisé (original 2017)

Après broyage, la farine est calibrée au moyen d'un tamis de diamètre de 0,125 mm, Tamis utilisé de marque RETSCH AS 200



**Figure II.4. :** Tamis (original 2017).

### II.2.2.2. Préparation des composites PEHD/FB

Les composites ont été élaborés dans un malaxeur bi-vis contre-rotatif (Haake rheometrix avec roller rotors) à une vitesse angulaire de 90 tour par minute (tpm) et à une température de 170°C. Celle-ci est inférieure à la température de dégradation des particules de bois, qui est de l'ordre de 200°C. Dans un premier temps, le PEHD et le PE-g-MA étaient introduits initialement et mélangés durant 2 minutes, ce qui assurait une fusion complète du mélange de polymère. Dans un deuxième temps, la sciure de bois est introduite et malaxée durant 5 minutes. Quatre différentes concentrations massiques en sciure ont été étudiées : 0%, 10%, 15% et 20% en masse. Les échantillons ont été fabriqués à l'aide d'une presse chauffante réglée à 150°C (une température supérieure à celle de fusion du polymère qui est d'environ de 138°C) et d'un moule constitué de plaques d'aluminium. Une précharge appliquée à l'échantillon durant 2 minutes assure la fusion de la matrice et le dégazage de l'air, suivie d'une compression à 8 MPa durant 4 minutes pour la fabrication des échantillons.



**Figure. II.5. :** Extrudeuse et la presse d'injection



**Figure II.6. :** Echantillons sous forme haltère

Les proportions de chaque constituant dans les formulations sont reportées dans le tableau II. 3 :

**Tableau II. 3 :** Formulations des échantillons

Ingrédients Formulations	PEHD	FB	PE-g-MA
1	90%	10%	3%
2	85%	15%	3%
3	80%	20%	3%
4	100%	0%	0%

## II.3 Techniques de caractérisations

### II.3.1. Taux d'humidité

Le Taux d'humidité des sciures de bois correspond à la quantité d'eau perdue par une substance solide ou boueuse ou gélatineuse, lors d'un chauffage à 105°C pendant 24 heures. Le Taux d'humidité s'exprime généralement en pourcentage pondéral.

#### Mode opératoire

- On pèse les creusets à vide.
- On prend 2g pour chaque échantillon.
- On met l'ensemble dans l'étuve à une température de 105°C pendant 24 heures.
- Ensuite, on met les échantillons dans un cristalliseur qui contient de la silice pendant 1 heure.
- On repese alors les creusets pour déduire le taux d'humidité.

Pour calculer la teneur en eau, on a utilisé la formule suivante :

$$w = \frac{[(m_1 + m_0) - m_2]}{m_0} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

W : teneur en eau (g).

m<sub>2</sub> : poids de creuset avec le bois (g).

m<sub>1</sub> : poids de creuset vide.

m<sub>0</sub> : prise d'essai (2g).

### II.3.2. Taux de cendre

Le taux de cendre des sciures de bois est le résidu en sels minéraux et en matières inorganique obtenu après combustion de la fibre à température égale à 550°C.

#### Mode opératoire

- On pèse les creusets à vide.
- On prend 2g pour chaque échantillon avec le poids de creuset.
- On met l'ensemble dans l'étuve à une température de 550°C pendant 2 heures 30 min.
- Ensuite, on met les échantillons dans un cristalliseur qui contient de la silice pendant 1heure.
- On repese alors les creusets pour déduire le poids des cendres (matière minérale).



**Figure II. 7:** Creuset avec les cendres (original 2017).

Pour calculer la teneur en cendre, on a utilisé la formule suivante :

$$w' = \frac{[m'_1 - m'_2]}{m'_0} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

W' : teneur en cendre (g).

m'1 : poids de creuset avec les cendres (g).

m'2 : poids de creuset vide.

m'0 : prise d'essai (2g).

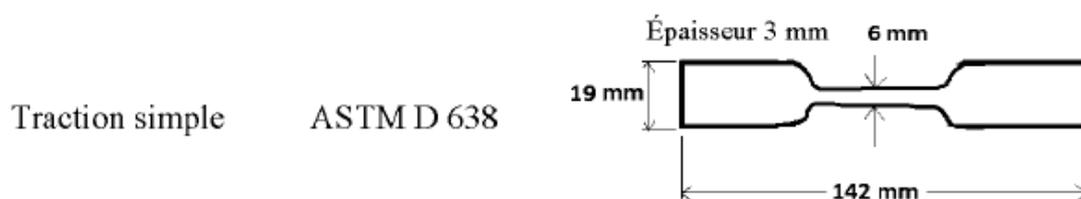
### II.3.3. Essai de traction des biocomposites

Les propriétés mécaniques d'un matériau sont généralement déterminées à partir de la force extérieure qu'on applique sur le matériau. Ces propriétés dépendent de la température d'utilisation, de l'état de surface et de la vitesse de déformation. Elles sont déterminées, avec un intervalle de précision, au moyen d'essais normalisés.

La caractérisation mécanique des composites est réalisée par le test de traction qui nous a permis de déterminer le comportement d'un matériau sous l'effet d'une contrainte à la rupture. Ces essais permettent d'établir une relation entre les contraintes et les déformations et de déterminer la nature du matériau (rigide ou souple). Le test de traction est réalisé sur des éprouvettes normalisées sous forme altère. Ces essais ont été réalisés au niveau de l'entreprise PIPETECH (transformation de matière première plastique tube PEHD –PVC PEBD et tuyaux d'irrigation) à la zone d'activité ISSERS sur une machine de traction de type WDT-W-50B2 pilotée par un micro-ordinateur (figure III. 8), selon la norme NA7711 (ISO62593) et NA7710 (ISO 6259-1) à température ambiante ( $\sim 23^{\circ}\text{C}$ ). Et sont soumises à une déformation, à vitesse constante de 10 mm/min jusqu'à la rupture. Les dimensions de l'éprouvette dans notre étude sont représentées sur la figure III. 9.



**Figure II.8 :** Machine de traction de type *WDT-W-50B2*



**Figure II.9 :** Epreuve de type 1

**Tableau II. 4:** Nombre des éprouvettes en fonction du diamètre extérieur

Diamètre extérieur nominal $dn$ , mm	$15 \leq dn < 75$	$75 \leq dn < 280$	$280 \leq dn < 450$	$dn \geq 450$
Nombre d'éprouvette	3	5	5	8

Le type d'éprouvette est choisi en fonction de l'épaisseur de paroi du tube de même que la vitesse d'essai (voir Tableau II. 5).

**Tableau II. 5 :** Vitesse de machine de traction en fonction de l'épaisseur

Epaisseur nominale du tube $e_n$ mm	Obtention de l'éprouvette	Eprouvette	Vitesse d'essai mm/min
$e_n \leq 5$	Usinage	Type	100
$5 \leq e_n \leq 12$	Usinage	Type 1	50
$e_n > 12$	Usinage	Type 1	25
$e_n > 12$	Usinage	Type 3	10

#### II.3.4. Mesure de l'indice de fluidité« MFI »

Une méthode simple permettant de déterminer une caractéristique de la fluidité des thermoplastiques consiste en la mesure de l'indice de fluidité à chaud selon NA 357(ISO1133). La machine de MFI de marque (XRL-400B spécial de contrôle de l'indice de fluidité à chaud, les quantités d'émission en [g] MFR (indice de fluidité en masse) ou en [cm<sup>3</sup>] MVR (indice de fluidité en volume) par [10 min] sont déterminées dans des conditions normées

**Figure II.10:** Machine de MFI (fluidimètre)

**Mode opératoire**

Les échantillons de matière première sont directement introduits dans le cylindre du Fluidimètre. Les échantillons prélevés dans les tubes doivent être réduits en petits fragments afin de faciliter leur introduction dans le cylindre du Fluidimètre.

- \* Mettre l'appareille en marche selon l'organigramme de MFI.
  - \* Introduire les paramètres d'essai (température 190°C, le temps de coupure d'extrudât 240 secondes (PE100) et /ou 120 secondes (PE 80) selon l'organigramme de MFI).
  - \* Nettoyer le cylindre, la filière et le piston avec un chiffon en coton et assurer que le cylindre et le piston sont à la température choisie.
  - \* Introduire **4 à 5 g** de matière en exerçant une pression manuelle sur le piston pour assurer un remplissage aussi exempt de d'air que possible
  - \* Chauffer la matière 5 minutes (le temps de préchauffage).
  - \* Ajouter le poids de 5 kg sur le piston et monter le bras et suivre L'organigramme
  - \* Faire descendre le piston jusqu'à le premier repère. On obtient des extrudât, Prendre 5 extrudas après refroidissement, peser les extrudas.
  - \* Entrer dans l'appareil la masse moyenne des 05 extradas (valider avec la touche « **YES** »).
- Le MFI, exprimé en g/10min, est calculé comme suit :

$$\text{MFI}(T, m') = \frac{600 m}{t} \dots\dots\dots(3)$$

Où :

**T** : est la température d'essai, en degrés Celsius.

**m'**: est la charge nominale, en Kilogramme

**m** : la masse moyenne des extrudas, exprimée en g

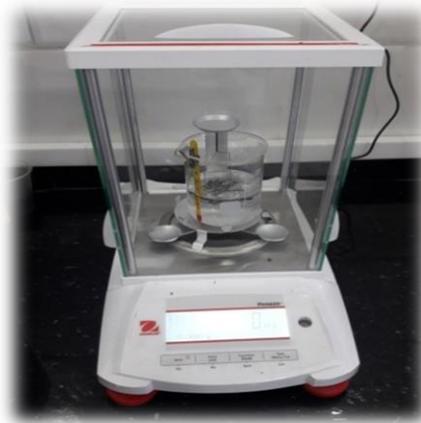
**t**: l'intervalle de temps entre deux coupes, exprimé en minute.

**600** : est le facteur utilisé pour convertir le gramme par 10minutes

\* Pour imprimer le résultat appuyer sur la Touche « **imprimé** » puis valider avec la touche «**YES** »

### II.3.5. Détermination la masse volumique

La masse volumique utilisée pour suivre les variations de la structure physique ou de la composition des matériaux plastique, la masse volumique peut être utilisée pour déterminer l'homogénéité d'échantillons ou d'éprouvettes.



**Figure II.11** : Balance électrique de marque (OHAUS).

Les extrudât obtenus de l'essai du MFI sont récupérés et utilisés pour la mesure de la masse volumique. Ces extrudât doivent être conditionnés au moins une heure à la température du laboratoire.



**Figure II.12** : Les extrudât obtenus de l'essai du MFI

- \* Mettre on marche la balance (ON).
- \* Peser l'échantillon (l'extrudât) dans l'air (sec) :  $m_{\text{air}}$

\* Mettre notre échantillon dans un bécher qui contient l'eau distillée (H<sub>2</sub>O) et/ou alcool (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH) et placer le Sous le filet sans

Agitation de ce filet pour obtenir un bon résultat.

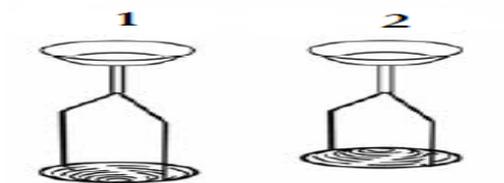
\* Peser l'échantillon humide :  $m_{liq}$

\* Pour mesurer la masse volumique il faut suivre la relation suivante :  $\rho$

$$\rho = \frac{m_{air}}{[(m_{air} + m_{eau})]} \times \rho_{liq} \dots \dots \dots (4)$$

**Remarque :**

- La masse volumique du liquide d'immersion doit être entré dans la balance avant d'effectuer une mesure. Elle est mesurée en utilisant la même balance à la température du labo (23°C).
- Si la masse volumique du liquide d'immersion est inférieure à celle de l'échantillon, on utilise le panier (1). Si la masse volumique du liquide d'immersion est supérieure à celle de l'échantillon, on utilise le panier (2) (voir les figures 13)



**Figure II.13 :** Les paniers

### II.3.6. Analyse Calorimétrique différentielle (DSC) [Le Temps d'Induction à l'Oxydation (OIT)]

L'oxydation est l'une des causes de la dégradation des matériaux inorganiques. Une méthode standard simple permet alors de mesurer la stabilité à l'oxydation : le temps d'induction à l'oxydation (OIT) et la température par calorimétrie différentiel à balayage (DSC) de marque ZF-DSC-D2H, selon la norme NA7705(EN728) à température ambiante (~23°C).

Des échantillons de 15.2mg de PEHD stabilisés sont placés dans des capsules en aluminium ouvertes avant d'être chauffés sous azote à 20°C/min de 50°C à 210°C. L'azote est remplacé par de l'oxygène (débit de 50 ml/min) pendant toute la durée nécessaire à l'oxydation de l'échantillon. La Figure II-14 résume la méthodologie de cette caractérisation et indique comment la valeur du TIO est déterminée à partir du thermogramme obtenu.



**Figure II.14** : Appareil de DSC

Mettre en marche l'ordinateur la DSC (commutateur devant l'appareil) et ouvrir les deux bouteilles de l'oxygène et nitrogène. Placer un creuset vide avec le couvercle dans la cellule à l'endroit réservé à la référence côté gauche et le creuset contenant l'échantillon à l'endroit réservé à lui côté droit. Ouvrir le fichier **DSC -D1**. Sélectionner l'icône « **collect** » ensuite sélectionner dans la barres menu l'icône « **pregest** ». Dans cette fenêtre en trouve trois icône « **ouvrir, enregistré et communication** », sélectionner l'icône ouvrir pour obtenir le programme « **OIT 210.PRG** ». En suite appuyer sur l'icône « **communication** » puis OK.

Maintenant dans la barre menu click sur l'icône « **START** » et entrer l'identification de matière première et /ou produit finis. Sur l'icône « **START** » vérifier le flux de l'oxygène et nitrogène qui est de **50ml/min**. Appuyer sur « **OK** » pour commencer le test, ensuite

appuyer sur l'icône a coté gauche de la barre menu « **run température** » et « **run nitrogène** ». Lorsque la température atteint 210°C appuyé sur l'icône « **OIT** ». Cliquer sur « **print** » pour imprimer le thermo gramme.

## II.4. Conclusion

Ce chapitre a permis de présenter les différents matériaux d'études, les divers moyens de mise en œuvre ainsi que les méthodes expérimentales associés à nos deux problématiques d'étude à savoir le renforcement thermomécanique du HDPE.

Dans la suite de ce mémoire, nous présenterons les principaux résultats expérimentaux obtenus et leurs interprétations en commençant par la première problématique d'étude : le renforcement thermomécanique du HDPE par ajout des particules de bois. Le chapitre III sera quant à lui consacré à l'impact de charges de différentes formes et compositions sur les propriétés de transport au sein de la matrice HDPE

# CHAPITRE III : Résultats et discussions

---

### III. 1. Introduction

Généralement, l'addition des particules de bois, qui sont des composées cellulosiques ayant une structure cristalline rigide, permet d'améliorer considérablement les propriétés mécaniques des thermoplastiques. Toutefois, l'incompatibilité des propriétés chimiques de surface des deux éléments conduit à une faible adhérence. Les particules de bois sont des éléments hydrophiles polaires alors que la matrice polymérique est hydrophobe, leur association mène souvent à des matériaux qui ont des performances mécaniques insatisfaisantes [45]. Plusieurs études ont été réalisées afin de remédier à ce problème. La majorité de ses travaux propose soit une modification chimique ou physique des propriétés de surface des particules de bois et/ ou de la matrice, ou l'utilisation d'agents de couplage pour améliorer le degré de liaison entre les éléments hydrogènes du polymère et les groupes hydroxyles des particules de bois. L'utilisation de polyoléfine maléique comme agent de couplage s'est révélée être un moyen approprié pour améliorer la résistance mécanique des composites à base de particules naturelles [12].

Ce travail de recherche se veut une contribution à l'étude des propriétés mécaniques et des caractéristiques structurelles des composites HDPE-sciures de bois en fonction de la concentration des particules de bois et de l'agent couplant. Une corrélation entre les propriétés mécaniques des composites et leurs caractéristiques structurelles sera établie. L'addition des particules de bois et de l'agent de couplage PE-g-MA permet d'augmenter le taux de cristallinité du polymère conduisant à une amélioration des performances mécaniques des composites. Les modifications de la microstructure de la matrice résultant de la présence des particules de bois seront analysées à l'aide des essais thermomécanique. Ce travail porte encore sur l'étude des mécanismes de vieillissement chimique du polypropylène haute densité et de sa conséquence sur sa structure cristalline et sur ses propriétés mécaniques.

### III.2. Caractérisation de la poudre de bois

#### III.2.1. Détermination du taux d'humidité

D'une manière générale le taux d'humidité varie en fonction du temps ou du lieu où les sciures de bois sont stockées. C'est une technique qui permet de connaître la quantité d'eau emmagasinée dans les sciures de bois à l'état sec [19], [46].

$$w = \frac{[(m_1 + m_0) - m_2]}{m_0} \times 100$$

W : teneur en eau (g).

m<sub>2</sub> : poids de creuset avec le bois (g).                      m<sub>2</sub> = 60.9368g

m<sub>1</sub> : poids de creuset vide.    m<sub>1</sub> = 59.0286g

m<sub>0</sub> : prise d'essai (2g).

$$w = \frac{[(59.0286 + 2) - 60.9368]}{2} \times 100$$

**Taux d'humidité : w = 4.59%**

Le taux d'humidité obtenus est faible, 4.59%. Cela peut être un avantage pour l'obtention d'une poudre à haute pouvoir calorifique supérieur [47], en plus l'ajout de 3% de l'agent de couplage dans le polyéthylène greffé à l'anhydride maléique (PE-g-MA) à différentes formulations du composite induit à une diminution du gonflement massique. Ce résultat peut être expliqué par la nature hydrophile du bois combiné [48].

L'ajout de l'agent de couplage quant a lui a permis de réduire l'absorption d'eau des composites bois-polymères de différentes formulations étudiées (PEHD+bois). Les composites traités présentent un taux d'absorption d'eau faible comparé à celui des composites non traités [50]. Ceci peut être attribué à la formation de liaisons covalentes des groupes anhydride dans le PE-g-MA avec les groupes hydroxyle de la cellulose, ce qui conduit à la diminution du nombre des groupements hydroxyle présents dans la cellulose. Par conséquent, les fonctions polaires du bois ne sont plus disponibles pour les molécules d'eau [51].

Les premiers mots auxquels nous pensons sont bien entendu « corrosion et dégradation » pour parler de la détérioration des canalisations. Il n'est pas toujours facile de différencier la corrosion de la dégradation par abus de langage. Cependant, le terme de corrosion est réservé aux métaux alors que le terme de dégradation est lié aux autres matières tels que les plastiques, les bétons et aux différents effets mécaniques que peuvent subir les canalisations.

### III.2.2. Taux de cendre (Norme TAPPI T 211 CM-86)

Le taux de cendres est le résidu restant après ignifugation à 550°C +/- 25°C pendant au minimum 2h. Parfois, il faut plus de 3h pour brûlé toute la matière carbonée.

$$w' = \frac{[m'_1 - m'_2]}{m'_0} \times 100$$

W' : teneur en cendre (g).

m'1 : poids de creuset avec les cendres (g).      m'1=80.622

m'2 : poids de creuset vide                              m'2= 80.610

m0 : prise d'essai (2g).

$$w' = \frac{[80.622 - 80.610]}{2} \times 100$$

**Taux de cendre : w' = 0.6%**

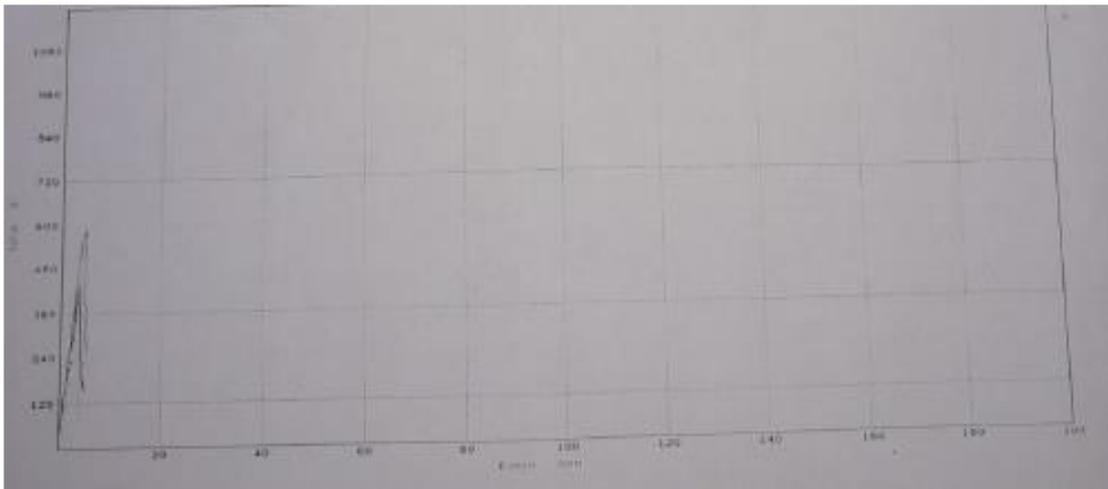
Le taux de cendre 0.6 % est relativement très faible. Ce paramètre a un effet significatif sur la qualité des particules de bois. Il ressort qu'un taux de cendre élevé diminue la surface spécifique. En effet, la nature organique des cendres, rend le processus d'activation facile car elles débouchent les pores de la structure du bois [52]. Les valeurs -enregistrées dans cette étude est un présage de la bonne qualité sur les particules de bois que nous avons appliquée.

### III. 3. Caractérisation des propriétés mécaniques des composites PEHD-sciures de bois

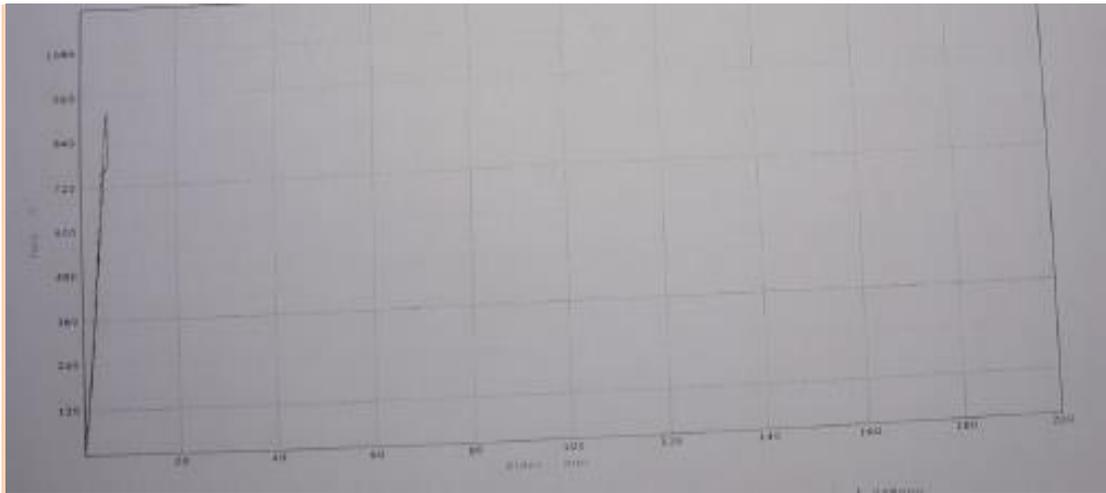
L'étude des propriétés mécaniques et des caractéristiques des composites HDPE-sciures de bois en fonction de la concentration des particules de bois conduit que l'addition des particules de bois et de l'agent de couplage PE-g-MA permet d'augmenter le taux de cristallinité du polymère conduisant à une amélioration des performances mécaniques des composites [53].

La charge est la poudre de bois, la mise en œuvre du PEHD résulte d'opérations thermomécaniques de natures très diverses : extrusion, calandrage, injection, etc. Ceci signifie que la chaleur doit être fournie au polymère afin de lui conférer une fluidité à chaud, suffisante pour qu'à la suite d'un effort mécanique approprié, une masse pâteuse prenne la forme désirée. La méthode de mise en forme utilisée est le calandrage [54].

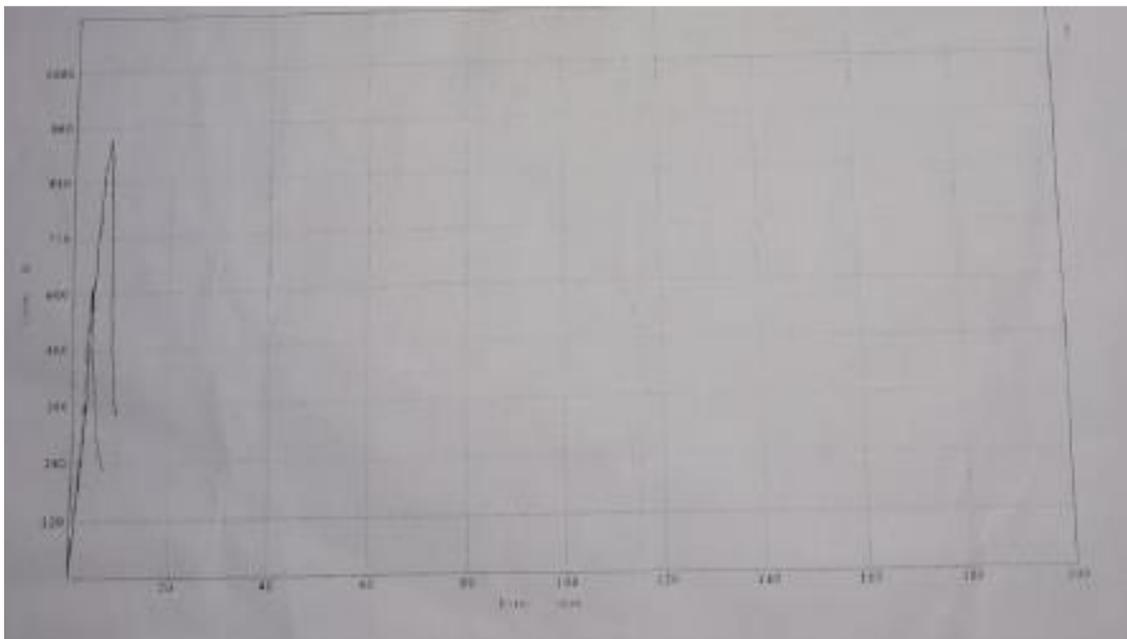
Les courbes des figures ci- dessous représentent des allures typiques de la relation contrainte déformation. Les paramètres mécaniques tels que le module d'élasticité (E), la résistance mécanique maximale (Rm) et l'élongation à la rupture ( $\epsilon$ ) sont montrés dans ces courbes (les valeurs des paramètres mécaniques sont calculées à partir de la moyenne de trois éprouvettes).



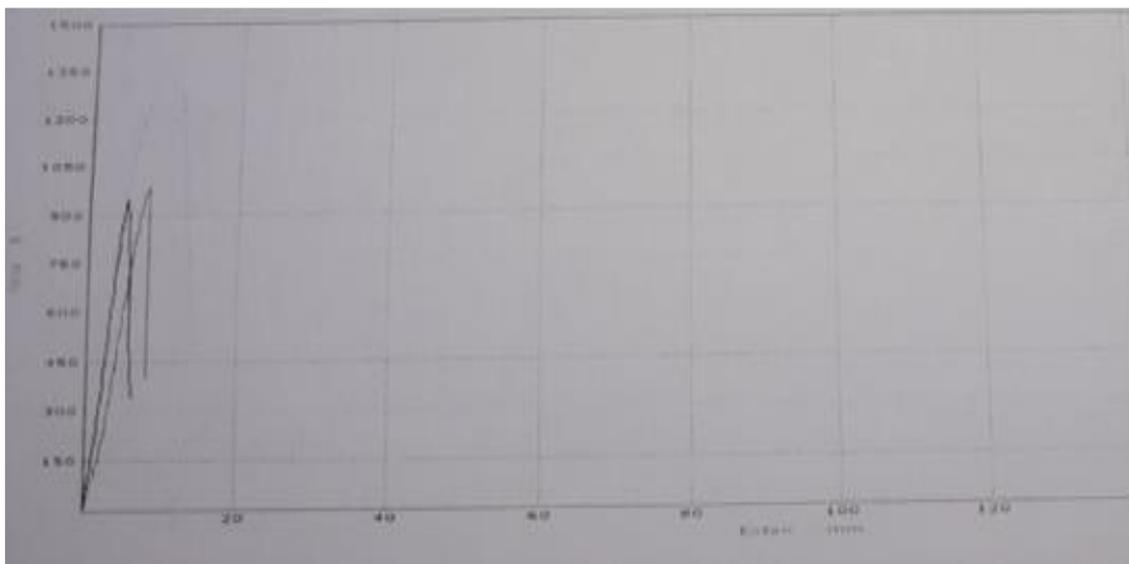
**Figure III.1** : Essai de traction du composite (100% PEHD+0% bois)



**Figure III.2** : Essai de traction du composite (90% PEHD+10% bois)



**Figure III.3**: Essai de traction du composite (85% PEHD+15 % bois)



**Figure III.4** : Essai de traction du composite (80% PEHD+20 % bois)

L'effet de la teneur en sciure de bois sur les propriétés mécaniques telles la résistance mécanique, le module d'élasticité et l'élongation à la rupture des composites plastiques-bois sont illustrés dans le Tableau III. 1 :

**Tableau III. 1** : Résultats des tests mécaniques (les valeurs des paramètres mécaniques sont prises en moyenne).

(%) bois	(%) HDPE	(%) PE-g-MA	E (MPa)	RM(MPa)	$\zeta$ (%)
0	100	3	211	6.91	7.66
10	90	3	290.66	13.63	5.33
15	85	3	322.66	13.96	5.66
20	80	3	339.66	18.65	3.66

Le module d'élasticité des composites bioplastiques a augmenté avec l'augmentation de la teneur en bois (ceci est dû à la rigidité des particules du bois rouge). Ce résultat suggère que le PE-g-MA est efficace pour lier la particule du bois à la matrice PEHD. Ainsi, 20% de matière bioressource était utilisée sans réduire la résistance à la traction.

Ces résultats ont été prévus en raison des modules des particules de bois élevés en comparaison à celui de la matrice. Dans la littérature on rapporte que les modules d'élasticité du bois varient selon sa forme; entre 10GPa et 80 GPa dans le cas de bois sous forme de fibres [56], et entre 4,9 à 14 GPa pour le bois sous forme de particules [57].

De plus, l'addition de l'agent anhydride maléique a conduit à une nette amélioration de la compatibilité des propriétés chimiques des renforts bois et de la matrice HDPE à l'aide de réaction d'estérification. Ceci a favorisé une bonne imprégnation de particules de bois par le polymère résultant à des matériaux composites beaucoup plus rigides. En effet, le module élastique du composite HDPE 20% bois préparé avec 3% de l'agent couplant est élevé.

L'utilisation d'un agent de couplage permet d'améliorer considérablement la résistance mécanique des composites et permet d'augmenter le niveau d'adhésion des deux phases. Ceci conduit à un transfert efficace des contraintes du polymère aux particules de bois à travers l'interface. En conséquence, la résistance mécanique des matériaux composites est considérablement améliorée [36].

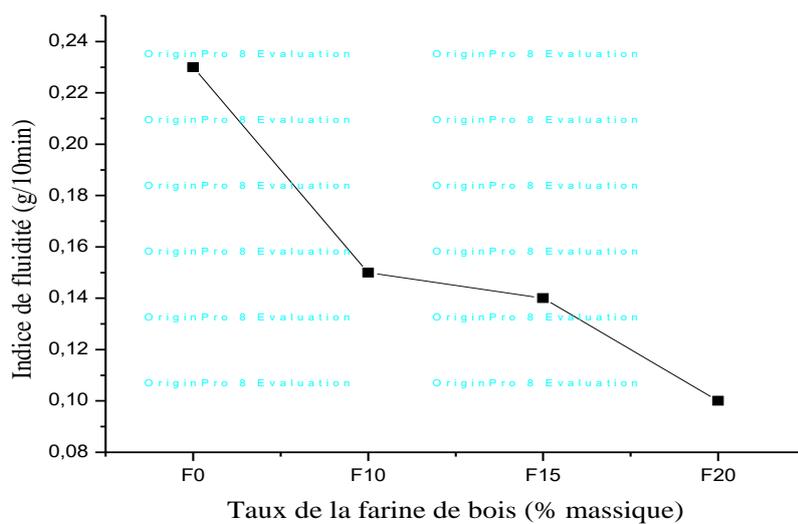
En comparaison avec la matrice HDPE seule, la résistance mécanique à la traction des composites préparés en présence de 3% de PE-g-MA a été améliorée pour des ajouts 10%, 15% et 20% de renforts de bois à la matrice de polymère. Ces résultats sont comparables à ceux mentionnés dans la littérature. Dans cette étude [58] les auteurs rapportent que la résistance mécanique des composites à base d'une matrice HDPE renforcée de 40% de particules de bois traité à l'aide de l'agent PE-g-MA augmente de comparé à la matrice vierge. Cette amélioration de la résistance mécanique de la matrice est attribuée essentiellement à la modification chimique des particules de bois à l'aide de l'agent PE-g-MA selon les auteurs. Ceci favorise une bonne imprégnation des particules par la matrice polymère et entraîne une nette amélioration de la résistance mécanique à la traction des composites. Lorsque la teneur en bois augmente, la surface de contact par unité de volume des particules également augmente; ce qui favorise un meilleur transfert de charge, résultant à des contraintes à la rupture élevée [59]

Toutefois, l'élongation à la rupture des échantillons composites a été réduite de façon spectaculaire lorsqu'on ajoute les particules de bois à la matrice polymère (Tableau III. 1). Ces résultats concordent avec ceux de nombreuses études dans la littérature [23]. En fait, l'addition des particules de bois rend le composite moins ductile et rigide. En présence d'agent de couplage, la résistance à la traction augmente.

### III.4. Mesure de l'indice de fluidité « MFI »

Le Melt flow index (MFI) ou indice de fluidité (IF), également connu sous les noms Melt flow rate (MFR) ou Melt index (MI), est une méthode communément utilisée dans l'industrie des plastiques pour la caractérisation des matériaux thermoplastiques, surtout les polyoléfines, elle permet d'estimer leur extrudabilité. Plus l'indice de fluidité augmente, plus le taux de cristallinité diminue et vis versa. Donc ces deux phénomènes sont inversement proportionnels. C'est un test de contrôle qualité qui mesure l'écoulement d'une résine à travers une filière.

Pour les composites élaborés en utilisant le PE-g-MA comme agent compatibilisant, on enregistre une nette diminution de l'indice de fluidité avec l'augmentation du taux de la farine de bois comme le révèle la figure III. 5. Ce phénomène est lié probablement au fait que l'agent compatibilisant PE-g-MA engendre des liaisons de fortes interactions avec les deux constituants formant le composite : le PEHD et la charge. Ces interactions limitent les mouvements libres des chaînes polymères et empêchant l'écoulement du matériau, ce qui explique la diminution de l'indice de fluidité.

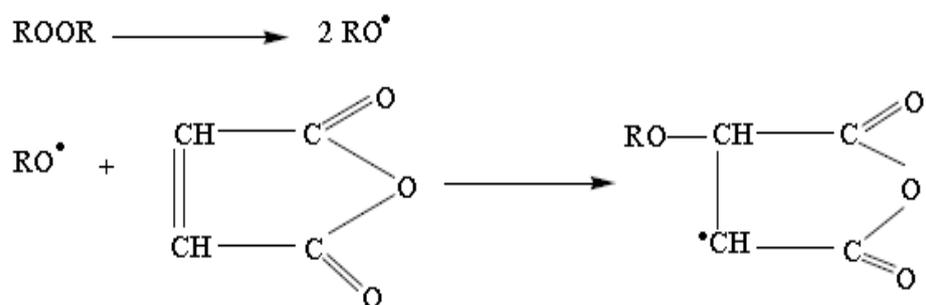


**Figure III. 5:** Variation de l'indice de fluidité des composites élaborés avec 3% en PE-g-MA en fonction du taux de farine de bois

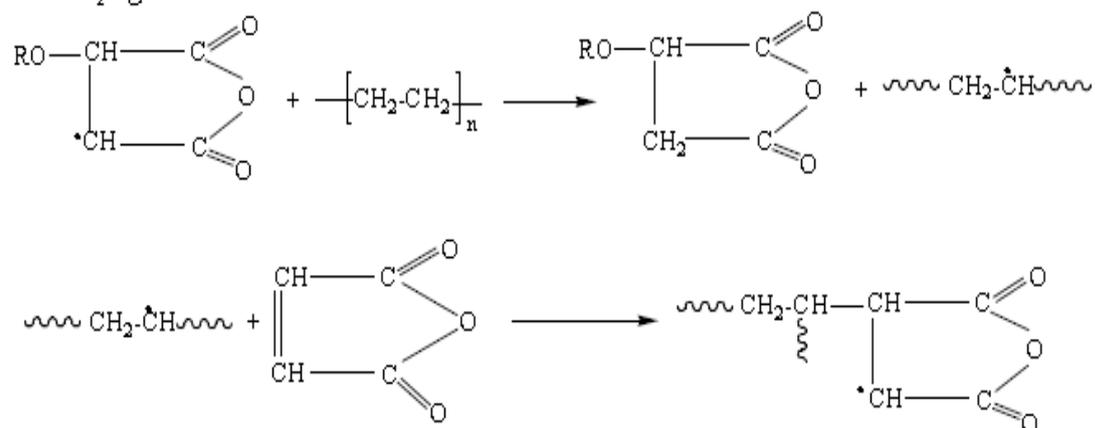
La réaction d'estérification de la farine de bois avec le la PE-g-MA comme agent compatibilisant est proposer par le mécanisme réactionnel suivant :

**Greffage de l'anhydride maléique sur le polyéthylène**

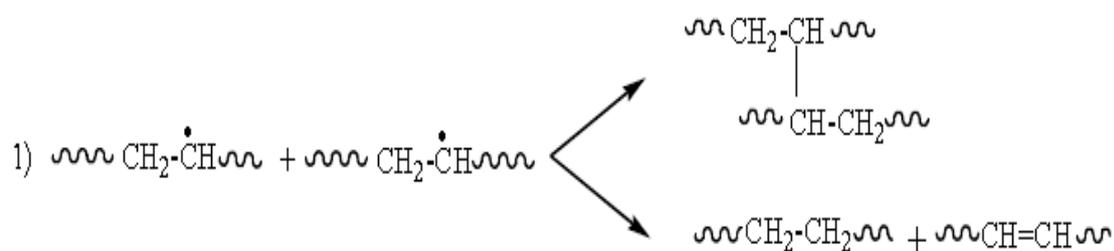
➤ *Initiation :*



➤ *Propagation :*



➤ *Terminaison :* Elle se fait soit par recombinaison ou par dismutation. On distingue trois cas :



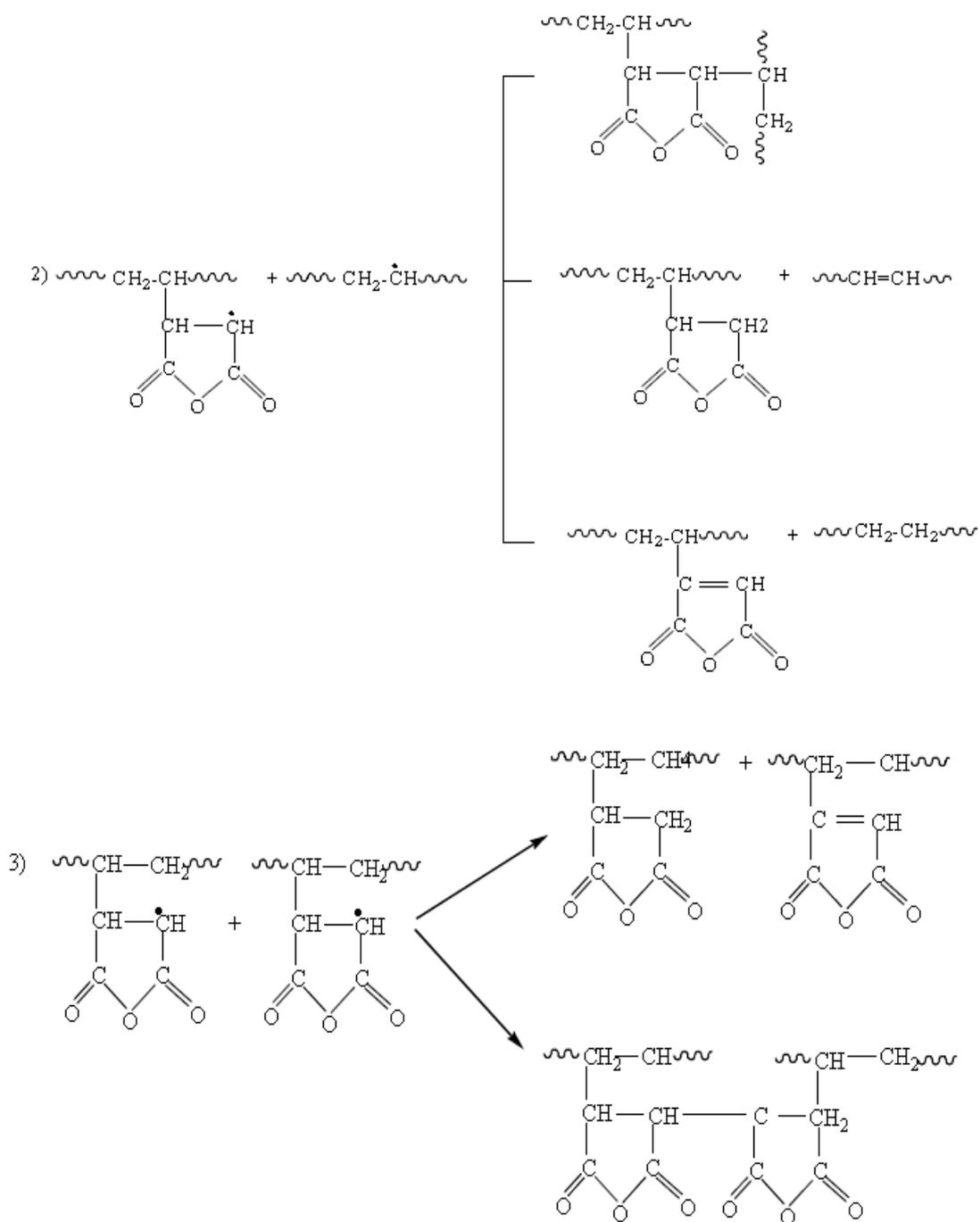
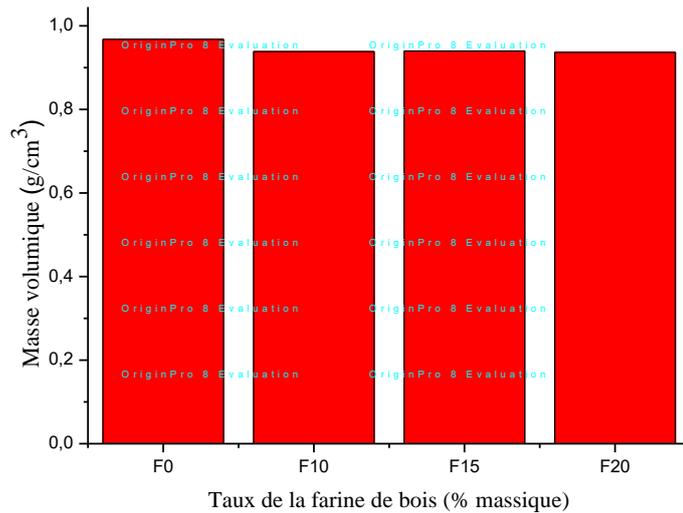


Schéma 1: Greffage de l'anhydride maléique sur le polyéthylène

### III.5. Détermination de la masse volumique

La diminution de la masse volumique en fonction du taux de la farine de bois pour les composites est illustrée sur la figure III. 6. On remarque une légère diminution de la masse volumique des composites PEHD/farine de bois comparé au PEHD vierge. En effet l'addition de la farine de bois apporte une légère diminution de la masse volumique.



**Figure III.6 :** Variation de la masse volumique des composites élaborés avec 3% en PE-g-MA en fonction du taux de farine de bois

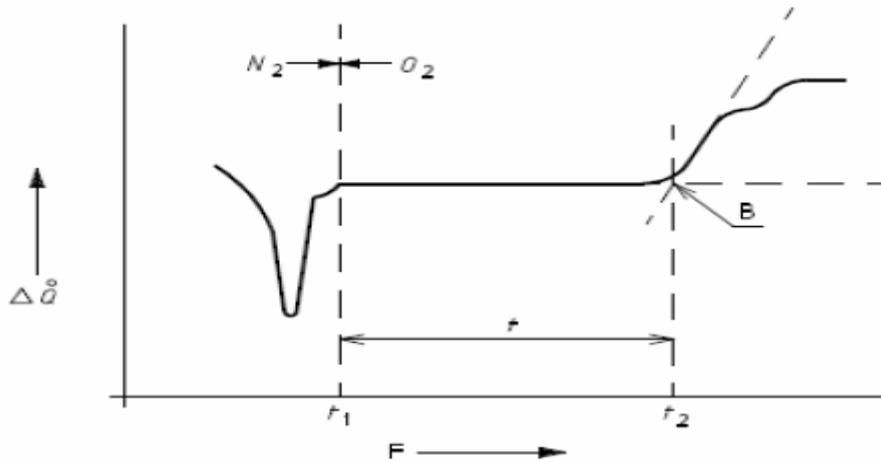
Par ailleurs, l'utilisation du PE-g-MA comme agent de compatibilisant, réduit la masse volumique. [61] attribue cette diminution à une amélioration de l'adhésion interfaciale entre la matrice PEHD et la farine de bois, ce qui engendre la diminution des microvides et aussi à la substitution des atomes d'hydrogènes liés à la particule de bois par des groupements plus volumineux du PP-g-MA.

**Tableaux III. 2 :** Variation de la masse volumiques des composites en fonction des pourcentages de la farine de bois

Formulations des composites (%)	La masse volumique
0% FB+100% PEHD	0.968(g/cm <sup>3</sup> ).
10% FB+90% PEHD	0.939(g/cm <sup>3</sup> ).
15% FB+85% PEHD	0.940(g/cm <sup>3</sup> ).
20% FB+90% PEHD	0.937(g/cm <sup>3</sup> ).

### III.6. Analyse Calorimétrique différentielle (DSC) [Le Temps d'Induction à l'Oxydation (OIT)]

Le temps d'induction à l'oxydation  $t$ , de chaque éprouvette est le temps qui s'écoule entre l'alimentation en oxygène,  $t_1$ , et le temps  $t_2$ , correspondant à l'intersection du prolongement de la ligne de base et du prolongement de la tangente, tracée sur l'exotherme, au point où la courbe présente une pente maximale, comme en B dans la figure III. 7 [62].



**Figure III.7 :** Exemple de thermogramme pour un polyéthylène présentant une réaction endothermique.

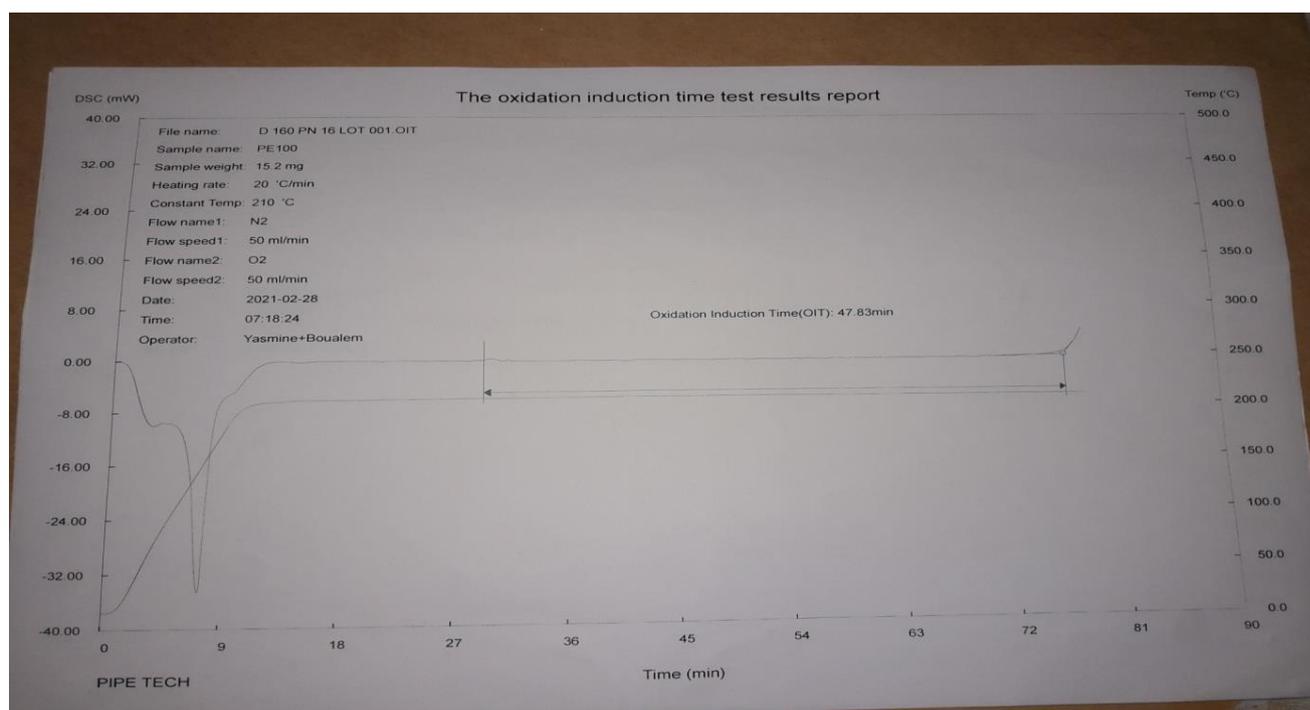
La mesure du Temps d'Induction à l'Oxydation (OIT pour « Oxygène Induction Time ») a été réalisée à 210°C. Elle correspond au temps nécessaire pour amorcer l'oxydation du HDPE sous oxygène pur en condition isotherme. Son évolution peut être associée à la perte d'antioxydants indépendamment de l'origine de leur consommation (physique ou chimique [63]). Les mesures d'OIT ont été répétées sur nos composites.

Les résultats des essais de calorimétrie différentielle à balayage montrés sur les figures ci-dessous montrent que le temps de l'induction de l'oxygène diminue en fonction de l'élévation du pourcentage des particules de bois, le flux d'oxygène influe négativement sur le vieillissement des polymères en générale [64], l'ajout des pourcentages différents de la farine de bois à ce polymère diminue son vieillissement, les résultats des valeurs sont récapitulé dans le tableau III. 3 :

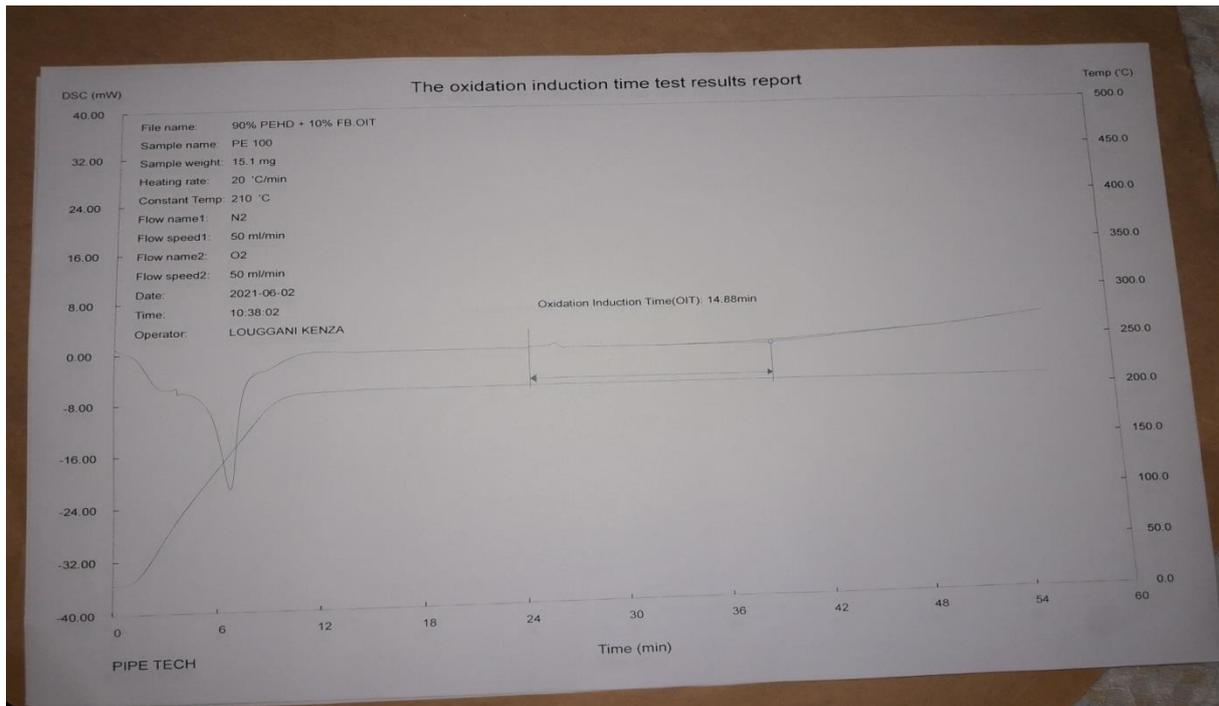
**Tableau III. 3 :** Temps d'induction de l'oxygène des composites (0, 10, 15 et 20% en farine de bois)

Formulations des composites (%)	Temps d'induction à l'oxygène [OIT] (min)
0	47.83
10	14.88
15	6.22
20	2.14

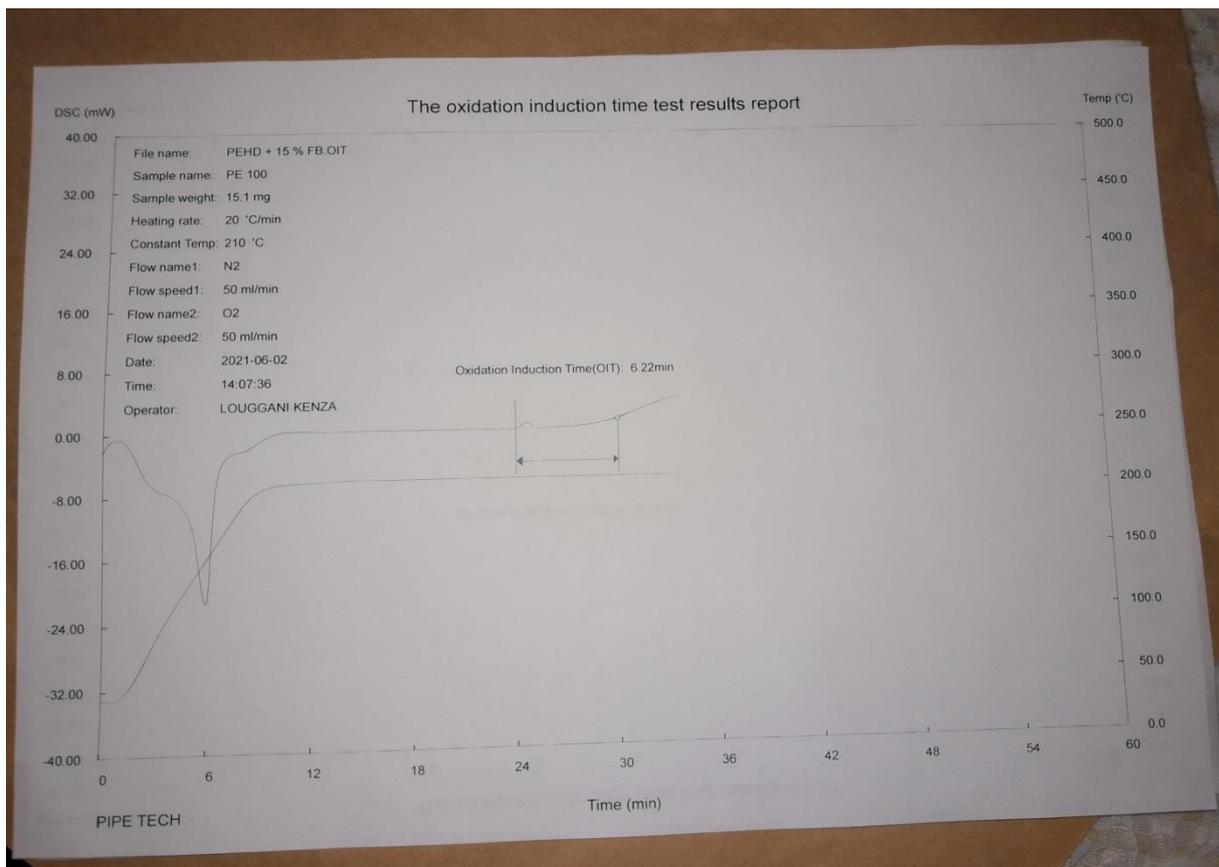
On remarque aussi que le traitement des particules par un agent de compatibilisant provoque une diminution de l'induction de temps de l'oxygène, ce qui explique les particules de bois traité avec cet agent de greffage améliore la dégradation des polymères et diminue le vieillissement [65].



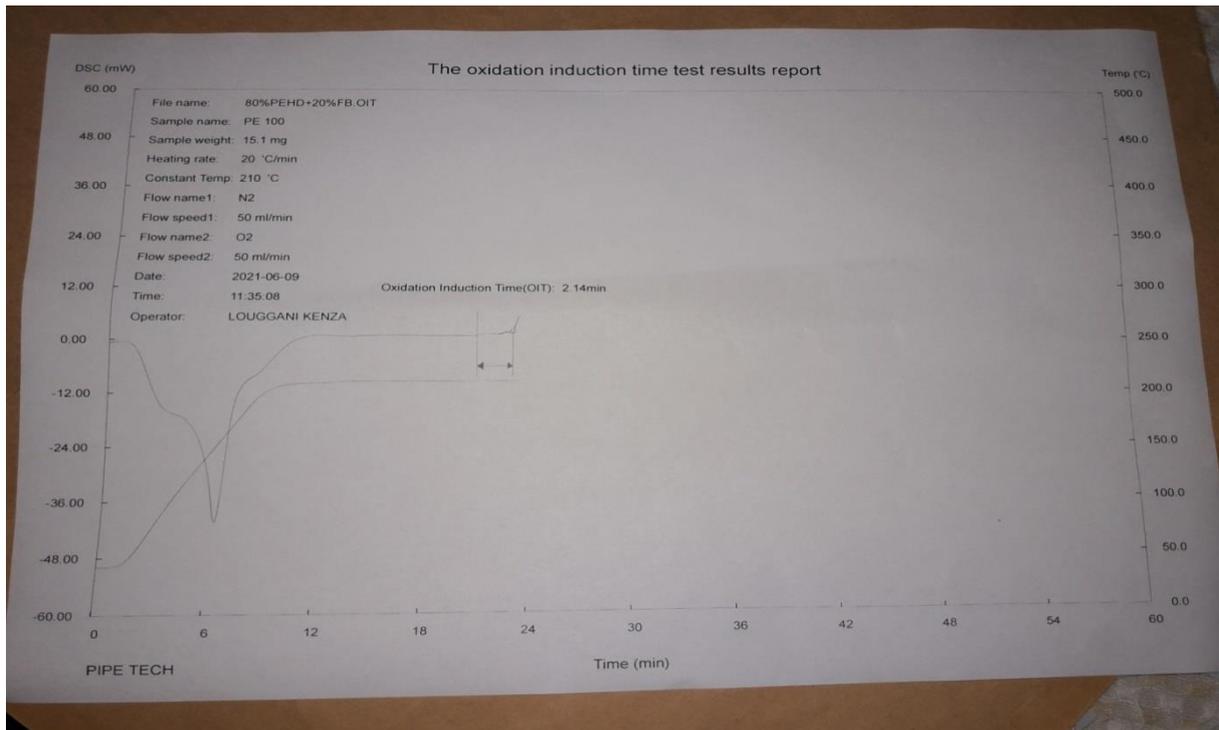
**Figure III. 8:** Thermogramme DSC de composite 100% PEHD+ 0% farine de bois (F0)



**Figure III.9 :** Thermogramme DSC de composite 90% PEHD+ 10% farine de bois (F10)



**Figure III. 10 :** Thermogramme DSC de composite 85% PEHD+ 15% farine de bois (F15)



**Figure III. 11 :** Thermogramme DSC de composite 80% PEHD+ 20% farine de bois (F20)

Pour protéger le polymère au cours de ses différents stades de vie, des combinaisons de stabilisants ou antioxydants ayant des plages de température d'activité optimales différentes et susceptibles de conduire à des effets synergiques, sont sélectionnées afin d'améliorer les performances et la durabilité des résines PE en service [66]. Il existe une diversité d'antioxydants de différenciant par leur structure et leurs propriétés, ces espèces ont pour rôle principal d'inhiber ou ralentir les phénomènes d'oxydation. En général, l'action des antioxydants consisterait à capturer les radicaux libres produits au cours de l'oxydation [67].

Pour mesurer la stabilité de la résine PE face à l'agressivité des agents agressifs et nous avons constaté une diminution importante du temps d'induction à l'oxydation (OIT). Par ailleurs, ces résultats confirment l'augmentation de la résistance mécanique du tube de PEHD.

### III. 7. Conclusion

Dans ce travail, nous avons réalisé une étude des propriétés mécaniques et des propriétés thermiques des composites HDPE-bois en fonction de la concentration de particules de bois. Nos résultats indiquent que : l'addition des particules de bois dans la matrice polymère rend le composite résistant et peu ductile. De plus, l'utilisation d'agent de couplage permet d'améliorer la rigidité et la résistance mécanique des composites. L'agent couplant joue le rôle de pont entre les éléments hydrogènes de la matrice et les fonctions hydroxyles des particules de bois permettant ainsi d'améliorer l'affinité chimique des deux éléments. Cela résulte à un transfert efficace des contraintes à travers l'interface du polymère, la présence des particules a servi comme sites de nucléation des chaînes polymères.

Nous avons étudié l'effet de la concentration en bois et celui de la température sur les propriétés thermo-physiques, Pour ce faire, une analyse calorimétrique différentielle (DSC) et une analyse mécanique (MFI) ont été réalisées

# CONCLUSION GENERALE

---

## CONCLUSION GENERALE

---

L'objectif principal de ce travail visait principalement à valoriser la poudre de bois en la combinant au PEHD.

A cet effet, nous avons procédé à l'élaboration d'un composite constitué d'une matrice de polyéthylène haute densité (PEHD) et de poudre de bois (granulométrie 0.125mm) dont les taux variaient de 0% à 20 %, par pas de 5%. Ceci a permis de faciliter l'explication de certaines caractéristiques mesurées sur la résine thermoplastique obtenue par calandrage.

L'agent de couplage a contribué à l'amélioration des propriétés interfaciale PEHD/Poudre de bois cela s'est traduit par l'obtention de meilleures propriétés mécaniques (module d'Young plus important). En revanche, l'allongement à la rupture a subi une nette diminution, quelque soit le taux de charge et malgré l'incorporation de l'agent de couplage. Le module d'élasticité des composites bioplastiques a augmenté avec l'augmentation de la teneur en bois (ceci est dû à la rigidité des particules du bois rouge). Ce résultat suggère que le PE-g-MA est efficace pour lier la particule du bois à la matrice PEHD. Ainsi, 20% de matière bioressource était utilisée sans réduire la résistance à la traction.

Par ailleurs, l'utilisation du PE-g-MA comme agent de compatibilisant, réduit la masse volumique. Cette diminution à une amélioration de l'adhésion interfaciale entre la matrice PEHD et la farine de bois, ce qui engendre la diminution des microvides et aussi à la substitution des atomes d'hydrogènes liés à la particule de bois par des groupements plus volumineux du PP-g-MA [50].

En général, l'action des antioxydants consisterait à capturer les radicaux libres produits au cours de l'oxydation. Pour mesurer la stabilité de la résine PE face à l'agressivité des agents agressifs et nous avons constaté une diminution importante du temps d'induction à l'oxydation (OIT). Par ailleurs, ces résultats confirment l'augmentation de la résistance mécanique du tube de PEHD [60].

### **Perspectives**

Il serait intéressant de poursuivre ce travail en :

Elaborant des matériaux composites à base de PEHD/poudre de BOIS à différentes taille de bois utilisé par les procédés d'extrusion ou d'injection.

Utilisant d'autres techniques de traitement (MEB, IR, ATD/ATG.....) que nous n'avons pas peu essayé, afin d'apporter des éléments de réponse au problème d'adhésion à l'interface particule/matrice.

Etudiant la biodégradabilité et la durabilité de ces matériaux pour mieux préciser leurs domaines d'application.

Utilisé un biomatériau sous forme de fibre au lieu de particule dans la résine de PEHD.

# REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [1] Rowell RM; Han JS.; Rowell JS. Characterization and factors effecting fiber properties in natural polymers and agro fibers based composites. *Natural polymers and bio-based composites*, 2000; 115-135.
- [2] McMurry J.; Simanek E. *Chimie organique: les grands principes*, 2<sup>ème</sup> edition. Dunod, 2007.
- [3] Wertz JL.; Bédué O.; Mercier JP. *Cellulose science and technology*. EPFL Press, 2010.
- [4] Navi P.; Heger F. *Comportement thermo-hydrromécanique du bois: applications technologiques et dans les structures*. PPUR presses polytechniques, 2005.
- [5] Bengtsson, M. et Oksrnan, K.. Silane crosslinked wood plastic composites: Processing and properties. *Composites Science and Technology*, 66 (13), 2177-2186, 2006.
- [6] El-Haggar, S. M. et Kamel, M. A. Wood plastic composites. *Advances in composite materials-analysis of natural and man-made materials*. In Tech, Chapters published, ISBN978-953. Pavla Tèsinova, 584 pp, 2011.
- [7] Winandy, J., Stark, N. et Clemons, C. Considerations in recycling of woodplastic composites. *Communications présentées au 5th global wood and natural fiber composites symposium*. April 27-28, 2004.
- [8] Wechsler, A. et Hiziroglu, S. Some of the properties of wood-plastic composites. *Building and Environment*, 42 (7), 2637-2644, 2007.
- [9] Klyosov, A. A.. *Wood-plastic composites*: John Wiley & Sons, Hoboken, New Jersey. 702 pp, 2007.
- [10] Kumar, A., Gupta, A., Sharma, K., Nasir, M. et Khan, T. A. Influence of activated charcoal as filler on the properties of wood composites. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 46, 34-39, 2013.
- [11] Kallakas, H., Martin, M., Goljandin, D., Poltimiie, T., Krumme, A. et Kers, J. Mechanical and physical properties of thermally modified wood flour reinforced polypropylene composites. *Agronomy Research*, 14 (Special Issue I), 994-1003, 2016.
- [12] Bendahou, A., Kaddami, H., Sautereau, H., Raihane, M., Erchiqui, F. & Dufresne, A. Short palm tree fibers polyolefin composites: Effect of filler content and coupling agent on physical properties. *Macromolecular Materials and Engineering*, 293(2), 140-148, 2008.
- [13] Kalia S.; Kaith B.S.; Kaura I, Pretreatments of Natural Fibers and their Application as Reinforcing Material in Polymer Composites – A Review. *Polymer Engineering and Science*, 49, 1253-1272, 2009.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [14] Rodriguez E.S.; Stefani P.M.; Vazquez A. Effects of Fibers 'Alkali Treatment on the Resin Transfer Moulding Processing and Mechanical Properties of Jute-Vinylester Composites, *Journal of Composite Materials*, Vol. 41, No. 14, 2007.
- [15] Gáspár, M., Benkő, Z., Dogossy, G., Réczey, K. & Czigány, T. Reducing water absorption in compostable starch-based plastics. *Polymer Degradation and Stability*, 90(3), 563-569, 2005.
- [16] Wang, Z., Cao, J. et Wang, J. (2009). Pyrolytic characteristics of pine wood in a slowly heating and gas sweeping fixed-bed reactor. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 84 (2), 179-184.
- [17] Michaud, F. Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique: aptitude au postformage. UNIVERSITÉ LAVAL Québec, Canada, 2003.
- [18] Hill, C. A. Wood modification: chemical, thermal and other processes (Vol. 5): John Wiley & Sons. University of Wales Bangor, UK, internationally-renowned expert on wood modification. 260 pp, 2007.
- [19] Beldzki, A. K., Sperber, V. E., Faruk, O. & ebrary Inc. (2002). Natural and wood fibre reinforcement in polymers [ressource électronique]. Shawbury, U.K.: Rapra Technology Ltd, 2002.
- [20] Wertz JL.; Bédué O.; Mercier JP. Cellulose science and technology. EPFL Press, 2010.
- [21] Barnett, J. R. & Jeronimidis, G. (2003). Wood quality and its biological basis. Oxford. Boca Raton, Flor.: Blackwell ; CRC Press.
- [22] Baley C. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. *Technique de l'ingénieur*, N2220, 12p, 2005.
- [23] Bledzki AK. ; Gassan J. Composites reinforced with cellulose based fibers. *Progress in polymer science*, 221-274, 24p, 1999.
- [24] Profil des produits forestiers, deuxième transformation: Produits composites boispolymère, Avril 2003.
- [25] Jawaid M.; Abdul Khalil HPS. Cellulosic/synthetic fiber reinforced polymer hybrid composites: A review. *CarbohydrPolym*; 86:1-18, 2011.
- [26] Morin JC. Guide de l'utilisateur des profilés plastiques, Syndicat national des profilés plastiques, Paris, France, 2000.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [27] Karian, H. H and book of polypropylene and polypropylene composites (2nd éd.), revised and expanded: CRC press. RheTech, Inc. Whitemore Lake, Michigan, USA, 669 pp, 2003.
- [28] Zhang, J.-J., Huang, H.-X., Effects of filler-filler and polymer-filler interactions on rheological and mechanical properties of HDPE-wood composites, *Journal of Applied Polymer Science*, 111(6), 2806-2812 2008.
- [29] Kaymakci, A., Ayrilmis, N., & Gulec, T. Surface properties and hardness of polypropylene composites filled with sunflower stalk flour. *BioResources*, 8(1 ), 592-602, 2012.
- [30] Kellogg, R. M. et Wangaard, F. F. Variation in the cell-wall density of wood. *Wood and Fiber Science*, 1 (3), 180-204, 2007.
- [31] Erchiqui, F, Godard, F., Gakwaya, A., Koubaa, A., Vincent, M. & Kaddami, H. Engineering investigations on the potentiality of the thermoformability of HDPE charged by wood flours in the thermoforming part. *Polymer Engineering and Science*, 49(8), 1594-1602, 2009.
- [32] Lu J.Z, Wu Q, McNabb H.S, Chemical coupling in wood fiber and polymer composites: A review of coupling agents and treatments, *Wood Fiber Sci.* , 32(1), 88-104, 2000.
- [33] Podgorski L, Chevet B, Onic L, Merlin A: Modification of wood wettability by plasma and corona treatments. *Int. J. Adhesion & Adhesives*, 20, 103-111, 2000.
- [34] Kalia S.; Kaith B.S.; Kaura I. (2009), Pretreatments of Natural Fibers and their Application as Reinforcing Material in Polymer Composites – A Review. *Polymer Engineering and Science*, 49, 1253-1272.
- [35] Torres, F.G., Aragon, CL., Final product testing of rotational moulded natural fibre reinforces polyethylene, *Polymer Testing*, 25(4), 568-577 2006.
- [36] Grüneberg, T. Wood polymer composites (WPC)-processing technologies, chemical modification of wood and natural fiber components and improvement of selected properties. *Review of Forests, Wood Products and Wood Biotechnology of Iran and Germany–Part III*. Universitätsverlag Göttingen, Göttingen, 55-69, 2009.
- [37] Klyosov, A.A., *Wood-plastic composites*, Wiley-Interscience, 698 p. (2007).
- [38] Lee, S.-H. & Wang, S. Biodegradable polymers/bamboo fiber biocomposite with bio-based coupling agent. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37(1), 80-91, 2006.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [39] Ragoubi, M., Bienaimé, D., Molina, S., George, B. & Merlin, A. (2010). Impact of corona treated hemp fibres onto mechanical properties of polypropylene composites made thereof. *Industrial Crops and Products*, 31(2), 344-349.
- [40] Tasdemir, M., Biltekin, H., Caneba, G.T., Preparation and characterization of LDPE and PP Wood fiber composites, *Journal of Applied Polymer Science*, 112(5), 3095-3102 (2009).
- [41] Noëlle BILLON, Comportement mécanique des polymères, Mines de paris : centre de mise en forme des matériaux, 2007.
- [42] EN ISO 1779-1, "Plastics – Determination of Charpy impact properties – Part 1 : Noninstrumental impact test", European standard, 2000.
- [43] Trotignon J.P, Verdus J, Dobraczynski A, Piperau M, *Matières plastiques, structures propriétés, mise en oeuvre, normalisation*, edition Nathan, 1996.
- [44] Le Baillif M, Oskman K, The influence of the extrusion process on bleached pulp fiber and its composites. Proceedings of the progress in wood and biofibrepastic composites conference. Toronto, Canada, 9, 2006.
- [45] Fakhrul, T., Mahbub R., and Islam, M.A. "Properties of Wood Sawdust and Wheat Flour Reinforced Polypropylene Composites," *Journal of Modern Science and Technology* 1(1), 135-148, 2013.
- [46] Barnett, J. R. & Jeronimidis, G. *Wood quality and its biological basis*. Oxford. Boca Raton, Flor.: Blackwell ; CRC Press, 2003.
- [47] Bledzki, A. K., Faruk, O. & Huque, M. Physico-mechanical studies of wood fiber reinforced composites. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 41(3), 435-451, 2002.
- [48] Ghasemi, I., Kord, B. "Long-term water absorption behaviour of polypropylene/wood flour/organoclay hybrid nanocomposite," *Iranian Polymer Journal*. 18(9), 683-691, 2009.
- [49] Kiani, H., Ashori, A., Mozaffari, S. A. (2011). "Water resistance and thermal stability of hybrid lignocellulosic filler PVC composites," *Polymer Bulletin*. 66(6), 797-802.
- [50] NF T 51-166 (déc. 1981) – Plastiques. Détermination de l'absorption d'eau.
- [51] Laroche, D. & Erchiqui, F. Experimental and theoretical study of the thermoformability of industrial polymers. *Journal of Reinforced plastics and composites*, 19(3), 230-239, 2000.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [52] Kamoun C., Pizzi A., Garcia R, The effect of humidity on cross-linked and entanglement networking of formaldehyde-based wood adhesives. *Holz als Roh- und Werk-*, 56, P.235-243, 1998.
- [53] Hyun-Joong Kim, Han-Seung Yang, Michael P. Wolcott, Hee-Soo Kim, Sumin Kim: Effect of different compatibilizing agents on the mechanical properties of lignocellulosic material filled polyethylene bio-composites. *Composite Structures*, 79, 369–375, 2007.
- [54] Pereira H. The chemical composition of cork. Dans : *Cork*. 1ère Ed., Elsevier Science B.V., Amsterdam. 55-99, 2007.
- [55] Manfredi, L. B., Rodríguez, E. S., Wladyka-Przybylak, M. & Vázquez, A. Thermal degradation and fire resistance of unsaturated polyester, modified acrylic resins and their composites with natural fibres. *Polymer Degradation and Stability*, 91(2), 255-261, 2006.
- [56] Woodhams, R., Thomas, G. & Rodgers, D. Wood fibers as reinforcing fillers for polyolefins. *Polymer Engineering & Science*, 24(15), 1166-1171, 1984.
- [57] Marcovich, N.E., Villar, M.A. “Thermal and mechanical characterization of linear low density polyethylene/wood flour composites,” *Journal of Applied Polymer Science*. 90(10), 2775-2784, 2003.
- [58] Migneault, S., Koubaa, A., Perré, P. “Effect of fiber origin, proportion, and chemical composition on the mechanical and physical properties of wood-plastic composites,” *Journal of Wood Chemistry and Technology* . 34 (4), 241-261, 2014.
- [59] Wei, L., McDonald, A. G., Freitag, C. & Morrell, J. J. Effects of Wood Fiber Esterification on Properties, Weather ability and Biodurability of Wood Plastic Composites. *Polymer Degradation and Stability*, 2013.
- [60] Gatenholm P., Felix J., Klason C., Kubat J. Cellulose-polymer composites with improved properties. In J.C Salamone and J.S Riffle, eds. *Contemporary topics in polymer science: Advances in new materials*, Plenum Press, New York, NY, 7, P.75-82, 1992.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- [61] Fabiyi J.S., McDonald A.G., Wolcott M.P., Englund K., (2006), Understanding the chemistry of wood plastic composites weathering. Progress in Wood and BioFibre Plastic Composites International Conference, Toronto, Canada, 01-02 May 2006.
- [62] H. H. Kausch, N. Heymans, C. J. Plummer, P. Decroly, *Matériaux polymères : Propriétés mécaniques et physiques Principe de mise en oeuvre*. Lausanne 2001.
- [63] Z. W. Guan et J. C. Boot, A method to predict triaxial residual stress in plastic pipes, *Polym. Eng. & Sci.*, Vol. 44, N° 10, 2004, pp. 1828-1838.
- [64] Marcovich.NE, Reboredo. MM, Aranguren.MI.: Modified woodflour as thermoset fillers: II. Thermal degradation of wood flours and composites. *Thermochim Acta*, 372, 45-47, (2001).
- [65] Bhaduri SK, Mathew A, Day MD, Pandey SN.: Thermal behavior of jute fibre and its components I. DSC studies. *Cellulose Chem Technol*, 28, 391 (1994).
- [66] ] P.C. Paris, F. Erdogan, A critical analysis of crack propagation laws, *Journal of Basic Engineering*, 85, pp. 528-534, 1963.
- [67] M. Lemaire, Approche probabiliste du dimensionnement, Modélisation de l'incertain et méthodes d'approximation, techniques de l'ingénieur, BM 5 004, pp. 1-13, 2012

# ANNEXE

---

## ANNEXE

---

### **Annexe 01 : Essai de traction**

Un essai de traction est une expérience de physique qui permet de mesurer le degré de résistance à la rupture d'un matériau quelconque.

Cet essai ou expérience consiste à placer une petite éprouvette du matériau à étudier entre les mâchoires d'une machine de traction qui tire sur la barre jusqu'à sa rupture.

On enregistre l'allongement et la force appliquée, que l'on convertit ensuite en l'allongement et la force appliquée, que l'on convertit ensuite en déformation et contrainte.

L'essai de traction donne des valeurs importantes :

- le module de Young  $E$ , ou module d'élasticité longitudinale.
- la limite d'élasticité  $R_e$  (Réversible).
- la limite à la rupture  $R_m$ .
- l'allongement à la rupture  $A$ , qui mesure la capacité d'un matériau à s'allonger sous charge avant sa rupture.

### **Annexe 02 : Module d'Young**

Le module d'Young ou module d'élasticité est la constante qui relie la contrainte de traction et la déformation pour un matériau élastique isotrope.

Le module d'Young est la contrainte mécanique qui engendrerait un allongement de 100 % de la longueur initiale d'un matériau (il doublerait donc de longueur), si l'on pouvait l'appliquer réellement : dans les faits, le matériau se déforme de façon permanente, ou se rompt, bien avant que cette valeur soit atteinte

- $E$  : module d'YOUNG ou module d'élasticité longitudinale (MPa).
- Le module d'YOUNG caractérise la raideur du matériau :
- $E$  élevé : matériau rigide ;
- $E$  faible : matériau souple.

Annexe 03 : Les graphes et tableaux suivants montrent les résultats obtenus lors d'essai de traction à l'entreprise PIPTECH.

➡ Eprouvette à 0% de charge de Bois Rouge.

# ANNEXE

TLG001



## tensile sport

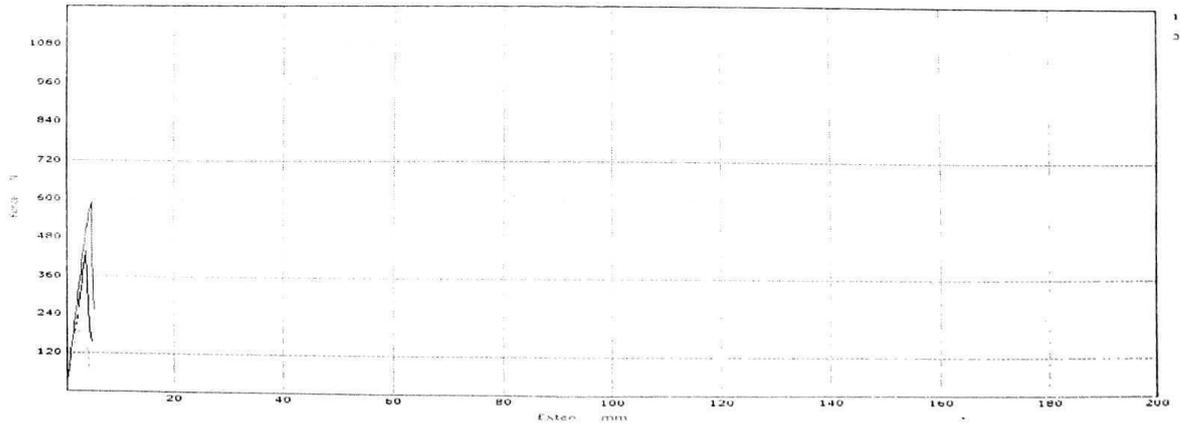
### Material Tensile Test Report

Test Type	traction	Operator	KENZA LOUGGANI
Mat. Name		Mat. Type	PEHD
Make Date	2021-06-09	Test For	MEMOIRE
Temp	23 °C	Humi	23 %
Lo	50 mm		

comment:

Num	Fmax N	Stress Max MPa	Lmax mm	E MPa	RFbreak MPa	Len At Fmax mm	Agt %	At %
1	588.88	8.75	5.07	209	3.79	4.57	5	10
2	188.42	3.20	4.25	202	1.29	2.25	2	9
3	435.20	6.75	4.64	222	2.38	3.47	3	9
4	333.12	5.25	3.64	188	2.62	2.98	3	7

Avg	386.40	6.00	4.40	205	2.52	3.32	3	9
Median	384.16	6.00	4.44	205	2.50	3.23	3	9
StdDev	168.74	2.35	0.61	14	1.03	0.97	1	1
CV %	43.7	39.4	13.8	6.9	40.7	29.3	29.3	13.8



assessor: \_\_\_\_\_ ratifier: \_\_\_\_\_ test person: \_\_\_\_\_

Printed in 06-09-2021

# ANNEXE

➔ Eprouvette à 10% de charge de Bois Rouge.

**TLG001**



## tensile sport

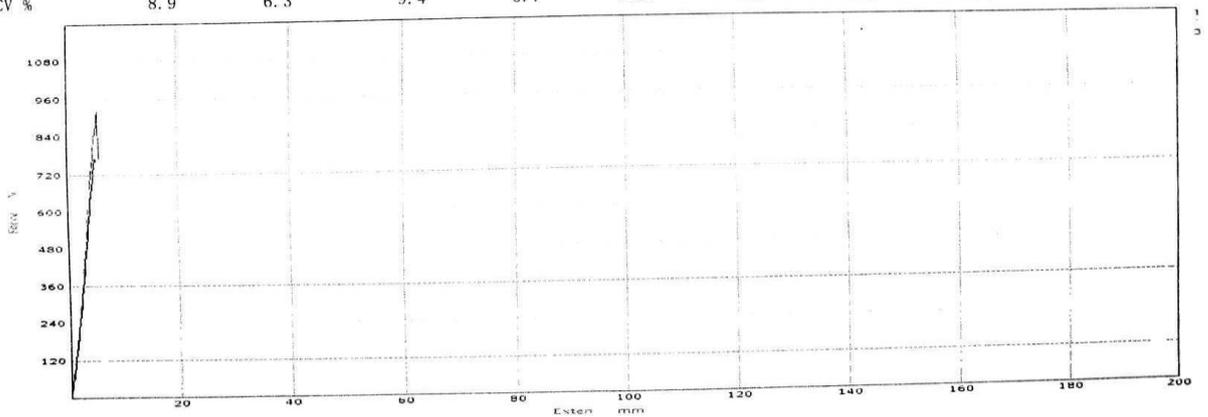
### Material Tensile Test Report

Test Type	traction	Operator	KENZA LOUGGANI
Mat. Name	//	Mat. Type	
Make Date	2021-06-02	Test For	MEMOIRE
Temp	23 °C	Humi	23 %
Lo	50 mm		

comment:

Num	Fmax N	Stress Max MPa	Lmax mm	E MPa	RFbreak MPa	Len At Fmax mm	Agt %	At %
1	921.24	13.10	5.75	276	10.97	5.58	6	11
2	855.64	14.65	6.36	309	13.90	6.03	6	13
3	769.98	13.15	5.28	287	13.10	5.11	5	11

Avg	848.96	13.65	5.80	291	12.66	5.57	6	12
Median	855.64	13.15	5.75	287	13.10	5.58	6	11
StdDev	75.86	0.85	0.54	16	1.51	0.46	0	1
CV %	8.9	6.3	9.4	5.7	12.0	8.2	8.2	9.4



assessor: \_\_\_\_\_

ratifier: \_\_\_\_\_

test person: \_\_\_\_\_

Printed in 06-02-2021

# ANNEXE

➤ Eprouvette à 15% de charge de Bois Rouge.

**TLG001**

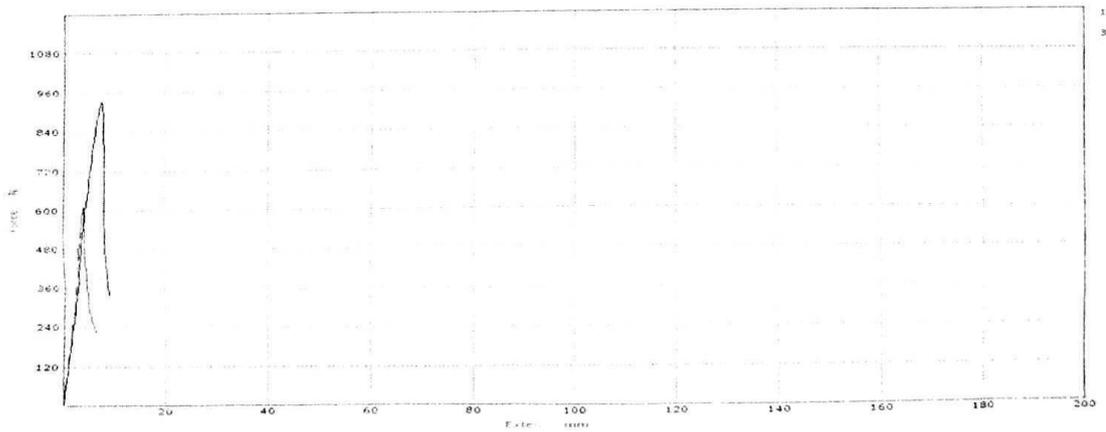
**tensile sport**  
**Material Tensile Test Report**

Test Type	traction		Operator	KENZA LOUGGANI	
Mat. Name	/		Mat. Type		
Make Date	2021-05-25		Test For	MEMOIRE	
Temp (°C)	23		Humi (%)	23	
Lo (mm)	50				

序号 No	Fmax N	Max MPa	Lmax mm	E MPa	最大变形 mm	Fmax mm	Ag %	At %
1	614.28	11.80	6.45	346	4.24	3.95	4	13
2	574.50	12.15	10.00	343	4.37	4.51	5	20
3	932.28	17.95	8.95	279	6.53	7.45	7	18

Avg	707.04	13.95	8.47	322	5.05	5.30	5	17
Median	614.28	12.15	8.95	343	4.37	4.51	5	18
StdDev	196.08	3.45	1.83	38	1.29	1.88	2	4
CV %	27.7	24.6	21.6	11.8	25.6	35.5	35.5	21.6



# ANNEXE

☉ Eprouvette à 20% de charge de Bois Rouge.



## tensile sport

**TLG001**

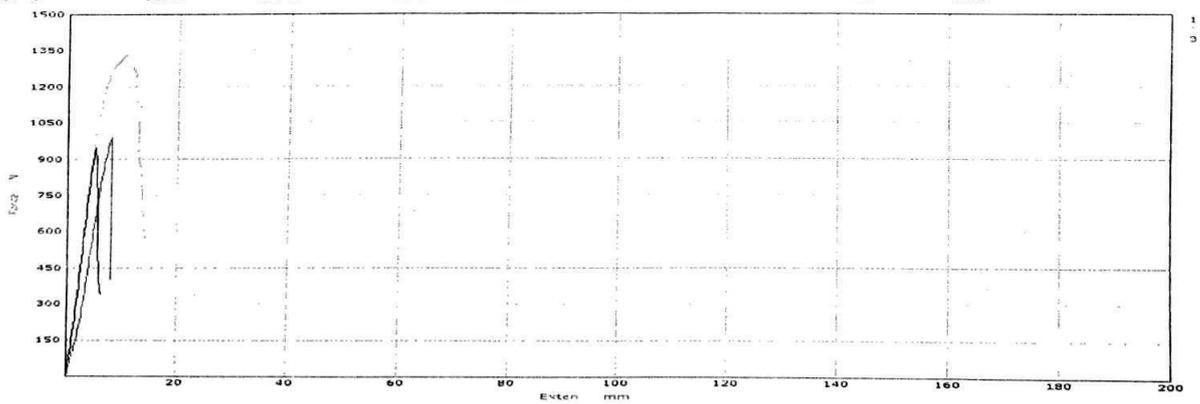
### Material Tensile Test Report

Test Type	traction	Operator	KENZA LOUGGANI
Mat. Name	//	Mat. Type	-
Make Date	2021-06-02	Test For	MEMOIRE
Temp	23 °C	Humi	23 %
Lo	50 mm		

comment:

Num	Fmax N	Stress Max MPa	Lmax mm	E MPa	RFbreak MPa	Len At Fmax mm	Agt %	At %
1	989.24	18.30	8.09	302	7.44	7.92	8	16
2	1323.16	21.95	14.48	348	8.08	10.32	10	29
3	946.92	15.70	6.15	369	5.69	5.15	5	12

Avg	1086.44	18.65	9.57	340	7.07	7.80	8	19
Median	989.24	18.30	8.09	348	7.44	7.92	8	16
StdDev	206.10	3.15	4.36	34	1.24	2.59	3	9
CV %	19.0	16.8	45.5	10.0	17.5	33.2	33.2	45.5



assessor: \_\_\_\_\_ ratifier: \_\_\_\_\_ test person: \_\_\_\_\_

Printed in 06-02-2021

## ANNEXE

**Annexe 04 : le tableau suivant donne les résultats obtenus lors du test de taux d'humidité.**

**Tableau 01 :** Résultats des pesées des échantillons avant et après le test de taux d'humidité.

Echantillons	Creuset vide (g)	Creuset + m <sub>0</sub> (g)	Creuset + reste du bois (g)
Bois Rouge	59.0286	61.0286	60.9368

**Annexe 05 : le tableau suivant donne les résultats obtenus lors du test de taux cendre.**

**Tableau 02 :** Résultats des pesées des échantillons avant et après le test de taux cendre.

Echantillons	Creuset vide (g)	Creuset + m <sub>0</sub> (g)	Creuset + reste du bois (g)
Bois Rouge	80.610	82.61	80.622

**Annexe 06 : le tableau suivant donne les résultats obtenus lors du test de MFI**

**Tableau 01 :** Résultats des échantillons 0% de charge de Bois Rouge du test MFI

Date: 2023-03-23

TEST REPORT  
test type: T-control  
TEMP: 190.00°C  
load: 05.000Kg  
average quality: 00.092g  
chop-time: 240.0s  
displacement: 30.00mm  
chop-times: 008  
MVR: 000.29cm<sup>3</sup>/10Min  
MFR: 000.23g/10Min  
density: 00.077g/cm<sup>3</sup>

## ANNEXE

**Tableau 02:** Résultats des échantillons 10% de charge de Bois Rouge du test MFI

Date:
TEST REPORT
test type: T-control
TEMP: 190.00°C
Load: 05.000Kg
average quality: 00.061g
chop-time: 240.0s
displacement: 30.00mm
chop-times: 011
MVR: 000.19cm <sup>3</sup> /10Min
MFR: 000.15g/10Min
density: 00.076g/cm <sup>3</sup>

**Tableau 03 :** Résultats des échantillons 15% de charge de Bois Rouge du test MFI

Date:
TEST REPORT
test type: T-control
TEMP: 190.00°C
Load: 05.000Kg
average quality: 00.029g
chop-time: 120.0s
displacement: 30.00mm
chop-times: 011
MVR: 000.18cm <sup>3</sup> /10Min
MFR: 000.14g/10Min
density: 00.076g/cm <sup>3</sup>

## ANNEXE

**Tableau 04 :** Résultats des échantillons 20% de charge de Bois Rouge du test MFI

Date:

```
TEST REPORT
test type: T-control
TEMP: 190.00°C
Load: 05.000Kg
average quality: 00.041g
chop-time: 240.0s
displacement: 30.00mm
chop-times: 001
MVR: 000.00cm³/10Min
MFR: 000.10g/10Min
density: 02.850g/cm³
```

**Annexe 07 :** le tableau suivant donne les résultats obtenus lors du test de densité

**Tableau 01 :** Résultats des pesées des échantillons 0% de charge de Bois Rouge du test densité

Essai	Masse dans l'air	Masse dans l'eau	Masse volumique
A	0.103	-0.0085	0.923
B	0.0945	-0.0080	0.990
C	0.0845	-0.0069	0.992

**Annexe 07:** le tableau suivant donne les résultats obtenus lors du test de densité

**Tableau 02 :** Résultats des pesées des échantillons 1 0% de charge de Bois Rouge du test densité

Essai	Masse dans l'air	Masse dans l'eau	Masse volumique
A	0.0593	-0.0057	0.911
B	0.0651	-0.0047	0.931
C	0.0606	-0.0024	0.961

## ANNEXE

---

**Annexe 07 : le tableau suivant donne les résultats obtenus lors du test de densité**

**Tableau 03 : Résultats des pesées des échantillons 15% de charge de Bois Rouge du test densité**

Essai	Masse dans l'air	Masse dans l'eau	Masse volumique
A	0.0298	-0.0017	0.945
B	0.0292	-0.0019	0.938
C	0.0290	-0.0019	0.937

**Annexe 07 : le tableau suivant donne les résultats obtenus lors du test de densité**

**Tableau 04 : Résultats des pesées des échantillons 20% de charge de Bois Rouge du test densité**

Essai	Masse dans l'air	Masse dans l'eau	Masse volumique
A	0.0290	-0.0023	0.926
B	0.0315	-0.0018	0.945
C	0.0317	-0.0020	0.940