



**Centre d'Études doctorales : Sciences et Techniques de l'Ingénieur**

N° d'ordre : 31/2020

**THESE DE DOCTORAT**

**Présentée par**

**Mr : HAMMANI OTHMANE**

**Discipline : Chimie**

**Spécialité : Sciences et Génie des Matériaux et des Procédés**

**Sujet de la thèse :** Élaboration d'un nouveau matériau composite à matrice PEHD et charge bois et étude de son comportement mécanique et morphologique

**Formation doctorale :** Sciences de l'Ingénieur, Sciences Physiques, Mathématiques et Informatique.

**Thèse présentée et soutenue le 19/03/2019 devant le jury composé de :**

Nom Prénom	Titre	Établissement	
RAHMOUNE Miloud	PES	Université Moulay Ismail	Président
DEROUICHE Abdelali	PES	Université HASSAN II	Rapporteur
KABIRI Moulay Rachid	PES	Université Moulay Ismail	Rapporteur
EL GOURI Mustapha	PH	Université Sidi Mohamed Ben Abdellah	Rapporteur
JAMIL Abdelmajid	PES	Université Sidi Mohamed Ben Abdellah	Examineur
MEJBAR Fatiha	PH	Université Sidi Mohamed Ben Abdellah	Examineur
MOURAD Youssef	PES	Université Sidi Mohamed Ben Abdellah	Directeur de thèse

**Laboratoire d'accueil :** Technologie et Services Industriels

**Établissement :** École Supérieure de Technologie de Fès

*À mes parents,*

*À ma femme*

*À mon frère,*

*À ma sœur,*

*À ma petite fille,*

*Veillez trouver dans ce travail l'expression de mon  
affection.*

# Remerciements

Les recherches qui ont fait l'objet de cette thèse de doctorat ont été réalisées au Laboratoire Technologie et Services Industriels de l'École Supérieure de Technologie de Fès l'Université Sidi Mohamed Ben Abdellah sous la direction du Professeur **Youssef MOURAD**.

Je tiens à exprimer mes sincères reconnaissances à mon directeur de thèse, Professeur **Youssef MOURAD**, de l'École Supérieure de Technologie de l'Université Sidi Mohamed Ben Abdellah de Fès, d'avoir accepté mon intégration au sein de son équipe et de m'encadrer durant tout le processus d'élaboration de ce travail et dont la disponibilité, le savoir-faire et le soutien ne m'ont jamais fait défaut. Je le remercie également de ses précieux conseils, sa rigueur scientifique, sa disponibilité et aussi de sa confiance dont il m'a honoré tout au long de ces années de travail.

Je remercie chaleureusement Monsieur le Professeur **Abdelmajid JAMIL** Enseignant-chercheur à l'École Supérieure de Technologie de l'Université Sidi Mohamed Ben Abdellah pour le grand intérêt qu'il a accordé à mes travaux, et ses efforts et encouragements pour lesquels ce travail a abouti.

Je tiens également à remercier les membres du jury de thèse pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail, à sa lecture et au jugement de sa valeur scientifique : Monsieur **Miloud RAHMOUNE**, Professeur à l'Université Moulay Ismail de Meknès, qui m'a fait l'honneur de présider ce jury ; monsieur **Abdelali DEROUICHE**, Professeur à l'Université HASSAN II de Casablanca, Monsieur **Moulay Rachid KABIRI** Professeur à l'Université Moulay Ismail de Meknès et Monsieur **Mustapha EL GOURI**, Professeur de l'Université Sidi Mohamed Ben Abdellah de Fès, qui ont bien voulu mobiliser leur temps et leurs compétences en qualité de rapporteurs de ce travail de thèse ; madame **Fatiha MEJBAR**, Professeur de l'Université Sidi Mohamed Ben Abdellah de Fès, de bien vouloir enrichir le débat en examinant ce manuscrit.

Un grand merci à **Mouad OUAFI**, Docteur de l'Université Mohamed V de Rabat, et **Abdesslam SALLAK**, Cadre au Centre National pour la Recherche Scientifique de Rabat, pour leurs contributions scientifiques dans ce travail.

Toute ma gratitude et mes remerciements vont à ma famille, je remercie ma femme, ma mère, ma fille, ma sœur et mon frère pour leur soutien inconditionnel.

# Résumé

Les composites constitués de charges naturelles et d'une matrice thermoplastique ont pris un essor considérable ces dernières années. En effet, ces matériaux ont plusieurs avantages par rapport aux charges minérales : faible masse volumique, faible coût, abrasion moindre, réduction de la casse des fibres lors de la mise en forme. Ils sont également non toxiques, recyclables et abondants, et des applications potentielles de ces composites se trouvent dans les domaines des matériaux d'emballage, de construction, des meubles et de l'automobile.

Dans cette étude de recherche, on envisage la valorisation de la sciure de bois issue du cèdre de l'Atlas marocain en élaborant un matériau composite à matrice Polyéthylène Haute Densité (PEHD) et renfort Cèdre de l'Atlas. Nous étudierons aussi l'évolution de quelques propriétés morphologiques et mécaniques en fonction de plusieurs paramètres à l'aide de plusieurs techniques de caractérisation comme la Microscopie Electronique à Balayage (MEB) et les essais de caractérisations mécaniques.

Les essais de traction des composites établis à partir de sciure de bois dans une matrice de PEHD ont été réalisés ; cinq concentrations massiques et trois grades de taille ont été étudiés, avec la présence d'un agent de couplage (polyéthylène greffé anhydride maléique, PE-g-MA), ce qui a permis d'obtenir une meilleure adhésion entre les deux constituants ; ces résultats ont été confirmés par les résultats de l'imagerie électronique à balayage.

La présence de sciure dans la matrice polymérique modifie considérablement ses propriétés mécaniques, car si le composite perd en ductilité et en ténacité, mais sa rigidité augmente. La résistance à la traction est inférieure à celle obtenue avec le polymère seul.

Les meilleures propriétés mécaniques ont été obtenues avec la sciure plus fine qui peut être assimilée à du parquet ; pour la teneur de 5 % la résistance à la traction la plus élevée a été observée, et pour une teneur de 20 %, le module d'Young le plus élevé a été enregistré.

Cette étude a été finalisée par l'application de ces résultats sur une plateforme qui opère dans le domaine de l'industrie de plasturgie, permettant un gain économique très important.

# Abstract

Composites made of natural fillers and a thermoplastic matrix have grown considerably in recent years, these materials have several advantages over mineral fillers: low density, low cost, less abrasion, reduction in fiber breakage during shaping, They are also non-toxic, recyclable and plentiful, potential applications of these composites are in the fields of packaging materials, construction, furniture and automotive.

In this research study, we consider enhancing the Moroccan Atlas Cedar by elaborating a composite material with PEHD matrix and Atlas cedar reinforcement, and then we will study the evolution of some mechanical and morphological properties according to several parameters using several characterization techniques such as scanning electron microscopy (SEM) and mechanical characterization tests.

Tensile tests of composites made from sawdust in a HDPE matrix have been carried out; five mass concentrations and three size grades were studied, with the presence of a coupling agent (polyethylene grafted maleic anhydride, PE-g-MA), which allows better adhesion between the two constituents, which is confirmed by scanning electron imaging results.

The presence of sawdust in the polymer matrix considerably modifies its mechanical properties, the composite loses ductility and toughness, but its rigidity increases. The tensile strength is lower than that obtained with the only polymer.

The best mechanical properties have been obtained with the finer sawdust which can be likened to parquet. It was for the 5% content that the highest tensile strength was observed and for a 20% content that the highest Young's modulus was recorded.

This study was finalized by applying these results to a plastics industry, which gave a very significant economic benefit.

# Table des matières

Remerciements .....	ii
Résumé .....	iii
Liste des tableaux .....	ix
Liste des figures .....	x
Introduction générale.....	1
Chapitre I : Revue bibliographique .....	4
I.1 Introduction .....	4
I.2 Généralités sur les matériaux composites .....	4
I.2.1 Introduction .....	4
I.2.2 Définitions et classifications des matériaux composites .....	7
I.2.3 Matériaux composites comparés aux matériaux conventionnels .....	10
I.2.4 Quelques problèmes liés aux matériaux composites.....	12
I.3 Matériaux composites Bois-polymère.....	12
I.3.1 Introduction .....	12
I.3.2 Matériau Bois-Plastique .....	13
I.3.3 Fibres végétales .....	14
I.3.3.1 Propriétés mécaniques .....	19
I.3.4 Composite Bois-Plastique et industrie automobile .....	21
I.4 Conclusion.....	24
Chapitre II : Les fibres de bois et les Polymères .....	25
II.1 Introduction .....	25
II.2 Polymères .....	25
II.2.1 Historique .....	25
II.2.2 Définitions et classifications .....	28
II.2.3 Identifications des plastiques .....	30

II.2.4	Matières premières et production des polymères .....	32
II.2.5	Chimie des polymères .....	36
II.2.5.1	Polymérisation .....	36
II.2.5.1.1	Représentation schématique de la polymérisation .....	36
II.2.5.1.2	Polymère radicalaire .....	37
II.2.5.2	Degré de polymérisation et masse moléculaire .....	38
II.2.5.2.1	Polymère linéaire .....	39
II.2.5.2.2	Polymère ramifié.....	40
II.2.5.2.3	Polymère réticulé .....	40
II.2.5.2.4	Polymère amorphe et polymère cristallisé.....	41
II.2.5.3	Structures et propriétés .....	42
II.2.5.3.1	Polymères thermoplastiques, thermodurcissables .....	42
II.2.5.3.2	Cas particulier de la famille des résines acryliques .....	42
II.2.6	Polyéthylène Haute Densité .....	45
II.3	Bois.....	46
II.3.1	Structure et propriétés mécaniques du bois.....	46
II.3.1.1	Point de vue macroscopique .....	48
II.3.1.2	Point de vue microscopique .....	49
II.3.1.3	Chimie du bois .....	51
II.3.1.4	Propriétés mécaniques du bois.....	53
II.3.2	Cèdre de l'Atlas.....	54
II.3.2.1	Biogéographie .....	54
II.3.2.2	Description.....	55
II.3.2.2.1	Structure chimique .....	57
II.3.2.2.2	Caractéristiques mécaniques.....	58
II.4	Conclusion.....	58
Chapitre III	: Procédés de mise en œuvre des matériaux biocomposites .....	59

III.1	Introduction .....	59
III.2	Extrusion .....	59
III.2.1	Descriptions du procédé d'extrusion.....	59
III.2.2	Usure et rétention des fibres pendant la préparation par extrusion .....	65
III.3	Injection.....	69
III.3.1	Descriptions du procédé d'injection.....	69
III.4	Conclusion.....	76
Chapitre IV	: Techniques de caractérisation des matériaux composites .....	77
IV.1	Introduction .....	77
IV.2	Généralité sur les tests mécaniques .....	77
IV.3	Test de traction .....	80
IV.4	Techniques de caractérisation .....	81
IV.4.1	MEB .....	81
IV.4.2	FTIR .....	83
IV.5	Conclusion.....	86
Chapitre V	:.....	87
Introduction de la sciure de bois issue du Cèdre de l'Atlas comme charge dans une matrice PEHD ; Étude du comportement mécanique et morphologique du nouveau matériau.....		87
V.1	Introduction .....	87
V.2	Matériel et méthode.....	87
V.2.1	Matériaux .....	87
V.2.2	Procédé de mis en œuvre.....	89
V.2.3	Tests de traction .....	91
V.3	Résultats et discussions .....	92
V.3.1	Effet de l'agent de couplage.....	92
V.3.2	Morphologie du composite.....	93
V.3.3	Propriétés mécaniques.....	95



V.4	Extrapolation à l'échelle industrielle.....	101
V.4.1	Présentation de l'entreprise GFIAE .....	101
V.4.2	Procédé de fabrication .....	102
V.4.3	Application .....	103
V.4.3.1	Étude technique.....	103
V.4.3.2	Estimation du gain économique prévisible .....	105
V.5	Conclusion.....	106
	Conclusion générale et perspective .....	107

## Liste des tableaux

Tableau I-1 : Affiche de classification des matériaux composites.....	8
Tableau I-2 : Classification des matériaux microcomposites.....	9
Tableau I-3 : Applications des matériaux composites renforcés de fibres à base de plastique	11
Tableau I-4 : Comparaison de certaines valeurs typiques des propriétés des matériaux d'ingénierie.....	11
Tableau I-5 : Liste des fibres végétales importantes .....	15
Tableau I-6 : Comparaison entre les propriétés mécaniques des fibres végétales et des polymères conventionnels .....	20
Tableau II-1 : Développement des polymères.....	26
Tableau II-2 : Les prix Nobel dans le domaine des polymères [63] .....	27
Tableau II-3 : Les polymères majeurs .....	29
Tableau II-4 : Quelques propriétés thermophysiques du PEHD .....	46
Tableau II-5 : Composition chimique du bois.....	53
Tableau II-6 : Aire de présence du Cèdre en Afrique du Nord .....	55
Tableau II-7 : Quelques caractéristiques mécaniques du Cèdre de l'Atlas.....	58
Tableau III-1 L'effet des conditions du moulage par injection sur l'attrition des fibres .....	74
Tableau III-2 Longueur des fibres avant et après le moulage par injection .....	75
Tableau V-1 : Propriétés mécaniques des composites à sciure fine.....	95
Tableau V-2 : Propriétés mécaniques des composites à sciure moyenne .....	96
Tableau V-3 : Propriétés mécaniques des composites à sciure grossière .....	96
Tableau V-4 : Gamme des principaux produits GFIAE avec dimensions .....	101
Tableau V-5 : Caisses Olives/Primeurs et ses caractéristiques (Réf. COP).....	102
Tableau V-6 : Les différentes contraintes à notre projet et solutions.....	104

# Liste des figures

Figure I-1 Dessin montrant des fibres naturelles dispersées dans une matrice polymère pouvant être utilisées dans l'industrie automobile .....	7
Figure I-2 Mécanisme d'agent de couplage entre la fibre hydrophile et le polymère à matrice hydrophobe.....	18
Figure I-3 Utilisations des biocomposites dans les différents domaines de l'industrie .....	21
Figure II-1 Identifications des matières plastiques .....	30
Figure II-2 : Fabrication de produits à base de polymères .....	33
Figure II-3 : Organisation de l'industrie plastique .....	34
Figure II-4 : Consommation mondiale du plastique par rapport au fer et à l'acier [68] .....	35
Figure II-5 Représentation schématique d'un monomère (éthylène en blanc, acide acrylique en orange, maléique en jaune).....	37
Figure II-6 Représentation schématique de la polymérisation radicalaire d'un copolymère d'acide acrylique (billes oranges) et méthacrylique (billes jaunes). .....	38
FigureII-7 Distribution des masses moléculaires d'un polymère poly-dispersé .....	39
Figure II-8 polymères linéaires (a: homopolymère, b : copolymère statistique, c : copolymère alterné, d : copolymère séquencé) .....	40
Figure II-9 Homopolymère ramifié (a) et copolymère ramifié (b) .....	40
Figure II-10 Polymère réticulé avec ponts di-sulfure reliant deux chaînes.....	41
Figure II-11 Représentation schématique d'un polymère semi-cristallisé.....	41
Figure II-12 Acide acrylique (a), acide méthacrylique (b) et méthacrylate de méthyle (c) .....	43
Figure II-13 Polymérisation radicalaire du méthacrylate de méthyle .....	43
Figure II-14 Représentation schématique du monomère de Bowen .....	45
Figure II-15 : Différentes parties de l'arbre .....	47
Figure II-16 : Structure du bois .....	48
Figure II-17 : Coupe d'une grume montrant les différentes couches et plans du bois[79] .....	49

Figure II-18 : Représentation schématique d'une cellule de bois de printemps et d'une cellule de bois d'été. La longueur des cellules est environ 100 fois plus grande que leur largeur[79]	50
Figure II-19 : Schéma éclaté montrant la paroi des cellules unitaires de bois	51
Figure II-20 : Composition chimique de la cellulose, l'hémicellulose et de la lignine [81]....	52
Figure II-21 : Répartition géographique du Cèdre de l'Atlas	55
Figure II-22 : Arbre de CedrusAtlantica à Azrou	56
Figure II-23 : Teneur des composants chimiques dans le bois du cèdre	57
Figure III-1 : Procédé utilisé pour la mise en œuvre du composite	59
Figure III-2 : Vis à un vol (A). Vis à deux vols (B). Vis à 3 vols (C)[99]	60
Figure III-3 : Sens avant (droitier) et arrière (Gaucher) de la vis d'extrusion [99]	61
III-4 Nombres moyens de longueurs de fibre pour le verre SPS à 40 % en poids pour les trois différentes conceptions de vis	63
Figure III-5 : Les trois conceptions de section de mélange (GME : GearMixingElement. LHE : LeftHundredScrew) [100]	64
Figure III-6 : Granules produites par la technique d'extrusion	64
FigureIII-7 Zones de la vis pour l'analyse de la distribution des longueurs des fibres	66
FigureIII-8 Fraction volumique maximale des fibres en fonction du ratio aspect fibre	68
Figure III-9 : Une extrudeuse à vis plastifiante typique montrant les emplacements des zones[102]	70
Figure III-10 : Les trois parties mécaniques de base du processus de moulage par injection[101]	71
Figure III-11 : Pièces produites par la presse à injecterUsure et rétention des fibres pendant la préparation par injection	72
Figure IV-1 : Les différentes sollicitations mécaniques	79
Figure IV-2 : Essais mécaniques, instantanés et à long terme[103]	79
Figure IV-3 : Allure générale de la courbe contrainte-déformation	80
Figure IV-4 : Microscope électronique à balayage QUATTRO S FEI[104]	82
Figure IV-5 : Schéma du principe d'un microscope électronique à balayage[104]	83
Figure IV-6 : Spectromètre FTIR Nicolet iS50	84
Figure IV-7 : Schéma principe d'un Spectromètre FTIR	85
Figure V-1 Spectre infrarouge relatif à la sciure de Cèdre de l'Atlas	88
Figure V-2 Spectre Infrarouge relatif au PEHD	89

Figure V-3 : Les trois tailles des sciures de bois Cèdre utilisées (a) <math><125 \mu\text{m}</math>, (b) <math>125 \ll 200 \mu\text{m}</math>, (c) <math>200 \ll 335 \mu\text{m}</math>.....	89
Figure V-4 : Distribution de taille de sciure fine de Cedrus-Atlantica .....	90
Figure V-5 : Extrudeuse .....	91
Figure V-6 : Presse à injecter .....	91
Figure V-7 : Échantillons du matériau composite Cèdre de l'Atlas – PEHD avec différentes teneurs et tailles en bois .....	92
Figure V-8 : Les dimensions de l'éprouvette d'essai.....	92
Figure V-9 : Images au MEB obtenues à partir de la surface cryofracturée des composites : (a) sans agent de couplage (b) avec 3 % de polyéthylène haute densité greffé d'anhydride maléique .....	93
Figure V-10 : Images au MEB obtenues à partir de la surface cryofracturée des composites : (a) 5 % de sciure fine ; (b) 20 % de sciure fine ; (c) 5 % de sciure grossière ; et (d) 20 % de sciure grossière.....	94
Figure V-11 : Courbes des contraintes déformations des composites CedrusAtlantica-PEHD .....	95
Figure V-12 : Module d'Young en fonction du pourcentage en sciure avec trois granulométries différentes.....	97
Figure V-13 : Résistance à la traction en fonction du pourcentage en sciure avec trois granulométries différentes.....	98
Figure V-14 : Limite d'élasticité en fonction du pourcentage en sciure avec trois granulométries différentes.....	99
Figure V-15 : Ténacité en fonction du pourcentage en sciure avec trois granulométries différentes.....	100
Figure V-16 : Contrainte à la rupture en fonction du pourcentage en sciure avec trois granulométries différentes.....	100
Figure V-17 : Procédé de fabrication utilisé par GFIAE .....	102
Figure V-18 : Point de faiblesse de la caisse sollicité par le banc d'essai .....	103
Figure V-19 : Procédé modifié qui montre l'insertion de l'étape d'ajout de la sciure.....	105

## Introduction générale

Le recyclage des déchets touche plusieurs domaines d'intérêt tels que la protection de l'environnement, l'industrie, l'économie et la société ; il est donc un acteur essentiel du développement durable [1].

Depuis plus d'une décennie, les composites à matrice thermoplastique ont connu un développement industriel important et ont suscité de grands intérêts pour la recherche fondamentale [2][3]. Les applications potentielles de ces composites sont dans les domaines des matériaux de construction, du meuble de l'industrie automobile et bien d'autres. [4]

En raison des prix élevés des produits pétroliers [2],[5], les composites constitués de matrice en polymères et de renfort en fibres synthétiques, comme la fibre de carbone et la fibre de verre, ont attiré l'intérêt des industriels, en raison de leurs excellentes performances mécaniques [6]. Néanmoins, ce type de renfort étant non dégradable et peu recyclable, il représente un impact significatif sur l'environnement [7]. Ainsi, de nombreux efforts ont été fournis par les chercheurs pour développer des composites polymères à fibres naturelles, dont plusieurs types de charges naturelles ont été étudiés, en raison de leurs nombreux avantages : respect de l'environnement [8], faible coût, faible densité, résistance spécifique plus élevée, et module d'élasticité supérieur [3]. Si Ayrimis et al. [9] ont fait des recherches concernant l'utilisation potentielle du bois usé dans les composites thermoplastiques en tant que charge de renforcement, Istrate et al. [10] ont étudié la structure et les propriétés de l'argile dans des composites de plastiques recyclés.

Un grand intérêt des recherches avait été focalisé sur les effets de l'introduction du bois dans les polymères comme renfort sur les propriétés physiques des composites. À ce propos, Migneault et al. [11] ont étudié l'effet de l'origine, de la proportion et de la composition chimique des fibres sur les propriétés mécaniques et physiques des composites bois-plastique ; ils ont constaté que la résistance mécanique augmentait avec l'augmentation de la proportion de fibres. Bouafif et al. [12] ont étudié les effets des caractéristiques des fibres sur les propriétés physiques et mécaniques des composites bois-plastique ; ils ont démontré que le module d'élasticité en flexion affichait une augmentation régulière avec l'augmentation de la taille des particules. Enfin, Yang et al. [13] ont travaillé sur l'optimisation de la composition des matériaux pour améliorer les propriétés physiques des composites bois-plastique ; ils ont prouvé que les composites plastique-bois fabriqués avec des particules de farine de bois plus fines offraient des performances physiques et mécaniques supérieures.

Il existe plusieurs techniques de fabrication de ces matériaux composites telles que le moulage par injection et l'extrusion [14]. Les charges sont présentes dans le composite sous forme de fibres [15], sous forme de farine [16] ou sous forme de sciure de bois [17], en dimension suffisamment fine pour permettre une mise en forme par des procédés standards, comme l'extrusion [13] ou le moulage par injection [2].

Cependant, il existe une incompatibilité entre le renfort (bois) qui est hydrophile et la matrice thermoplastique qui est hydrophobe, ce qui se traduit par une faible jonction entre les deux phases, des difficultés pour obtenir un mélange homogène et un problème d'agglomération du bois et des propriétés mécaniques décevantes [18].

Une amélioration de la résistance mécanique nécessite une meilleure liaison entre les composés du composite. Elle peut être obtenue par une modification chimique de la surface du bois ou de la matrice [15], ou par l'ajout d'un agent de couplage dont le rôle est d'établir un pont entre les composés. De plus, cet agent joue également le rôle d'agent dispersant et facilite largement l'obtention d'un mélange homogène à l'état fondu [19].

Les propriétés mécaniques finales des composites Bois-polymères dépendent des propriétés de la matrice et du renfort, de la concentration du renfort [13], de sa géométrie, de la concentration de l'agent de couplage [18], ainsi que des conditions de fabrication [20]. L'efficacité du mélange est nécessaire pour assurer une bonne dispersion du bois dans la matrice [20]. Un mélange fin des constituants peut être obtenu par un procédé de fabrication pratique [19],[21].

Le but de cette étude est de valoriser la sciure de bois issue du *Cedrus Atlantica* Marocain en l'introduisant comme renfort dans une matrice de Polyéthylène Haute Densité. Des avantages : son abondance dans la nature et son faible impact sur l'environnement, car cette sciure est naturelle et biodégradable. La présence du Cèdre de l'Atlas est d'une importance inégale en Afrique du Nord, notamment au Maroc, avec 130 000 ha dans l'Atlas marocain et 15 000 ha dans le Rif [22]. Par ailleurs, la filière bois a une importance économique considérable pour le Maroc (plus de 300 000 m<sup>3</sup>/an) [23], et cette activité génère une quantité colossale de sciure de bois, ce qui représente 10 % du volume de bois transformé par les scieries [23] ; cela signifie qu'un minimum de 30 000 m<sup>3</sup> de sciure de bois est généré au Maroc chaque année. Les déchets des scieries peuvent trouver des débouchés dans les industries de trituration (pâte à papier, panneaux de particules). Cependant, la plupart des résidus sont traditionnellement utilisés comme combustible, agents de nettoyage du bâtiment

industriel, litière pour la volaille ou le bétail [23]. Les effets du taux et de la granulométrie de la sciure sur les propriétés mécaniques et morphologiques du composite Cedar-PEHD ont été étudiés dans notre mémoire. En outre, ce travail a été aussi orienté vers l'extrapolation à l'industrie de fabrication de caisse en plastique, avec l'introduction du Cèdre de l'Atlas comme renfort dans le produit constitué principalement le PEHD qui est envisagé.

Ce mémoire est composé de quatre chapitres :

Le premier chapitre constitue une revue bibliographique sur les matériaux composites d'une manière générale, sur la globalité des matériaux co-composites et les composites à matrice thermoplastique renforcés en bois.

Dans le deuxième chapitre, une recherche bibliographique détaillée a été faite sur le bois et les polymères qui constituent respectivement le renfort et la matrice de notre matériau. Nous y donnerons des définitions, des classifications, et évoquerons les structures chimiques et des propriétés mécaniques de chaque composant du matériau Cèdre de l'Atlas-PEHD.

Le troisième chapitre est consacré à la description des procédés de mise en œuvre des matériaux composites d'une manière générale avec des aperçus de la littérature évoquant certains obstacles techniques dans la fabrication des matériaux composites et les optimisations de la condition opératoire.

Le Quatrième chapitre présentera les techniques expérimentales utilisées dans ce travail.

Le dernier chapitre constitue l'étude expérimentale de l'introduction de la sciure du Cèdre de l'Atlas comme renfort dans une matrice de PEHD, l'étude du comportement mécanique et morphologique de ce nouveau matériau, et aussi l'étude de l'application des résultats obtenus dans le domaine industriel.



# **Chapitre I : Revue bibliographique**

## **I.1 Introduction**

Ce chapitre a pour but de présenter une synthèse bibliographique divisée en deux parties.

Dans la première partie, nous délivrerons des généralités sur les matériaux composites, c'est-à-dire des définitions et différentes classifications des matériaux composites, mais aussi des points de comparaisons entre matériaux composites et matériaux conventionnels et un décryptage des différents problèmes liés aux matériaux composites.

La seconde partie sera consacrée au matériau composite bois-plastique, en présentant les différents aspects théoriques et pratiques liés à ce type de matériau, tout en nous situant vis-à-vis de la littérature dans ce contexte. De surcroît, l'application des matériaux bois-polymères à l'industrie automobile fera l'objet de la dernière tranche de cette partie.

La partie bibliographie qui rassemble les données qui nous ont été nécessaires pour entamer les travaux de ce manuscrit.

## **I.2 Généralités sur les matériaux composites**

### **I.2.1 Introduction**

De nombreux composites utilisés aujourd'hui sont à la pointe de la technologie des matériaux, avec des performances et des coûts appropriés pour des applications de haut niveau telles que les engins spatiaux. Notons que la nature utilise des matériaux hétérogènes combinant les meilleurs aspects de constituants différents depuis des millions d'années. De nos jours, les composites biosourcés sont des matériaux privilégiés qui présentent un bon compromis entre performance finale et propriétés respectueuses de l'environnement.

Les composites ont émergé comme une classe précieuse de matériaux d'ingénierie, car ils offrent de nombreux attributs inaccessibles avec d'autres matériaux. Leurs poids légers associés à des caractéristiques de rigidité élevées et à des propriétés sélectionnables ont favorisé leur utilisation pendant de nombreuses années dans les satellites, les avions de hautes performances, les voiliers de classe mondiale et même les sous-marins.[24],[25]

Les composites structurels conventionnels sont des mélanges de deux ou plusieurs composants dont l'un est constitué de fibres longues et rigides l'autre agissant comme un liant ou une matrice qui maintient les fibres en place. Les fibres sont solides et rigides par rapport à la matrice et sont généralement anisotropes (ayant des propriétés différentes dans des directions différentes). La résistance et la rigidité des fibres sont généralement beaucoup plus importantes, souvent plusieurs fois plus résistantes et rigides que le matériau de la matrice[26].

Le matériau de matrice peut être polymère (par exemple, résines de polyester, époxydes), métallique, céramique ou carbone. Lorsque la fibre et la matrice sont jointes pour former un composite, elles conservent leurs identités individuelles et influencent directement les propriétés finales du composite dont la construction implique des couches de fibres et une matrice empilées pour obtenir les propriétés souhaitées dans une ou plusieurs directions[27][28][29].

Un composite peut être adapté pour que la dépendance directionnelle de la résistance et de la rigidité corresponde à celle de l'environnement de chargement. Pour ce faire, les couches de matériau unidirectionnel sont orientées pour répondre aux exigences de charge [30]. Ces couches (ou nappes) contiennent des fibres et une matrice. En raison de l'utilisation de couches directionnelles, les propriétés de traction, de flexion et de cisaillement d'une structure peuvent être dissociées les unes des autres dans une certaine mesure. Par exemple, le cisaillement peut être modifié sans changer la rigidité de la flexion ou de la traction[31].

Les fibres peuvent être classées selon la structure, le diamètre (ou la largeur de la section transversale) et la longueur. En général, un matériau est classé comme une fibre, si son diamètre ou sa largeur en coupe transversale est inférieur à 0,025 4 m et son rapport d'aspect (longueur/diamètre) est supérieur à 10. La plupart des fibres commerciales répondent facilement à ces exigences. Une fibre est appelée moustache si sa microstructure est principalement un monocristal[32].

Les fibres ou les moustaches peuvent être classées comme continues ou discontinues. Les fibres continues peuvent être fabriquées à des longueurs indéfinies[28],[33]. Les fibres discontinues peuvent être coupées à partir de fibres continues ou de fibres courtes ; elles sont appelées agrafes dans ce cas[28],[33]. Les moustaches discontinues sont fabriquées à une longueur définie dans le traitement par lots, tandis que des moustaches continues sont produites par des processus de fusion comme la technique de la zone flottante chauffée au

laser. Pour résumer, les types de fibres sont continus (longueur indéfinie), moustaches continues (monocristal, longueur indéfinie), discontinues (continu haché ou discontinu) et moustaches discontinues (monocristal, longueur définie)[26].

Si les fibres parallèles et continues sont combinées avec une matrice appropriée et durcies correctement, des propriétés composites unidirectionnelles seront obtenues [11], [34]. Les fonctions et les exigences de la matrice sont importantes pour un composite efficace, Figure 1 [35].

Ainsi, une matrice idéale :

- Maintiens les fibres de la structure en place,
- Aide à répartir ou transférer les charges,
- Protège les filaments de la structure avant et pendant la fabrication,
- Contrôle les propriétés électriques et chimiques du composite,
- Minimise l'absorption d'humidité,
- Présente un faible retrait,
- Mouille et adhère à la fibre,
- A un faible coefficient de dilatation thermique,
- Doit coulé pour pénétrer dans les faisceaux de fibres,
- Élimine complètement les vides pendant le compactage et le durcissement,
- Détient une résistance, un module et un allongement raisonnables (l'allongement doit être supérieur à la longueur de la fibre),
- Doit être élastique pour transférer la charge sur les fibres,
- Bénéficie d'une bonne résistance à des températures élevées (selon l'application),
- Possède une capacité à basse température (selon l'application),
- Bénéficie d'une excellente résistance chimique (selon l'application),
- Peut être facilement transformé en forme composite finale,

- Possède une stabilité dimensionnelle (maintiens sa forme).

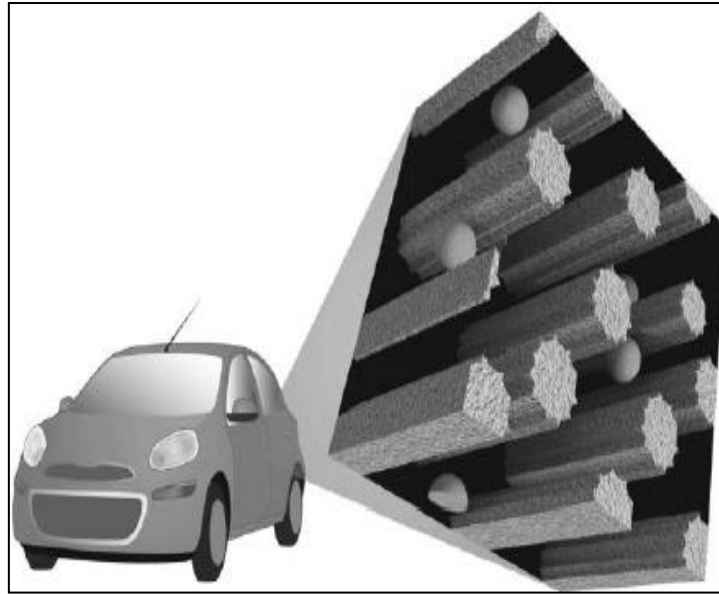


Figure I-1 Dessin montrant des fibres naturelles dispersées dans une matrice polymère pouvant être utilisées dans l'industrie automobile

### I.2.2 Définitions et classifications des matériaux composites

Les matériaux composites sont des matériaux d'ingénierie fabriqués à partir de deux ou plusieurs matériaux constitutifs, avec des propriétés physiques ou chimiques significativement différentes, mais qui restent séparés et distincts à un niveau macroscopique dans la structure finie [36].

Les matériaux composites ont été classés de plusieurs façons selon les idées et les concepts qui doivent être identifiés. Une classification utile et globale est présentée dans le tableau I-1 avec quelques exemples. La plupart des matériaux d'origine naturelle tirent leurs superbes propriétés d'une combinaison de deux ou plusieurs composants qui peuvent être facilement distingués lorsqu'ils sont examinés au microscope optique ou électronique. Par exemple, de nombreux tissus dans le corps, qui ont une résistance élevée combinée à une énorme flexibilité, sont constitués de fibres rigides comme le collagène intégré dans une matrice de rigidité plus faible. Les fibres sont alignées de manière à fournir une rigidité maximale dans le sens de charges élevées ; elles sont également capables de glisser les uns contre les autres afin que le tissu soit très flexible. De même, un examen microscopique du bois et du bambou révèle une structure fibrillaire prononcée qui est très apparente chez le bambou lorsqu'il est fracturé. Il n'est pas surprenant que le bambou ait été appelé « fibre de verre de la nature ». La plupart des matériaux d'ingénierie en vrac sont également des combinaisons de deux phases,

ou plus dispersées à l'échelle microscopique pour obtenir un optimum des propriétés. La résistance et la ténacité des alliages métalliques et des plastiques techniques sont obtenues en combinant des phases à haute résistance avec des phases ductiles difficiles. Un exemple relativement simple se trouve dans les aciers au carbone ordinaire (par exemple 99,2 % de fer et 0,8 % de carbone). Lorsque cet alliage est refroidi lentement à partir de 800 °C, la microstructure se composera de couches alternées d'une phase ductile molle, qui est du fer presque pur, et un composé dur et fragile, Fe<sub>3</sub>C, appelé cémentite. Les matériaux naturels et les matériaux d'ingénierie sont tous les deux des micro-composites, car les propriétés sont obtenues à partir d'une très fine dispersion des phases ; la structure est souvent si fine que la microscopie électronique à haute résolution est nécessaire pour résoudre les phases séparées.

Tableau I-1 : Affiche de classification des matériaux composites

Type	Exemples
Matériaux composites naturels	Bois
	Os
	Muscle
	Bambou
Matériaux microcomposites	Alliages métalliques
	Thermoplastique trempé
	Thermoplastique renforcé
	Composés de moulage en feuille
Matériaux macro-composites	Acier galvanisé
	Poutres en béton armé
	Pales d'hélicoptère, Skis

L'idée composite peut également être liée à l'échelle macroscopique. Ceci est particulièrement pertinent pour les composants d'ingénierie qui peuvent être constitués de deux matériaux ou plus pour donner une performance en service supérieure aux propriétés des matériaux individuels. Ainsi, l'acier galvanisé, qui est un acier revêtu d'une couche de zinc, combine la résistance à la corrosion du zinc avec la résistance de l'acier. De même, les poutres en béton qui ont une excellente résistance à la compression reçoivent une certaine résistance à la traction en renforçant le béton avec des barres d'acier. Les pales d'hélicoptère combinent un matériau structurel pour la résistance et la rigidité avec un matériau résistant à l'érosion pour protéger les bords d'attaque des dommages.

Une classification plus pertinente est donnée dans le tableau I-2. Elle concerne principalement les matériaux microcomposites et elle est basée sur la taille, la forme et la répartition des deux phases ou plus dans le composite. De toute évidence, la distinction entre les différents groupes n'est pas toujours nette et la méthode de fabrication de ces matériaux sera différente. La plupart des alliages métalliques atteignent leur structure multiphasique par des transformations à l'état solide impliquant un réarrangement et une diffusion atomiques. D'autres matériaux composites peuvent être réalisés par le mélange physique des phases séparées pour obtenir la répartition souhaitée.

Tableau I-2 : Classification des matériaux microcomposites

1. Fibres continues dans la matrice : alignées, aléatoires
2. Fibres courtes dans la matrice : alignées, aléatoires
3. Particules (sphères, plaques, ellipsoïdes, irrégulières, creux ou solide) en matrice
4. Dispersion renforcée, comme pour 3 ci-dessus, avec des particules de taille <math><10^{-8}\text{m}</math>
5. Structures lamellaires

Il n'existe pas de définition vraiment adéquate d'un matériau composite, mais la discussion précédente nous donne quelques indications sur la portée du sujet. D'une manière générale, il y a trois points principaux à inclure dans la définition d'un matériau composite acceptable pour une utilisation dans des applications structurelles :

- Il se compose de deux ou plusieurs matériaux physiquement distincts et mécaniquement séparables.
- Il peut être réalisé en mélangeant les matériaux séparés de telle manière que la dispersion d'un matériau dans l'autre puisse être effectuée de manière contrôlée pour obtenir des propriétés optimales.
- Les propriétés sont supérieures, et peut-être uniques à certains égards spécifiques, aux propriétés des composants individuels.

Ce dernier point donne l'impulsion principale pour le développement des matériaux composites. Dans les plastiques renforcés de fibres, les fibres et les plastiques ayant

d'excellentes propriétés physiques et mécaniques sont combinés pour donner un matériau aux propriétés nouvelles et supérieures. Les fibres ont une résistance et un module très élevés, mais ne sont développés que dans des fibres très fines, avec des diamètres dans les environs de 7-15  $\mu\text{m}$  ; ils sont généralement très cassants. Les plastiques peuvent être ductiles ou cassants, mais ils ont généralement une résistance considérable aux environnements chimiques. En combinant fibres et résine, un matériau en vrac est produit avec une résistance et une rigidité proches de celles des fibres et avec la résistance chimique du plastique. De plus, il est possible d'obtenir une certaine résistance à la propagation des fissures et une capacité d'absorption d'énergie lors de la déformation. Cette caractéristique synergique, c'est-à-dire possédant un effet dépassant la somme des effets individuels des matériaux et structures composites est mieux illustrée par la bande bimétallique. Il se compose de deux bandes de métal avec différents coefficients de dilatation thermique soudés ensemble sur toute leur longueur. Séparée, chacune de ces bandes reste plate lorsqu'elle est chauffée, mais lorsqu'elles sont soudées ensemble, la bande composite se plie vers le métal avec le coefficient de dilatation le plus faible. Le pliage constitue une propriété nouvelle et distincte de la bande composite. L'interaction ou le couplage entre des matériaux aux propriétés différentes est un thème qui est la base de la compréhension physique de nombreuses propriétés des matériaux composites [37].

### **I.2.3 Matériaux composites comparés aux matériaux conventionnels**

Nous ne pouvons que constater une utilisation de matériaux renforcés de fibres dans les applications d'ingénierie de plus en plus forte au cours des dernières années, et tout indique que cela continuera. Le tableau I-3 nous donne une idée de la gamme d'applications des matériaux composites. La croissance rapide a été réalisée principalement par le remplacement des matériaux traditionnels, principalement les métaux. Cela montre que, à certains égards, les matériaux composites ont des propriétés supérieures. Une comparaison entre les propriétés d'une gamme de matériaux d'ingénierie à haute résistance est donnée dans le tableau I-4. Sur la seule base de la résistance et de la rigidité, les matériaux composites renforcés de fibres n'ont pas un avantage évident, en particulier lorsque nous constatons que leur allongement à la rupture est beaucoup plus faible que les métaux de résistance comparables. Les avantages des matériaux composites apparaissent lorsque l'on considère le module par unité de poids (module spécifique) et la résistance par unité de poids (résistance spécifique). Le module spécifique plus élevé et la résistance spécifique des matériaux composites permettent de réduire le poids des composants. Il s'agit là d'un facteur d'une grande importance dans le

déplacement des composants, en particulier dans toutes les formes de transport où les réductions de poids entraînent une plus grande efficacité et des économies d'énergie.

Tableau I-3 : Applications des matériaux composites renforcés de fibres à base de plastique

Industrie	Exemples
Avions	Ailes, fuselages, atterrissage équipement, pales d'hélicoptère
Automobiles	Parties du corps, lampes chauffantes. panneaux avant, ressorts à lames de pare-chocs, joints-carters, arbres de transmission
Navires	Coques, ponts, mâts
Chimique	Tuyaux, réservoirs, pression
Fournitures et équipements	Panneaux, boîtiers, chaises, tables, échelles
Électrique	Panneaux, appareillage. isolateurs
Sport	Cannes à pêche, clubs de golf, piscines, skis, canoës

Tableau I-4 : Comparaison de certaines valeurs typiques des propriétés des matériaux d'ingénierie

Fibre	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	Élongation (%)	Résistance à la traction (MPa)	Module de Young (GPa)
ABS	1,05	10	55	2,8
Polycarbonate	1,22	100	63	2,3
Polyétherimide	0	-	105	2,8
Nylon	1,12	29	66	3,5
Polyéthylène (PEHD)	0,95	30	28	1,04
Polypropylène	0,9	200	35	0,83
Polystyrène	1,05	15	35	2076
Résine époxyde		6,2	32	0,5



## **I.2.4 Quelques problèmes liés aux matériaux composites**

Potentiellement, n'importe quel matériau peut être utilisé comme matrice pour les fibres, car la portée en termes de propriétés est presque illimitée. Les propriétés des fibres qui dépendent souvent du mode de fabrication et des conditions de traitement affectent les propriétés des matériaux composites.

Avec une compréhension des principes qui sous-tendent le comportement des matériaux composites, les problèmes majeurs qui influencent le développement de ces matériaux sont notamment :

- le fluage des thermoplastiques renforcés de fibres,
- les changements de propriétés réversibles et irréversibles qui se produisent en raison du contact avec les environnements humides et des fluctuations de température,
- la conception de produits avec une teneur en fibres optimale,
- la conception de composites à capacité d'absorption d'énergie,
- le développement de matériaux résistants à la corrosion sous contrainte et déformation,
- l'amélioration de la résistance à l'usure des matériaux composites particuliers.

## **I.3 Matériaux composites Bois-polymère**

### **I.3.1 Introduction**

Les matériaux composites existent depuis des siècles, mais ce n'est qu'au cours de ces dernières années que l'utilisation de composites renforcés de fibres végétales naturelles a attiré l'attention de la communauté scientifique[25],[24]. L'intérêt pour les composites renforcés de fibres naturelles augmente en raison de leur faible coût et de leur faible poids, leur haute résistance spécifique, leur renouvelabilité et leur biodégradabilité.

Les composites trouvent des utilisations étendues dans l'emballage, les meubles, la construction et d'autres industries. Les fibres naturelles deviennent de ce fait des alternatives viables aux fibres de verre, seules ou combinées avec des matériaux composites pour diverses applications : les pièces automobiles, les structures de construction et les matériaux d'emballage rigides [38]. Les avantages des fibres naturelles par rapport aux fibres synthétiques ou artificielles telles que le verre sont leur faible coût, leur faible densité, leurs

propriétés mécaniques spécifiques compétitives, leur séquestration de dioxyde de carbone, leur durabilité, leur recyclabilité et leur biodégradabilité.

Grâce à une prise de conscience croissante des problèmes environnementaux mondiaux, des principes de durabilité, de l'écologie industrielle et de l'éco-efficacité, la chimie et l'ingénierie s'investissent dans le développement de la prochaine génération de matériaux [39],[40]. Ainsi, les industries développent et fabriquent des matériaux toujours « plus verts » ; les gouvernements encouragent la recherche sur les produits biosourcés. Si les universitaires recherchent des matériaux respectueux de l'environnement, le public en vient à apprécier les avantages des produits respectueux de l'environnement et les processus, mais à des prix abordables. Les matériaux biosourcés offrent de ce fait un potentiel des solutions à des problèmes environnementaux complexes.

Les composites biosourcés peuvent être produits à partir de matériaux partiellement écologiques, de matériaux entièrement écologiques (verts) [38],[39],[41], ou des matériaux partiellement écologiques combinés d fibres naturelles avec des plastiques à base de pétrole comme le polyéthylène, polypropylène, polyester et autres. Les matériaux écologiques ou verts combinent des fibres naturelles avec des plastiques naturels à base de ressources renouvelables obtenus à partir de soja, de cellulose, d'acide polylactique (PLA) et de bien d'autres composants.

La combinaison de fibres naturelles et de plastiques (composites verts) produit les performances nécessaires entièrement ou en combinaison avec des polymères à base de pétrole ; elle offre ainsi une voie pour réaliser des matériaux respectueux de l'environnement du 21<sup>e</sup> siècle. Cependant, la nécessité de produire des matériaux 100 % verts comme substituts aux matériaux à base de pétrole n'est pas nécessairement immédiate. Les biocomposites qui contiennent des quantités importantes de matériaux biosourcés peuvent atteindre cet objectif à un rapport coût-performance abordable pour concurrencer à terme les matériaux à base de pétrole et maintenir un équilibre positif entre l'écologie, l'économie et la technologie.

### **I.3.2 Matériau Bois-Plastique**

Le concept des composites Bois-Plastique (BIOCOMPOSITES) est un concept moderne né en Italie dans les années 1970, et popularisé en Amérique du Nord dans les années 1990. Au début du 21<sup>e</sup> siècle, il s'est propagé en Inde, à Singapour, en Malaisie, au Japon et en Chine [42].

Les biocomposites sont l'un des secteurs les plus dynamiques de l'industrie du plastique d'aujourd'hui avec un taux de croissance annuel moyen d'environ 18 % en Amérique du Nord et de 14 % en Amérique et Europe[43]. Il a été rapporté que 209 millions de kilogrammes de biocomposites auraient été produits en 1999. Les statistiques montrent que la production de ces composites en 2001 a généré 700 millions de livres[28]. L'industrie des plastiques utilise traditionnellement du talc, du carbonate de calcium, du mica et des fibres de verre ou de carbone pour modifier les performances du plastique [44]. Des industries importantes telles que l'aérospatiale, l'automobile, la construction ou l'emballage montrent d'énormes intérêts pour le développement de nouveaux matériaux composites. Un exemple est le remplacement des fibres inorganiques, comme les fibres de verre ou d'aramide, par des fibres végétales comme charge [45]. Le terme « biocomposite » fait référence à tous les composites contenant des fibres végétales (y compris en bois et non ligneuses) et thermodurcissables ou thermoplastiques. Les thermodurcissables sont des plastiques qui, une fois durcis, ne peuvent pas être fondus en répétant l'opération. Il s'agit notamment de résines telles que les époxydes et les composés phénoliques. Les thermoplastiques sont des plastiques qui peuvent être fondus à plusieurs reprises. Cette propriété permet à d'autres matériaux, tels que les fibres de bois, de se mélanger avec le plastique pour former un produit composite. Polypropylène (PP), le polyéthylène (PE) et le chlorure de polyvinyle (PVC) sont les thermoplastiques les plus largement utilisés pour les BIOCOMPOSITES. Actuellement, ils sont très courants dans le bâtiment, la construction, le mobilier et les produits automobiles[46]. Les BIOCOMPOSITES sont normalement produits en mélangeant des fibres végétales avec des polymères, ou en ajoutant de la fibre de bois comme charge dans un polymère matrice, et pressage ou moulage sous haute pression et température. Des additifs tels que colorants, agents de couplage, stabilisants, agents gonflants, agents de renforcement, agents moussants et lubrifiants aident à adapter le produit final au domaine d'application cible.

### **I.3.3 Fibres végétales**

Une grande partie de la recherche universitaire et du développement industriel explore de nouvelles façons de créer des produits chimiques et des matériaux plus écologiques et plus respectueux de l'environnement pour une variété d'applications.

Les fibres peuvent être classées en deux groupes principaux : artificielles et naturelles. Les fibres naturelles offrent le potentiel d'offrir une valeur ajoutée, une durabilité, une renouvelabilité, mais des coûts plus élevés, en particulier dans l'industrie automobile[47]. En général, les fibres naturelles sont subdivisées en fonction de leurs origines, provenant de

plantes, d'animaux ou de minéraux. Toutes les fibres végétales sont composées de cellulose, tandis que les fibres animales sont constituées de protéines (cheveux, soie et laine). Les fibres végétales peuvent être classées en fonction de la partie de la plante à partir de laquelle elles sont obtenues. Les fibres végétales comprennent les fibres libériennes (ou tige ou sclérenchyme mou), les feuilles, les graines, les fruits, les racines, l'herbe, la paille de céréales et le bois [48]. Certaines des fibres végétales importantes sont énumérées dans le tableau I-5 [28]. Les résidus agricoles tels que la paille de blé, la paille de riz, la bagasse et les tiges de maïs sont également des sources de fibres végétales bien qu'elles contiennent moins de cellulose que le bois [46].

Tableau I-5 : Liste des fibres végétales importantes

Source de fibre	Espèce	Origine
Abaca	Musa textilis	Feuille
Bagasse	–	Herbe
Bamboo	(>1250 espèces)	Herbe
Banane	Musa indica	Feuille
Racine de balai	Muhlenbergiamacroua	Racine
Cantala	Agave cantala	Feuille
NCaroa	Neoglazioviavariegata	Feuille
Jute de Chine	Abutilon theophrasti	Tige
Coir	Cocos nucifera	Fruit
Coton	Gossypiumsp	Grain
Curaua	Ananas erectifolius	Feuille
Palmier dattier	Phoenix dactylifera	Feuille
Lin	Linumusatissimum	Tige
Chanvre	Cannabis sativa	Tige
Henequen	Agave foourcrocydes	Feuille
Isora	Helicteresisora	Tige
Istle	Samuelacarnerosana	Feuille
Jute	Corchoruscapsularis	Tige
Kapok	Ceibapentranda	Fruit
Kenaf	Hibiscus cannabinus	Tige
Kudzu	Puerariathunbergiana	Tige
Chanvre Mauricien	Furcraeagigantea	Feuille
Ortie	Urticadioica	Tige

Huile de Palme	Elaeis	Fruit
Piassava	Attalea funifera	Feuille
Ananas	AnanusComosus	Feuille
Phormium	Phormium tenas	Feuille
Roselle	Hibiscus sabdariffa	Tige
Ramie	Boehmerianivea	Tige
Sansevieria	Sansevieria Leaf	Feuille
Sisal	Agave sisilana	Feuille
Sponge Gourd	Luffa cylindrica	Fruit
Paille (Céréales)	–	Tige
Chanvre saolaire	Crrolariajuncea	Tige
Cadillo/urena	Urenalobata	Tige
Bois	(>10 000 espèces)	Tige

Dans une étude pertinente, Reddy et Yang [49] rapportent que la feuille de velours qui est actuellement considérée comme une mauvaise herbe et un problème agricole pourrait être utilisée comme une source de fibres végétales de haute qualité. La tige des fibres des feuilles de velours détient des propriétés similaires à celles des fibres libériennes courantes telles que le chanvre et le kénaf. La disponibilité de grandes quantités de ces fibres avec des propriétés mécaniques bien définies est une condition générale préalable à une utilisation réussie pour renforcer les plastiques. Les fibres végétales présentent un certain nombre d'avantages et d'inconvénients par rapport aux fibres de verre traditionnelles. Leur caractère écologique, leur biodégradabilité, leurs faibles coûts, leur nature non abrasive, leur manipulation sûre des fibres, leurs niveaux de remplissage élevés possibles, leur faible consommation d'énergie, leurs propriétés spécifiques élevées, leur faible densité et une grande variété de types de fibres sont des facteurs très importants pour leur acceptation sur les marchés à grand volume, tels que l'industrie automobile et de la construction. En outre, le public considère généralement les produits fabriqués à partir de matières premières renouvelables comme respectueux de l'environnement [50],[51],[47].

Cependant, certains inconvénients, tels que la tendance à former des agrégats pendant le traitement, la faible stabilité thermique, la faible résistance à l'humidité et les variations de qualité saisonnières (même entre les plantes individuelles dans la même culture), réduisent considérablement le potentiel des fibres végétales à être utilisé comme renfort pour les

polymères [47],[51]. La forte absorption d'humidité des fibres végétales entraîne un gonflement et la présence de vides à l'interface (produits poreux), ce qui se traduit par de mauvaises propriétés mécaniques et réduit l'instabilité dimensionnelle des composites. Le traitement des fibres végétales avec des produits chimiques hydrophobes ou la modification avec des monomères vinyliques peut réduire le gain d'humidité [52],[53]. Un des inconvénients majeurs des fibres végétales est la mauvaise compatibilité présentée entre les fibres et les matrices polymériques, ce qui entraîne une dispersion non uniforme des fibres au sein de la matrice et de mauvaises propriétés mécaniques. Le bois et le plastique sont comme l'huile et l'eau et ne se mélangent pas bien. La plupart des polymères, en particulier les thermoplastiques, sont des substances non polaires (« hydrophobes », repoussant l'eau), et qui ne sont pas compatibles avec les fibres polaires (« hydrophiles » absorbent l'eau). Par conséquent, une mauvaise adhérence entre le polymère et la fibre dans le biocomposites peut en résulter. Afin d'améliorer l'affinité et l'adhérence entre les fibres et les matrices thermoplastiques en production, des agents chimiques de « couplage » ou de « comptabilisation » sont employés [51]. Les agents de couplage chimiques sont des substances, généralement des polymères qui sont utilisés en petites quantités pour traiter une surface de sorte qu'une liaison se produit entre elle et d'autres surfaces. Par exemple le bois et le thermoplastique. Les formes de couplage comprennent les liaisons covalentes, les liaisons secondaires (telles que les liaisons hydrogène et les forces de Van Der Waals), l'intrication moléculaire des polymères et l'interblocage mécanique [54]. Par conséquent, des traitements chimiques peuvent être envisagés pour modifier les propriétés des fibres végétales. Certains composés sont connus pour favoriser l'adhésion en couplant chimiquement l'adhésif au matériau, tels que l'hydroxyde de sodium, le silane, l'acide acétique, l'acide acrylique, les isocyanates, le permanganate de potassium, le peroxyde, etc. Le mécanisme de l'agent comptabilisant est illustré par la figure I-2. L'agent de couplage est chimiquement lié à la fibre hydrophile et mélangé par mouillage dans la chaîne polymère [55]. Un autre problème est la température de traitement qui restreint le choix du matériau de la matrice. Les fibres végétales sont composées de diverses matières organiques (principalement la cellulose, ainsi que l'hémicellulose et la lignine) et, par conséquent, leur traitement thermique entraîne une variété de changements physiques et chimiques. La dégradation thermique de ces fibres conduit à de mauvaises propriétés organoleptiques, telles que l'odeur et les couleurs et mène à la détérioration de leurs propriétés mécaniques. Il en résulte également la génération de produits gazeux, lorsque le traitement a lieu à des températures supérieures à 200 °C, ce qui peut créer une porosité élevée, une faible densité et des propriétés mécaniques réduites. Pour

l'amélioration de la stabilité thermique, des tentatives ont été faites pour revêtir et/ou greffer les fibres avec des monomères [28], [56].

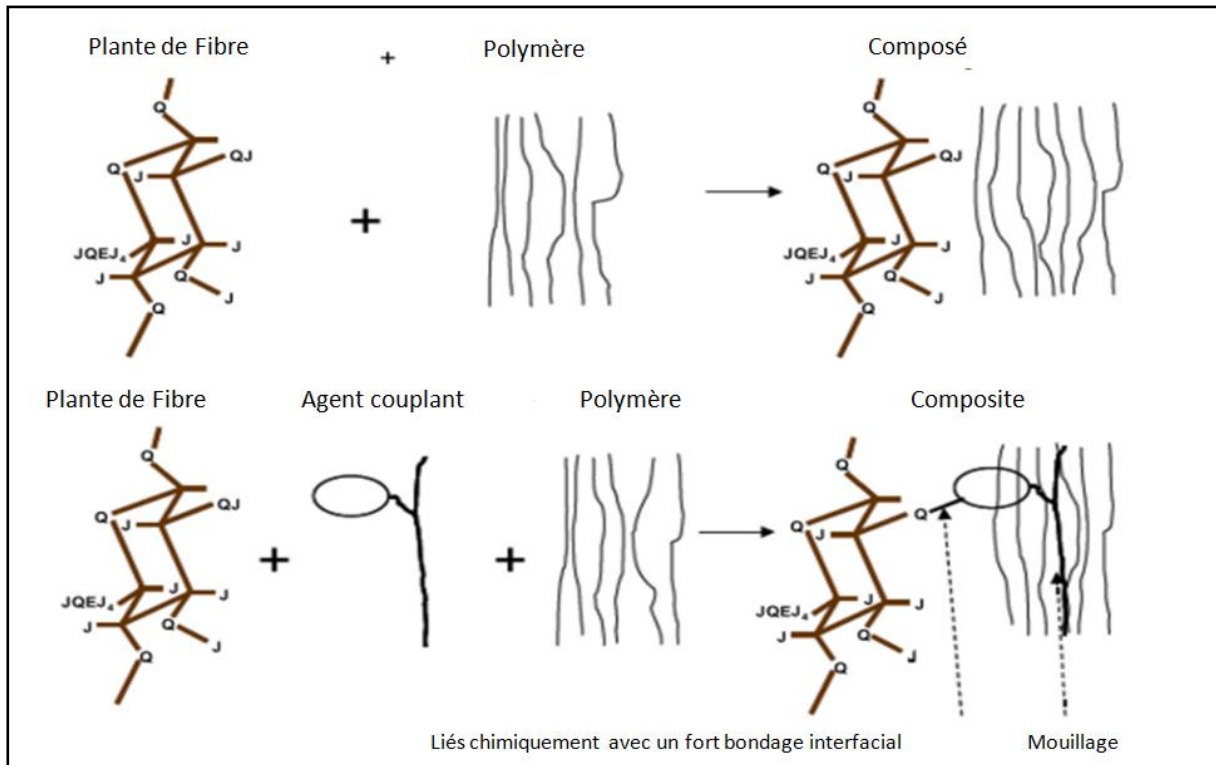


Figure I-2 Mécanisme d'agent de couplage entre la fibre hydrophile et le polymère à matrice hydrophobe

Pour améliorer les propriétés mécaniques des plastiques thermoplastiques ou thermodurcissables, des fibres d'origines différentes sont ajoutées dans le processus de production. Les matériaux de renforcement courants sont les fibres synthétiques comme les fibres de verre et de carbone. Les problèmes d'élimination des déchets sont les arguments les plus solides pour le remplacement de ces matériaux de renforcement par des fibres végétales. Celles-ci peuvent en outre offrir des performances égales ou supérieures, réduire le poids du produit d'environ 15 % et disposent d'une surface très réactive. La fibre de verre provoque des irritations cutanées et des problèmes respiratoires, qui peuvent être réduits par l'utilisation de fibres végétales. Les éléments en bois, utilisés dans les composites polymères ont une grande variété de formes et peuvent être utilisés seul ou en combinaison. Les propriétés du produit final sont déterminées par la taille, la forme et les caractéristiques des fibres végétales. Il s'agit notamment de la chimie des surfaces (par exemple, les cires et les substances inorganiques comme la silice) et le rapport d'aspect des fibres en particulier. Le rapport d'aspect signifie la longueur moyenne sur le diamètre des fibres qui changent d'une espèce à

l'autre. Par exemple, les fibres de bois tendre (épicéa) sont plus flexibles que les fibres dérivées du tremble ou du bouleau (feuillus). En outre, d'autres facteurs comme la taille des fibres, la morphologie, la structure, les compositions chimiques, la densité, l'épaisseur, le pourcentage en fibre, et la quantité et le type d'agent de liaison sont importants pour les propriétés de résistance des biocomposites. Les propriétés mécaniques des fibres végétales dépendent du processus de mise en pâte même au sein de la même espèce. La large variété des types de fibres, les techniques de préparation des fibres et les possibilités de modification de la surface des fibres ouvrent des opportunités pour adapter ces composites à un produit final spécifique [57].

### **I.3.3.1 Propriétés mécaniques**

Wambua et al. [58] et Bismarck et al. [47] soulignent que les fibres végétales conviennent généralement au renforcement des plastiques en raison de leur résistance et de leur rigidité relativement élevées et de leur faible densité (tableau I-6). Les valeurs caractéristiques du lin et des résineux (fibres kraft) atteignent des niveaux proches des valeurs des fibres de verre, en raison de leur utilisation précoce dans les applications électroniques ; aujourd'hui, les fibres de verre sont les plus utilisées pour le renforcement des plastiques. Néanmoins et comme le tableau I-6, le montre, la plage des valeurs caractéristiques se présente comme l'un des inconvénients propres à tous les produits naturels ; elle est remarquablement plus élevée que celle des fibres de verre. Ceci pouvant s'expliquer par des différences dans la structure des fibres en raison des conditions environnementales générales pendant la croissance. Les rapports d'aspect favorables des fibres végétales et leurs propriétés spécifiques élevées à faible coût en font une alternative écologique aux fibres de renforcement conventionnelles dans les matériaux composites d'ingénierie. Les fibres de lin et de chanvre sont jusqu'à 40 % moins chères que les fibres de verre standard.



Tableau I-6 : Comparaison entre les propriétés mécaniques des fibres végétales et des polymères conventionnels

Fibre	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	Élongation (%)	Résistance à la traction (MPa)	Module de Young (GPa)
Fibre (Renfort)				
Coton	1,5-1,6	7,0-8,0	287-800	5,5-12,6
Jute	1, 3	1,5-1,8	393-773	26,5
Lin	1,5	2,7-3,2	345-1035	27,6
Chanvre	1,5	1,6	690	70
Ramie	1,5	1,2-3,8	400-938	61,4-128
Sisal	1,5	2,0-2,5	511-635	9,4-22,0
Coco	1,2	30,00	175	4,0-6,0
Viscose	-	11,4	593	11
Bois tendre	1,5	-	1000	40
E-glass	2,5	2,5	2000-3500	70,0
S-glass	2,5	2,8	4570	86,0
Aramide (normal)	1,4	3,3-3,7	3000-3150	63,0-67,0
Carbone (Standard)	1,4	1,4-1,8	4000	230,0-240,0
Polymères (Matrice)				
ABS	1,05	10	55	2,8
Polycarbonate	1,22	100	63	2,3
Polyétherimide	0	-	105	2,8
Nylon	1,12	29	66	3,5
Polyéthylène (PEHD)	0,95	30	28	1,04
Polypropylène	0,9	200	35	0,83
Polystyrène	1,05	15	35	2076
Résine époxyde		6,2	32	0,5

L'un des paramètres critiques influençant la force et les propriétés des biocomposites est la taille des fibres. Les fibres courtes et minuscules devraient être privilégiées. Elles offrent une surface spécifique plus élevée, car les fibres sont réparties de façon plus homogène par

rapport aux composites à fibres longues et donc la compatibilité des fibres et la matrice est améliorée. Ainsi, le gonflement diminue et les ruptures pendant le traitement sont réduites.

### I.3.4 Composite Bois-Plastique et industrie automobile

Les fabricants et les ingénieurs sont toujours à la recherche de nouveaux matériaux et de processus améliorés à utiliser pour fabriquer de meilleurs produits, et ainsi maintenir leur avantage concurrentiel et augmenter leur marge bénéficiaire. Les biocomposites sont utilisés dans un grand nombre d'applications dans les automobiles, les constructions, la marine, l'électronique et l'aérospatiale (Figure I-3). Le marché des biocomposites est désormais une entreprise de plusieurs milliards de dollars. Le principal marché identifié pour l'application des biocomposites verts, le remplacement de la fibre de verre et des aciers, est celui des composants automobiles. Les biocomposites sont utilisés comme pièces de garniture dans les tableaux de bord, les panneaux de porte, les tablettes de colis, les coussins de siège, les dossiers et les revêtements de cabine. Les fibres végétales sont aussi utilisées à des fins d'isolation thermoacoustique. L'utilisation de fibres de lin dans les freins à disque de voiture pour remplacer les fibres d'amiante est également un autre exemple. [28], [47].

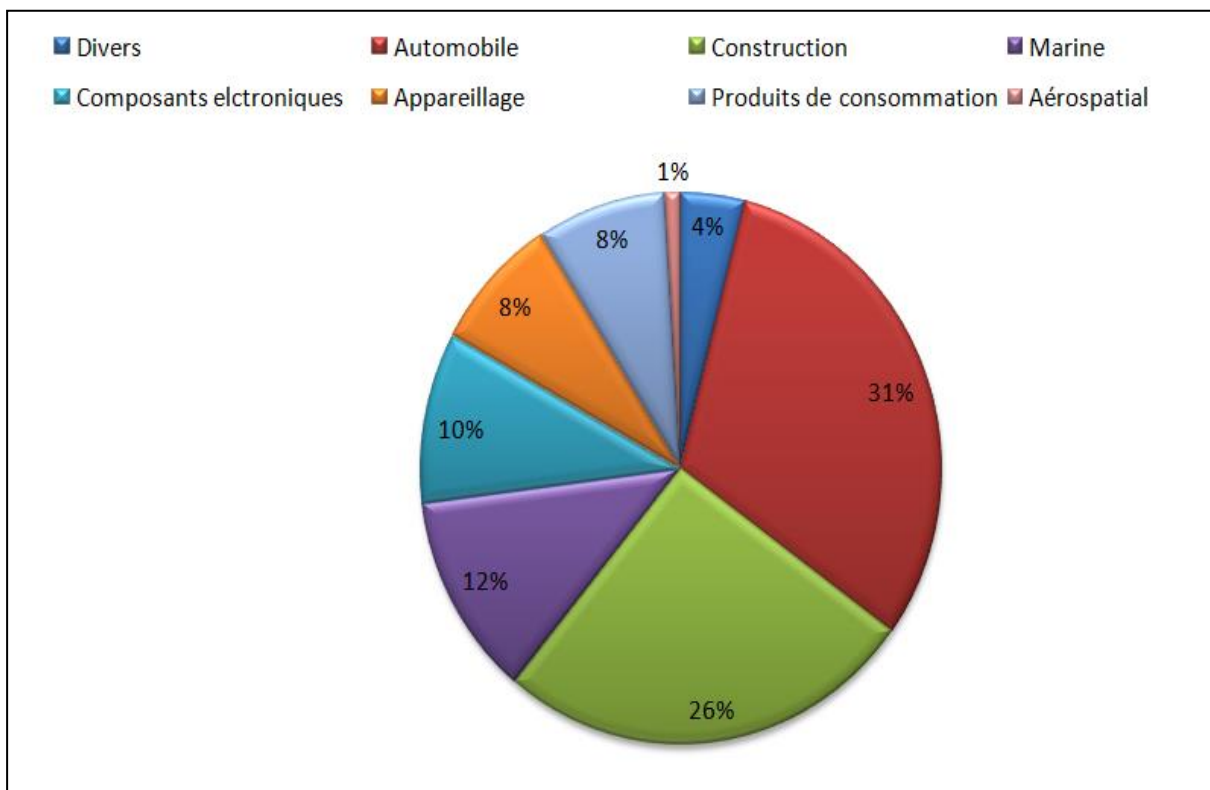


Figure I-3 Utilisations des biocomposites dans les différents domaines de l'industrie

Dans un souci accru de protection de l'environnement, il est important pour les constructeurs automobiles d'améliorer la recyclabilité des véhicules nouvellement produits [59]. Selon la directive européenne 2000/53/EG administrée par la Commission européenne, 85 % du poids d'un véhicule devra être recyclable d'ici 2025. Ce pourcentage recyclable sera porté à 95 % d'ici 2022. Les véhicules doivent être construits à partir de 95 % de matériaux recyclables, dont 85 % récupérables par réutilisation ou recyclage mécanique et 10 % par récupération d'énergie ou recyclage thermique. Cela conduira certainement à une utilisation accrue des biocomposites aux États-Unis ; cependant, ces exigences n'ont pas été réglementées. Le recyclage des pièces intérieures d'automobiles est toujours difficile, car la plupart d'entre elles sont des matériaux polymères Pétrobras avec des structures composites mixtes[60].

Depuis 1991, Daimler – Benz explore l'idée de remplacer les fibres de verre par des fibres végétales dans les composants automobiles. Mercedes produit des panneaux de porte à base de jute dans ses véhicules de classe E depuis 1996. En septembre 2000, Daimler-Chrysler a commencé à utiliser des fibres végétales pour son véhicule. Les fibres libériennes sont principalement utilisées dans les applications automobiles, car elles présentent une plus grande résistance. Les autres avantages de l'utilisation des fibres libériennes dans l'industrie automobile comprennent des économies de poids comprises entre 10 % et 30 % et des économies de coûts correspondantes. Presque tous les principaux constructeurs automobiles en Allemagne (Daimler-Chrysler, Mercedes, Volkswagen, Audi Group, BMW, Ford et Opel) utilisent désormais des biocomposites dans diverses applications. Ainsi les composants de garniture intérieure tels que les tableaux de bord et les panneaux de porte utilisant du polypropylène et des fibres végétales sont produits par Johnson Controls, inc. pour Daimler-Chrysler. En 2000, Audi a lancé la voiture de milieu de gamme A2 dans laquelle les panneaux de garniture de porte étaient en polyuréthane renforcé avec un tapis mixte lin/sisal. Daimler-Chrysler a maintenant accru ses activités de recherche et développement dans les composites de polyester renforcés de lin pour des applications extérieures [28].

La recherche a démontré que l'utilisation de fibres de bois et/ou de divers types de fibres agrodérivées pour les applications composites automobiles présente de nombreux avantages [61]. D'un point de vue technique, à terme ces composites biosourcés amélioreront la résistance mécanique et les performances acoustiques, réduiront le poids des matériaux, la consommation d'énergie/de carburant et le temps de traitement, minoreront les coûts de production, amélioreront la sécurité des passagers et les performances (incassables sous des changements de température extrêmes), et amélioreront la biodégradabilité pour les pièces

intérieures d'automobile [60]. À titre d'exemple, la Mercedes-Benz classe E a obtenu une réduction de poids remarquable d'environ 20 % et les propriétés mécaniques, importantes pour la protection des passagers en cas d'accident. Du point de vue de l'intérêt national, les fibres végétales sont renouvelables (récolte annuelle), biodégradables et vertes [48].

De nombreux constructeurs automobiles utilisent actuellement des composants automobiles, y compris des fibres végétales, tels que : Audi, Opel, Daimler-Chrysler, Fiat, Ford, Mercedes Benz, Peugeot, Renault, Volvo, VW, Volkswagen et BMW [47]. Les quantités typiques de fibres végétales utilisées pour différentes applications de l'industrie automobile sont [62] :

- Linge de porte avant : 1,2 à 1,8 kg.
- Linge de porte arrière : 0,8–1,5 kg.
- Linge de botte : 1,5–2,5 kg.
- Étagères pour colis : jusqu'à 2,0 kg.
- Dossiers de siège : 1,6 à 2,0 kg.
- Coulisseaux de toit ouvrant : jusqu'à 0,4 kg.

Cinq kilos supplémentaires pourraient être utilisés dans d'autres parties de l'habitacle d'un véhicule. Avec une production mondiale d'automobiles de 58 millions de véhicules légers par an, dont 30 % en Europe occidentale, les marchés potentiels sont respectivement d'environ 18 millions de véhicules et d'environ 175 000 à 350 000 tonnes par an. De 1996 à 2003, l'utilisation de fibres végétales dans les composites de l'industrie automobile allemande est passée de 4 000 tonnes à 18 000 tonnes par an. De 1996 à 2002, l'augmentation est quasi linéaire des volumes d'utilisation avec des taux de croissance annuels compris entre 10 % et 20 %. Pour l'Europe, elle représente ainsi près de 70 000 tonnes de ces nouveaux matériaux en fibres végétales. Cela représente environ le double de l'utilisation totale estimée des biocomposites dans l'Union Européenne ; une étude réalisée aux États-Unis suggère un potentiel de marché de 45 000 tonnes pour les fibres telles que le kénaf, le jute, le chanvre, le lin et le sisal avec des taux de croissance attendus de 15 à 20 % par an. On suppose que cette tendance à la hausse se poursuivra. Selon l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO) et le Fonds commun pour les produits de base Chlorofluorocarbène (CFC), une utilisation moyenne de 5 à 10 kg de fibres végétales devrait être utilisée dans les futures automobiles. Les fibres végétales en tant que charges et renforts

pour les polymères sont actuellement le type d'additifs polymères à la croissance la plus rapide [47].

#### **I.4 Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons défini les matériaux composites d'une manière générale, dont nous avons exposé «une classification des différents matériaux composites. Puis, nous nous sommes intéressés aux matériaux composites bois-polymères, cœur de notre étude. À ce titre, nous avons dressé une synthèse bibliographique des principaux travaux de la littérature concernant les matériaux composites bois-plastique.

## **Chapitre II : Les fibres de bois et les Polymères**

### **II.1 Introduction**

Dans ce deuxième chapitre, nous nous intéresserons aux bois et aux polymères, qui constituent respectivement le renfort et la matrice de notre matériau. À ce titre nous délivrerons des définitions, des classifications et détaillerons les structures chimiques et les propriétés mécaniques de chaque composant.

Dans la première partie, nous évoquerons les polymères d'une manière générale, que nous classifions selon plusieurs axes. Nous nous intéresserons aussi aux techniques d'identification des polymères, à la production des polymères, à leurs structures chimiques et à leurs propriétés mécaniques. Enfin, nous rentrerons dans le cœur de notre mémoire en étudiant les composites à haute densité qui constituent la matrice du matériau composite objet de notre recherche.

La deuxième partie sera consacrée au bois. Nous décrirons macroscopiquement et microscopiquement la structure du bois, puis nous nous intéresserons à la chimie du bois et à ses propriétés mécaniques d'une manière générale avant de terminer par une synthèse sur le Cèdre de l'Atlas qui représente le renfort du matériau composite étudié dans notre mémoire.

### **II.2 Polymères**

#### **II.2.1 Historique**

Si nous excluons la plupart des biopolymères tels que le bois, le coton, la soie et d'autres, l'un des premiers polymères utilisés était le caoutchouc naturel (NR). Les Indiens d'Amérique du Sud jouaient avec des balles en caoutchouc en latex lorsque les Espagnols sont arrivés en Amérique dans les années 1400. La première description de la balle en caoutchouc remonte à 1496. Les polymères ont remplacé les métaux dans les composants pour une multitude de raisons. L'un des problèmes majeurs est le coût. Le moindre coût des pièces en polymère est dû à deux considérations majeures. Premièrement, le coût des polymères par unité de poids est moins cher que les métaux. À cela s'ajoute la fabrication de formes généralement nettes de pièces en polymère. Alors que certains matériaux polymères sont usinés à partir de matériaux solides, la plupart des composants polymères sont fabriqués par des procédés tels que le moulage par injection. Souvent, il n'y a pas d'usinage supplémentaire, au-delà de

l'élimination des bavures éclair ou de moulage, pour augmenter le coût d'un composant polymère. Cela contraste avec les composants métalliques, qui nécessitent souvent un temps et des coûts d'usinage importants. L'usinage d'un composant métallique peut souvent être le coût dominant de la pièce. Le développement de la plupart des polymères s'est produit dans de grandes entreprises chimiques. DuPont est l'un des leaders du développement des polymères. Aux États-Unis, de nombreux polymères sont généralement connus sous leurs noms commerciaux DuPont. Le meilleur exemple est peut-être le polytétrafluoroéthylène (PTFE) connu du public sous le nom de Téflon. Une chronologie historique du développement des polymères est présentée dans le tableau II-1. Les prix Nobel liés aux polymères sont présentés dans le tableau II. 2. [63]

Tableau II-1 : Développement des polymères

Avant les années 1400	Les Indiens d'Amérique du Sud créent des balles en caoutchouc à partir de NR
1496	Christophe Colomb ramène des balles en Europe
1823	Charles Macintosh enduit le tissu de caoutchouc et de benzène pour créer le Macintosh étanche
1839	Charles Goodyear vulcanise NR avec du soufre
1845	Scotsman R. W. Thompson demande un brevet pour pneumatique
1870	Nitrate de cellulose (CN), États-Unis
Les 1880	Hilaire de Chardonnet crée de la rayonne (soie artificielle) à partir de cellulose
1888	John Dunlop invente des pneumatiques pour vélo
1898	Le chimiste allemand Hans VonPechmann crée accidentellement du polyéthylène
1905	Acétate de cellulose (CA), Allemagne
1905	Précurseur du bisphénol A pour le polycarbonate et l'époxy rapporté par Thomas Zwicke
1907	Le chimiste Leo Hendrick Baekeland crée la bakélite à partir de phénol et de formaldéhyde ; c'est le premier polymère vraiment synthétique que l'on ne trouve pas dans la nature. Le matériau est maintenant connu sous le nom de phénol formaldéhyde ou phénolique.
1930	En avril, l'équipe du Dr Wallace Carothers a découvert un précurseur en néoprène (caoutchouc synthétique) et polyester sur nylon
1933	Eric Fawcett et Réginald Gibson créent accidentellement un procédé

	industriel viable pour le polyéthylène
1933	PVC breveté par Fritz Klatte
1934	Polyméthyl méthacrylate ou acrylique (PMMA)
1937	Otto Bayer et ses collègues de Bayer découvrent la chimie de base du polyuréthane
1938	Heinrich Rinke crée le premier polymère polyuréthane
1938	Le Dr Roy J. Plunkett constate qu'un échantillon congelé de PTFE s'est polymérisé ; DuPont déposera plus tard sa marque de ce matériau sous le nom de Téflon.
1938	Le polyamide ou le nylon devient la première fibre entièrement composée de produits chimiques
1939	Polyéthylène basse densité (LDPE)
Les 1940	La pénurie d'huile de la Seconde Guerre mondiale conduit à des polymères à base de plantes telles que la silicone de soja
1946	Polyester
1947	Époxyde
1951	J. Paul Hogan et Robert L. Banks découvrent le polypropylène en tentant de convertir l'éthylène et le propylène en essence ; en outre, ils ont développé un procédé pour le PEHD
1953	Polycarbonate découvert simultanément par le Dr H. Schnell et D. W. Fox
1964	StephanieKwolek au Dupont synthétise du Kevlar (nom générique aramide)
1966	Kevlar breveté
1971	Kevlar commercialisé ; le spandex inventé
1983	Le polymère mondial dépasse la consommation d'acier en fonction du volume
Les 1990	Matériaux qui changent de couleur avec le composé de moulage à chaud pour panneaux de carrosserie
Les 2000	Le polymère mondial dépasse la consommation d'acier en fonction du poids
2007	Entreprise brésilienne, Braskem produit le premier polyéthylène biosourcé dérivé de la canne à sucre

Tableau II-2 : Les prix Nobel dans le domaine des polymères [63]

1953	Hermann Staudinger de Fribourg reçoit le prix Nobel de chimie pour ses travaux
------	--



	sur les macromolécules
1963	Karl Ziegler de Mulheim et Giulio Natta de Milan se partagent le prix des catalyseurs utilisés en polymérisation
1974	Paul J. Flory de Stanford reçoit un prix pour ses recherches théoriques et expérimentales sur la chimie physique des macromolécules
1991	Le prix Nobel de physique a été décerné à Pierre-Gilles de Gennes pour l'application des phénomènes d'ordre des systèmes simples à des systèmes plus complexes tels que les cristaux liquides et les polymères
2000	Alan J. Heeger de Santa Barbara, Alan G. MacDiarmid de Pennsylvanie et Hideki Shirakawa de Tsukuba partagent le prix Nobel de chimie pour la découverte et le développement de polymères conducteurs

## II.2.2 Définitions et classifications

On appelle polymère une grande molécule constituée d'unités fondamentales appelées monomères (ou motifs monomères) reliées par des liaisons covalentes.

Un monomère est un composé constitué de molécules simples pouvant réagir avec d'autres monomères pour donner un polymère.

Contrairement au polymère, un monomère a une faible masse moléculaire.

Le terme macromolécule est souvent utilisé à la place de polymère.

La polymérisation est la réaction qui, à partir des monomères, forme en les liants des composés de masse moléculaire plus élevée, les polymères ou macromolécules. Les noyaux des monomères sont le plus souvent constitués d'un atome de carbone (molécules organiques) ou d'un atome de silicium (polymères siliconés).

Un homopolymère est un polymère qui comporte des motifs monomères tous identiques.

Un copolymère est un polymère qui comporte des motifs monomères de deux ou plus de différents types.

Les polymères peuvent être d'origine naturelle (animale ou végétale) ou d'origine synthétique. Les macromolécules naturelles sont les caoutchoucs, les polysaccharides, le glycogène, l'ADN, les protéines... Les macromolécules synthétiques sont représentées par exemple par le polyéthylène, le polypropylène, le polystyrène, le PVC, le PTFE, les polyesters, les polycarbonates, les polysiloxanes, les polyimides...etc.

En général, les noms chimiques sont le nom du monomère (X) et le nom du polymère poly (X). Cependant, il existe également des copolymères formés à partir de deux monomères (XY) appelés poly (XY) ou parfois appelés copolymère X - Y. Le tableau II-3 dresse une liste

des principaux polymères et des symboles abrégés courants, subdivisés en quatre types : thermoplastiques, thermodurcissables, élastomères et thermoplastiques élastomères.

Tableau II-3 : Les polymères majeurs

Nom	Acronyme
Polyéthylène	PE
Polyester	PET
Polypropylène	PP
Polystyrène	PS
Polyvinyle chlorure	PVC
Polyacétal	POM
Acrylique	PMMA
Polyamide	PA
Polycarbonate	PC
Polytétrafluoroéthylène	PTFE
Polyuréthane	PUR
Époxy	EP
Mélamine-formaldéhyde	MF
Urée-formaldéhyde	UF
Polyester insaturé	UP
Phénolique	PF
PUR Polyéthylène	PUR
Polyvinyle chlorure	PVC
Caoutchouc naturel	NR
Caoutchouc styrène-butadiène	SBR
Polybutadiène	BR
Caoutchouc butyle	BUTYL

Un thermoplastique fond et s'écoule avant d'atteindre sa température de dégradation. Les thermodurcissables se dégradent réellement, car la présence de réticulations ne permet pas l'écoulement de matière en vrac (c'est-à-dire la fusion) avant la dégradation. Les élastomères réticulés sont évidemment un sous-ensemble de thermodurcissables, mais sont considérés séparément en raison de leur extensibilité élevée. En outre, il existe des élastomères

thermoplastiques qui, à quelques exceptions près, sont des thermoplastiques qui fonctionnent comme des élastomères en dessous de la température de fusion ou des déformations élevées. Les quatre types peuvent également être généralement regroupés en fonction de leurs propriétés de déformation ou d'allongement avec les thermodurcissables non élastomères dont l'allongement est le plus bas ; les thermoplastiques ayant un allongement moyen et les élastomères, bien sûr, possédants les plus grandes propriétés d'allongement.

### II.2.3 Identifications des plastiques

L'identification des plastiques peut être aussi simple que de trouver le code d'identification de la résine (généralement au bas du composant) ou aussi complexe que de séparer la résine de base de la charge, des renforts et des colorants à analyser par spectroscopie infrarouge (IR). Les codes d'identification des résines élaborés par la Society of Plastics Industry en 1998 sont présentés dans la Figure II-1. Malgré le désir de nombreuses personnes de recycler, de nombreuses communautés ne recyclent souvent que des plastiques en polyester (polyéthylène téréphtalate [PET]) et en PEHD. En fait, les entreprises de recyclage locales aux États-Unis enterrent souvent les plastiques dans une décharge, soit avec le reste des déchets, soit dans des emplacements séparés, apparemment pour les extraire ultérieurement.

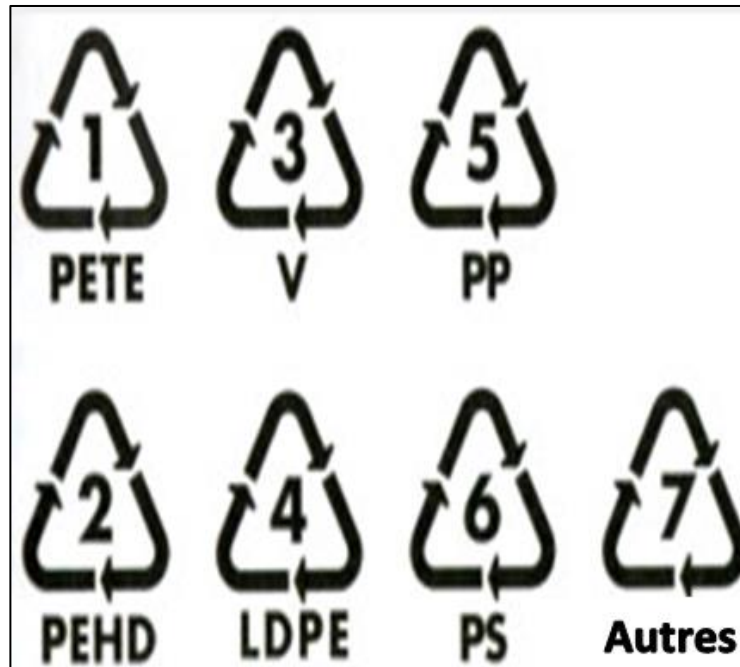


Figure II-1 Identifications des matières plastiques

Les matières recyclables collectées sont également expédiées des États-Unis en balles plastiques en Asie. Les produits fabriqués à partir de résine vierge présentent une meilleure

apparence et de meilleures propriétés (mécaniques et autres) que ceux fabriqués avec du contenu recyclé. Le contenu recyclé peut retourner directement dans des produits qui ont les mêmes exigences de performance que le produit d'origine à partir duquel le matériau a été recyclé. Il existe même des cas limités d'upcycling, où le nouveau produit est considéré comme ayant plus de valeur que l'original. Cependant, bien que cela puisse se produire, cela n'implique pas nécessairement que le nouveau produit possède des performances mécaniques, électriques ou environnementales améliorées. Ainsi, il est typique que la plupart des produits contenant du plastique recyclé soient destinés à des applications qui sont considérées comme étant recyclées, de sorte que le nouveau produit a moins de valeur et généralement de performances d'ingénierie que l'original. Cependant, des exemples tels que le bois d'œuvre en plastique et les clôtures montrent qu'il est économiquement faisable et avantageux pour l'environnement de créer ces produits avec du contenu recyclé. En raison de considérations esthétiques et de performances, le contenu recyclé est souvent <25 %.

Le premier test que l'on effectue consiste à déterminer si le matériau est ou non thermoplastique ou thermodurci. Cela peut être effectué avec une tige chauffée (ou un fer à souder) à 260 °C (500 °F) ou une plaque chauffante. Le deuxième test consiste à déterminer la densité. Un test rapide de densité est de savoir si le polymère flotte ou non. S'il flotte, il s'agit soit de polypropylène (PP), soit de polyéthylène (PE). La présence de chlore peut être détectée en faisant fondre une partie du polymère sur une tige de cuivre chauffée. La tige est ensuite placée dans une flamme, si la flamme devient verte, cela indique la présence de chlorure de cuivre. Ce test est un sous-ensemble d'une gamme de tests appelés tests de combustion, où le polymère est placé dans une flamme et la réponse est notée. Certains matériaux s'éteindront d'eux-mêmes lorsqu'ils seront retirés de la flamme et d'autres continueront de brûler. Les observations de ces tests de brûlure nous permettent de parcourir un organigramme d'observations (couleur de fumée et odeur) pour potentiellement identifier le polymère. L'une des premières codifications de cette méthodologie a été documentée dans Lavioe [64]. Bien que l'original de cette codification sous forme de graphique soit presque impossible à obtenir, il existe dans de nombreux endroits (presque tous mal référencés) sur Internet. Une autre version de cet organigramme se trouve dans Shah[65]. Il existe également des textes sur l'identification des plastiques, tels que Braun [66]. Peut-être l'une des meilleures recommandations pour identifier un polymère inconnu est d'avoir une série de polymères connus pour la comparaison que ces tests sont effectués. Des précautions doivent être prises, car de nombreux matériaux libèrent des gaz toxiques lorsqu'ils sont chauffés ou

brûlés (par exemple, lorsqu'ils sont brûlés, le chlorure de polyvinyle [PVC] produit du gaz HCl). La méthode d'identification la plus fiable (longue et coûteuse) consiste à utiliser des mesures de spectroscopie infrarouge pour déterminer le matériau. La collection Rapra de spectres infrarouges de caoutchoucs, plastiques et élastomères thermoplastiques [67] peut être utilisée pour comparer le spectre d'un matériau d'essai aux spectres de référence. Les spectres de transmission dans cette référence sont obtenus soit à partir de couches minces coulées ou moulées, soit dans le cas de matériaux réticulés par pyrolyse du matériau dans un tube en Pyrex.

#### **II.2.4 Matières premières et production des polymères**

Comme l'illustre la figure II-2, ce sont les matières premières ou ressources primaires à partir desquelles les polymères produits sont le pétrole brut, le gaz naturel, et le chlore. Ceux-ci sont raffinés en produits pétrochimiques de base tels que l'éthylène, le propylène, le styrène et le butadiène. Ils sont ensuite transformés en divers matériaux polymères. Pendant le traitement, d'autres matières premières non pétrochimiques telles que des charges ou des fibres de renforcement peuvent être ajoutées à des fins de couleur, de résistance.

Précurseur de base	Monomère	Polymère
Pétrole Pétrole brut Gaz naturel	Éthylène	PE
	Propylène	PP
	Butadiène	SBR
	Styrène	PS
Chlore + Pétrole	Chlorure de vinyle	PVC
	Chlorure de vinylidène	PVDC
Amidon de maïs ou canne à sucre	Acide lactique	PLA
Canne à sucre	Ethylène	PE
		PP

Figure II-2 : Fabrication de produits à base de polymères

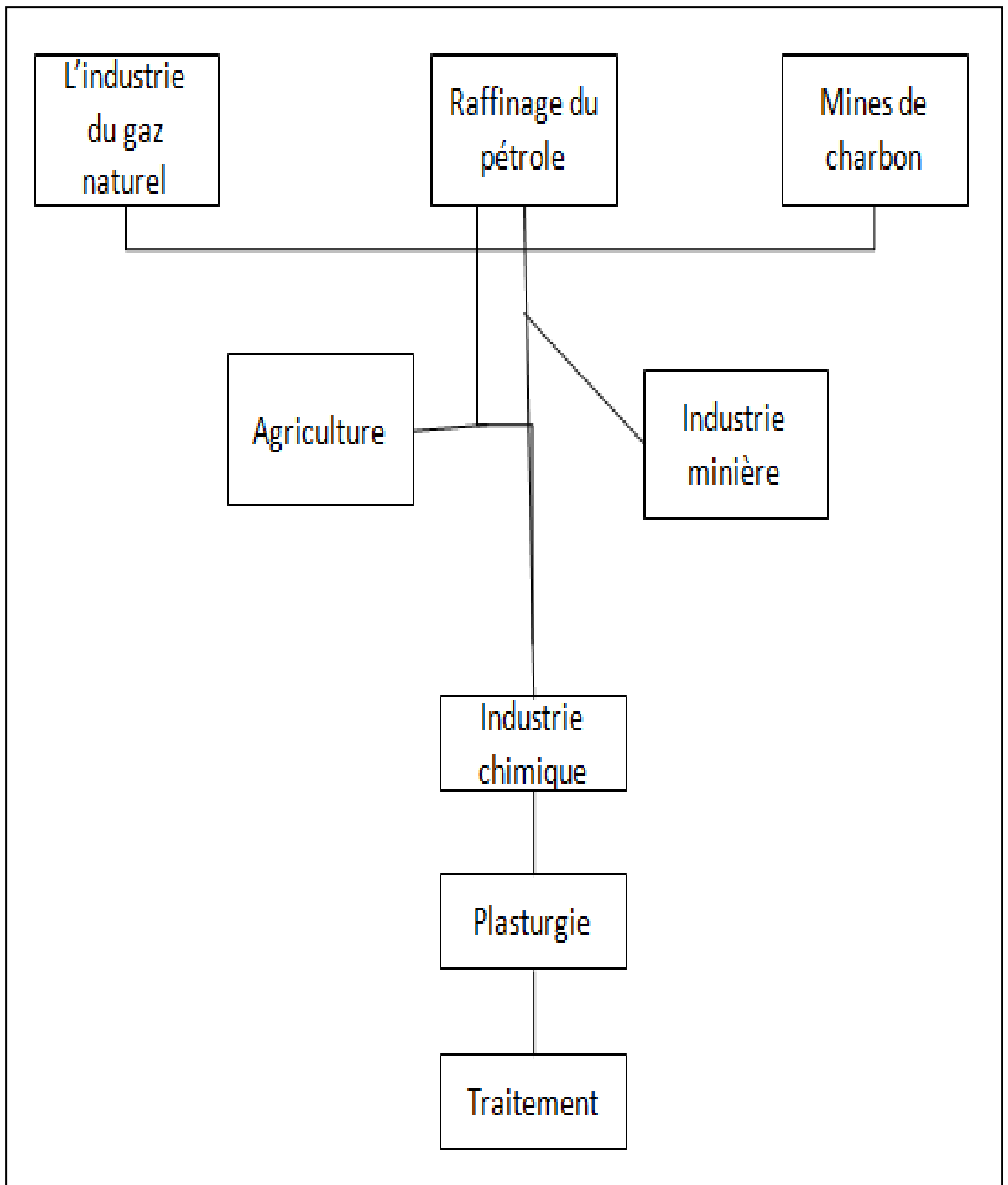


Figure II-3 : Organisation de l'industrie plastique

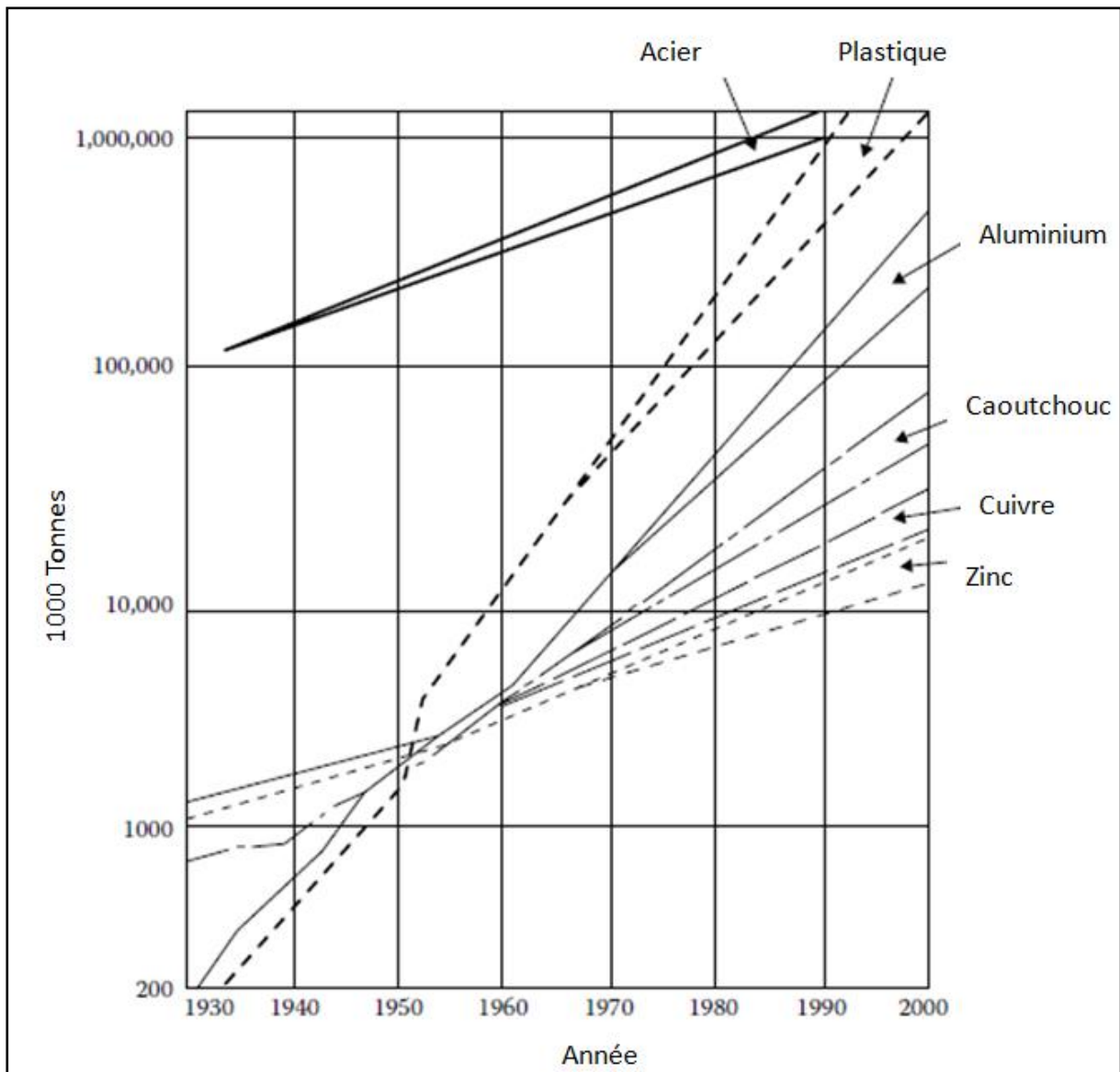


Figure II-4 : Consommation mondiale du plastique par rapport au fer et à l'acier [68]

La figure II-3 montre l'organisation de l'industrie des plastiques, depuis l'extraction des matières premières jusqu'au traitement final des produits finaux en polymère. La figure II-4 illustre comment l'utilisation des plastiques a augmenté au cours du siècle et comment, au milieu des années 80, l'utilisation des plastiques était à peu près égale à celle du fer et de l'acier. On peut ainsi percevoir à quel point cela est important dans la conception. Par exemple, l'automobile. En 2010, la voiture moyenne avait 150 kg de plastiques et composites d'environ 8,3 % en poids [69]. On peut reconnaître comment une crise pétrolière pourrait affecter la disponibilité des matières premières et l'utilisation future des plastiques par rapport aux métaux.



## II.2.5 Chimie des polymères

### II.2.5.1 Polymérisation

Deux mécanismes entièrement différents sont utilisés pour la synthèse de polymères lors de la polymérisation.

Le premier type de réaction est appelé polymérisation par étape où la croissance des macromolécules est le résultat de réactions chimiques classiques entre les groupements fonctionnels réactifs des monomères.

Une réaction de polycondensation avec libération d'un sous-produit de la réaction, (souvent de l'eau...) est une réaction de polymérisation par étape.

Le deuxième type de réaction est appelé polymérisation en chaîne et résulte de la formation d'un centre actif A\* qui fixe de façon successive de nombreuses molécules de monomère :



Le polymère obtenu présente un degré de polymérisation n+1.

Une réaction de polyaddition sans libération de sous produit est une réaction de polymérisation en chaîne. Dans ce cas, le mécanisme implique généralement l'ouverture d'une double liaison (C=C, par exemple) ou l'ouverture d'un cycle.

#### II.2.5.1.1 Représentation schématique de la polymérisation

La chimie macromoléculaire peut se représenter de façon stylisée et schématique sous la forme d'un jeu de construction en deux ou trois dimensions où les macromolécules en présence sont représentées sous la forme de billes reliées les unes aux autres.

Chacune des billes peut être liée à deux ou quatre autres, suivant sa constitution. Celles-ci possèdent des propriétés physico-chimiques intrinsèques pouvant également être schématisées. La bille peut être simple ou plus complexe en fonction de ses propriétés propres. Des groupements chimiques fonctionnels peuvent être représentés par de petits bras attachés sur la bille monomère et leur fonction spécifique peut être, elle aussi, représentée.

Par exemple, un groupement fonctionnel acide sera représenté par un bras portant un signe négatif (-) à son extrémité.

La liaison covalente fonctionnelle du monomère est elle aussi schématisée dans la bille du monomère. Sur la figure II-5 où est représenté l'acide acrylique, la bille représente le squelette carboné, le bras représente le groupement fonctionnel acide carboxylique (-COOH) capable d'être ionisé en présence d'eau. La double liaison réactive est représentée par le symbole = dans la bille.

D'autres monomères plus complexes peuvent être représentés de la même façon.

La chimie macromoléculaire des polymères en odontologie cosmétique fait appel à la polymérisation en chaîne et plus particulièrement à la polymérisation radicalaire où la croissance du polymère a lieu par addition des molécules de monomère en fin de chaîne.

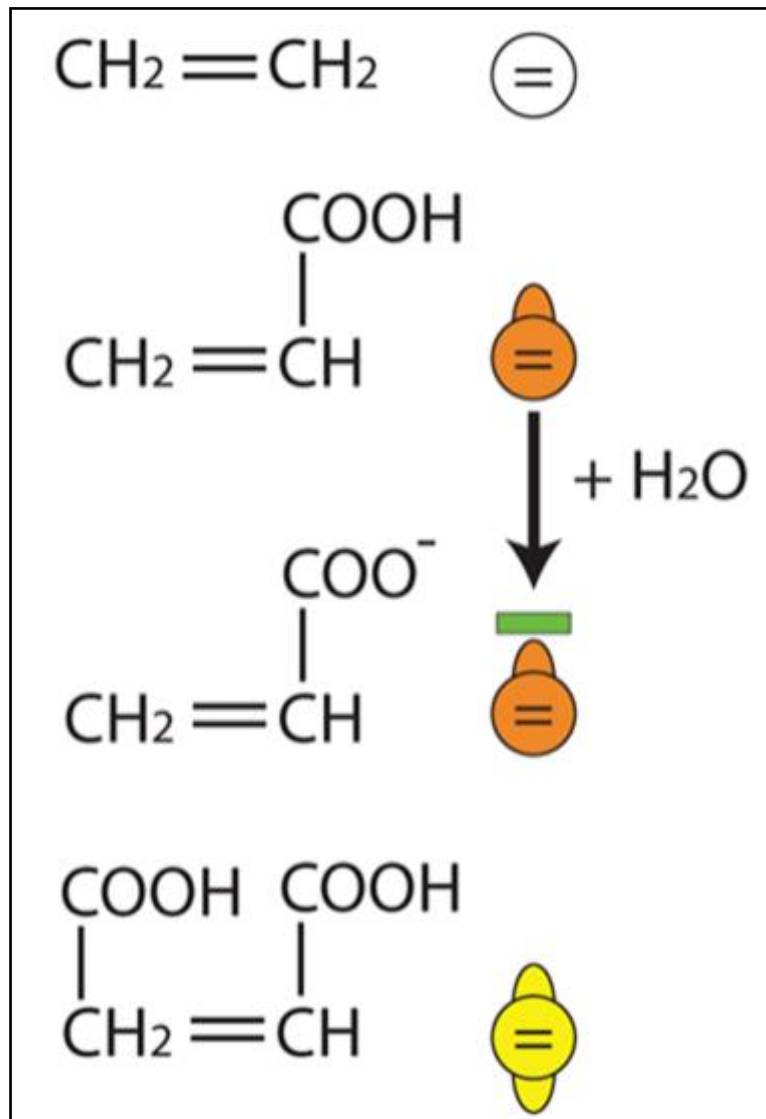


Figure II-5 Représentation schématique d'un monomère (éthylène en blanc, acide acrylique en orange, maléique en jaune)

### II.2.5.1.2 Polymère radicalaire

Un amorceur de la réaction chimique peut être excité par la chaleur ou par la lumière. En odontologie, la photopolymérisation est fréquemment utilisée pour les matériaux composites dont la matrice est un polymère.

Un photo-amorceur excité se transforme en un radical libre très instable qui va interagir avec le monomère le plus proche. Celui-ci est une molécule porteuse d'une double liaison réactive. Le radical libre va capter un électron d'un des doublets électroniques de la double liaison pour former une liaison covalente entre l'amorceur et le monomère. Cette réaction a consommé un

électron du radical libre et un électron de la double liaison du monomère. L'autre électron de cette double liaison va chercher très rapidement lui aussi à se lier et va ouvrir la double liaison d'un autre monomère...etc.

La molécule formée de l'amorceur et du monomère devient un radical libre qui va réagir avec un autre monomère proche, porteur d'une double liaison. C'est la propagation de la réaction de polymérisation radicalaire.

Cette propagation se fait très rapidement dans le milieu réactionnel jusqu'à la terminaison pour aboutir à la formation de macromolécules d'un haut poids moléculaire. La polymérisation radicalaire d'un copolymère d'acide acrylique et méthacrylique est représentée sur la figure II-6.

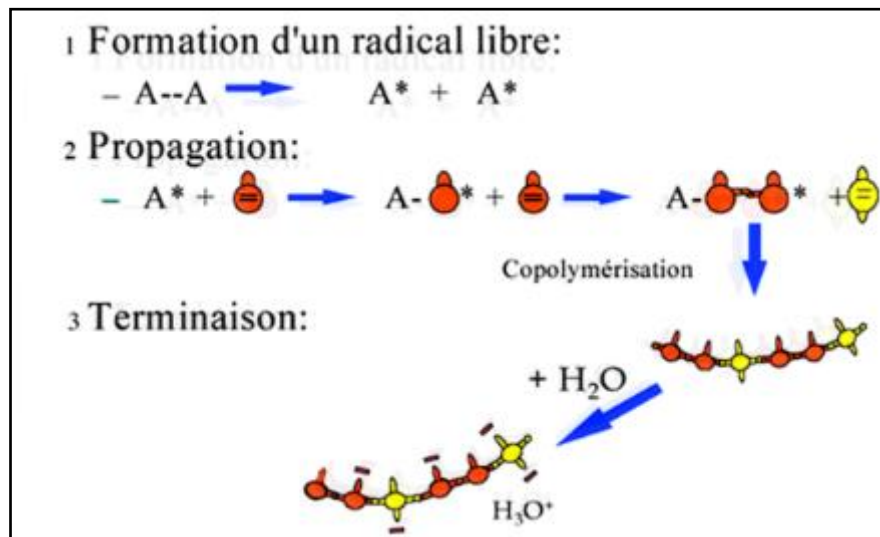


Figure II-6 Représentation schématique de la polymérisation radicalaire d'un copolymère d'acide acrylique (billes oranges) et méthacrylique (billes jaunes).

### II.2.5.2 Degré de polymérisation et masse moléculaire

Un polymère peut être caractérisé par son degré de polymérisation ou sa masse moléculaire. Le degré de polymérisation est le nombre total de monomères contenus dans une macromolécule.

Lorsque ce degré de polymérisation (DP) est inférieur à 30, on parle d'oligomère et lorsqu'il est supérieur à 30, c'est un polymère.

Lorsqu'on observe un polymère de synthèse ou un polymère naturel, il est souvent constitué d'un mélange de chaînes macromoléculaires de tailles différentes avec des degrés de polymérisation différents.

La masse moléculaire  $M$  d'un matériau polymère est calculée de deux façons :

$M_w$  : est la masse moléculaire moyenne de toutes les macromolécules présentes dans le matériau,

$M_n$  : est la masse moléculaire majoritaire dans le mélange.

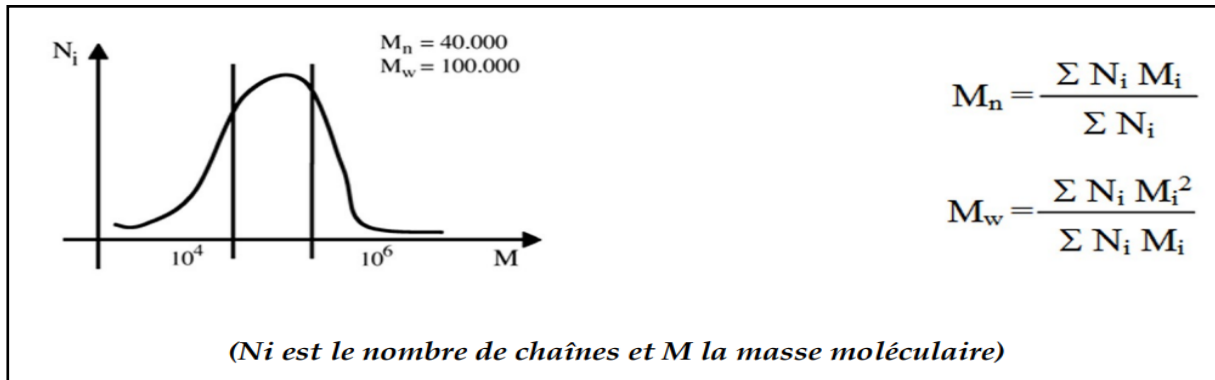


Figure II-7 Distribution des masses moléculaires d'un polymère poly-dispersé

Lorsque  $M_n$  est égale à  $M_w$ , toutes les chaînes macromoléculaires du polymère ont la même masse moléculaire et le même degré de polymérisation. Un copolymère résulte de l'union, régulière ou non de plusieurs motifs monomères différents.

### II.2.5.2.1 Polymère linéaire

Les polymères linéaires sont constitués de grandes chaînes de monomères reliés entre eux par des liaisons covalentes. Ces macromolécules sont liées entre elles par des liaisons secondaires qui assurent la stabilité du polymère. Ces liaisons secondaires sont des liaisons ou ponts hydrogène ou des liaisons de Van der Waals. Lorsque ces liaisons existent, le matériau devient rigide et présente un comportement de solide.

Si la température s'élève, l'agitation moléculaire qui en résulte va rompre progressivement ces liaisons secondaires. Le matériau va pouvoir s'écouler sous son propre poids : il présente alors le comportement d'un liquide visqueux.

La température à laquelle se produit cette évolution s'appelle la température de transition vitreuse.

La transition vitreuse correspond à l'apparition de mouvements de longs segments de chaîne et marque le passage de l'état vitreux à l'état caoutchoutique. La figure II-8 donne différents exemples de polymères linéaires.

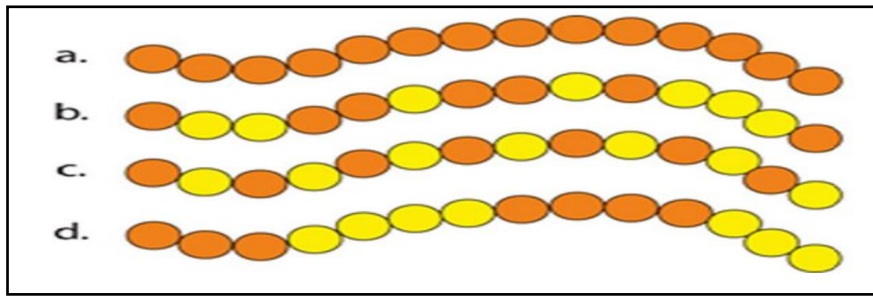


Figure II-8 polymères linéaires (a: homopolymère, b : copolymère statistique, c : copolymère alterné, d : copolymère séquencé)

Les propriétés mécaniques des copolymères varient en fonction du type et de la disposition des monomères. Les rotations de la chaîne sont facilitées ou au contraire rendues plus difficiles en fonction de la nature, de la disposition et de l'encombrement de chacun des monomères.

### II.2.5.2.2 Polymère ramifié

Des chaînes homopolymériques ou copolymériques peuvent se greffer sur d'autres chaînes au cours de la polymérisation. Au dessus de la température de transition vitreuse, ces matériaux présenteront comportement visqueux plus marqué que les polymères linéaires.

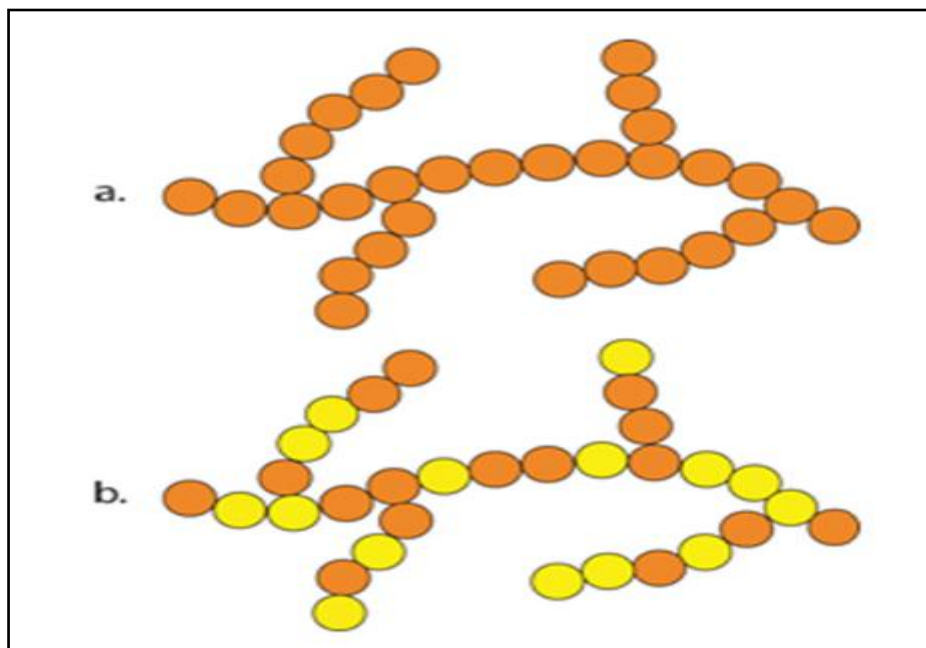


Figure II-9 Homopolymère ramifié (a) et copolymère ramifié (b)

### II.2.5.2.3 Polymère réticulé

La réticulation correspond à la formation de liaisons chimiques suivant les différentes directions de l'espace au cours d'une polymérisation, d'une polycondensation ou d'une polyaddition, et qui conduit à la formation d'un réseau.

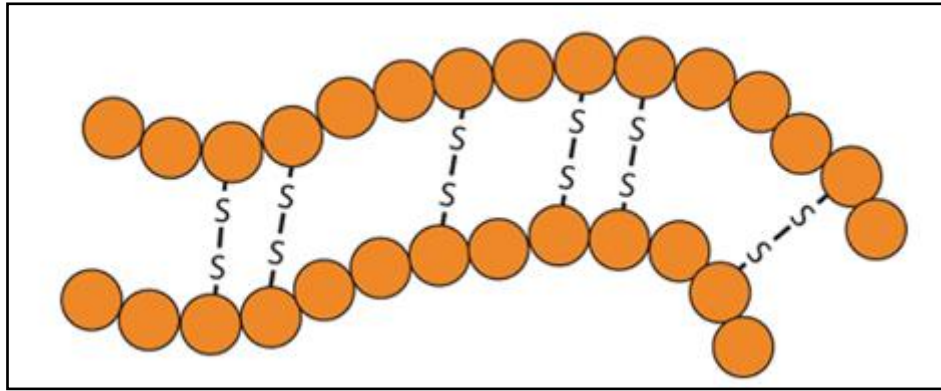


Figure II-10 Polymère réticulé avec ponts di-sulfure reliant deux chaînes.

#### II.2.5.2.4 Polymère amorphe et polymère cristallisé

Les chaînes macromoléculaires peuvent être organisées de façon aléatoire dans l'espace et constituer ainsi une phase amorphe. La phase amorphe est, en théorie équivalente à un liquide « figé », sans ordre moléculaire à grande distance. Il existe néanmoins des orientations macromoléculaires préférentielles. Elles peuvent être rangées régulièrement avec la constitution d'un ordre responsable d'une propriété caractéristique de l'état cristallin : l'aptitude du matériau à diffracter les rayons X selon des angles définis. Ces structures peuvent aussi être objectivables en lumière polarisée.

Dans un polymère, les deux états ordonnés et désordonnés peuvent exister dans un même matériau qui est alors de nature semi-cristalline.

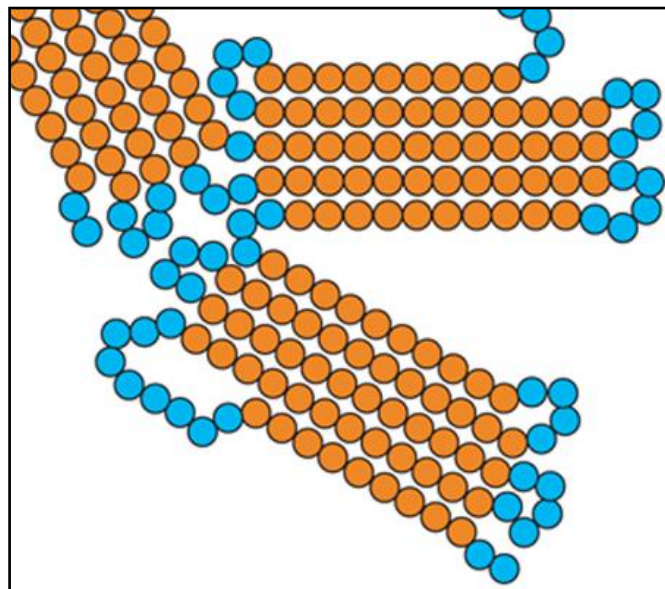


Figure II-11 Représentation schématique d'un polymère semi-cristallisé

### **II.2.5.3 Structures et propriétés**

Les polymères présentent des caractéristiques mécaniques propres. Ils manifestent un comportement vitreux lorsqu'ils sont amorphes, des caractéristiques de fibres lorsqu'ils sont cristallisés mais également un comportement visco-élastique.

Ces différents états dépendent principalement de la nature chimique du polymère et de la température. La nature chimique des macromolécules est liée à leur origine qui est soit naturelle, soit synthétique.

Leur structure, leur masse moléculaire, leur caractère linéaire ramifié ou non, réticulé ou non déterminent fortement leurs propriétés physico-chimiques. Le paradoxe des macromolécules est que des chaînes très différentes par leur composition chimique peuvent avoir des propriétés physiques analogues. Certains polyesters ou silicones présentent des propriétés viscoélastiques analogues à certains hydrocarbures insaturés. À l'inverse, des polymères à chaînes chimiquement identiques peuvent avoir des propriétés physiques totalement différentes. Un même composé peut être hautement élastique ou complètement amorphe en fonction de la température et de l'arrangement macromoléculaire.

#### **II.2.5.3.1 Polymères thermoplastiques, thermodurcissables**

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

- Une résine thermoplastique est constituée de chaînes linéaires ou ramifiées à liaisons covalentes. Ces chaînes sont liées entre elles par des liaisons faibles de type Van der Waals et hydrogène par exemple. Les thermoplastiques peuvent être dissous dans certains solvants et se ramollissent à la chaleur d'où le terme « thermoplastique ».
- Une résine thermodurcissable est constituée de chaînes linéaires réticulées entre-elles. Les chaînes sont liées dans l'espace par des liaisons fortes de type covalent. Nous sommes donc en présence d'un réseau tridimensionnel insoluble et infusible.

#### **II.2.5.3.2 Cas particulier de la famille des résines acryliques**

L'utilisation de monomères monofonctionnels comme l'acide acrylique (Figure II-12) permet une croissance de chaîne dans deux directions de l'espace. Le polymère final est de type linéaire, soluble et fusible. Ses fonctions hydrophiles carboxyliques vont s'ioniser en milieu aqueux.

Si, à la place d'un acide acrylique ou maléique, est utilisé du méthacrylate de méthyle qui présente une structure chimique équivalente mais sans groupement acide carboxylique, les

chaînes macromoléculaires linéaires obtenues sont hydrophobes. Le polyméthacrylate de méthyle n'est pas soluble dans l'eau mais dans des solvants organiques et c'est une résine thermoplastique qui se ramollit à la température (supérieure à 110°C). Elle est utilisée principalement pour les bases de prothèses adjointes. Historiquement les résines acryliques furent les premières résines à être employées pour l'obturation de cavités avant l'utilisation des composites dentaires. C'est pourquoi nous étudierons ces résines pour pouvoir les comparer avec les résines qui les ont remplacées en odontologie restauratrice.

Il existe trois molécules de base pour obtenir des résines acryliques par polymérisation du monomère acrylique, en ouvrant les doubles liaisons C=C.

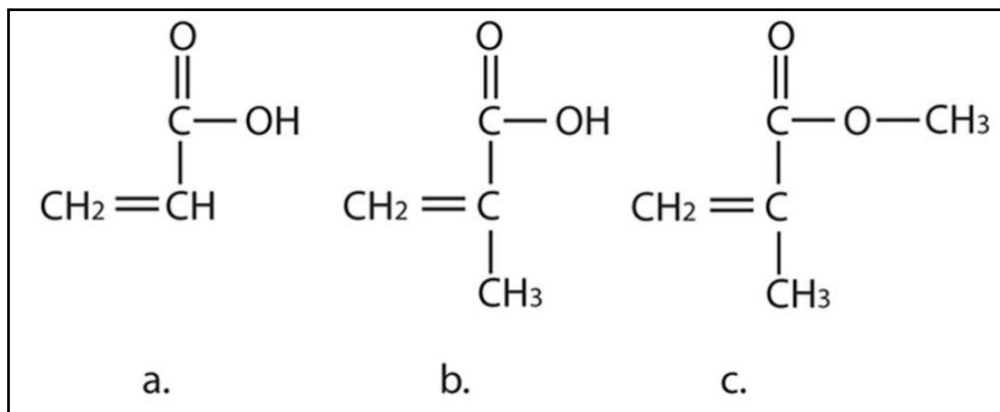


Figure II-12 Acide acrylique (a), acide méthacrylique (b) et méthacrylate de méthyle (c)

Si l'on utilise du méthacrylate de méthyle, grâce à la chaleur et à un catalyseur qui ouvre les doubles liaisons C=C, on obtient après polymérisation du polyméthacrylate de méthyle. Ce sont des réactions de type radicalaire.

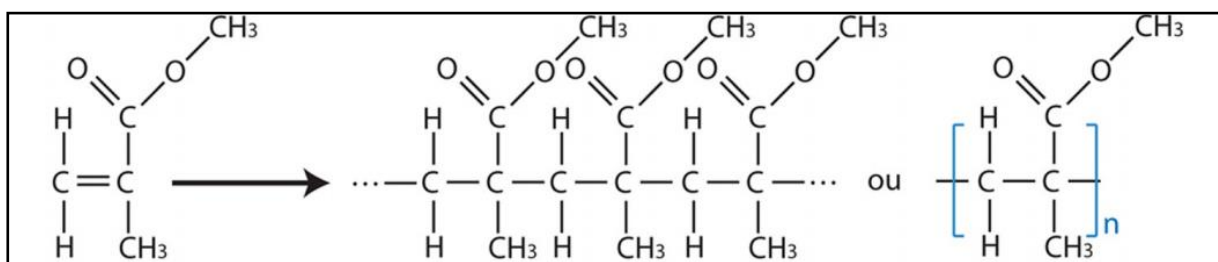


Figure II-13 Polymérisation radicalaire du méthacrylate de méthyle

C'est une résine qui appartient à la classe des résines thermoplastiques dont le ramollissement ou température de transition vitreuse T<sub>g</sub> est à 105°C. Sous cette température, le PMMA est rigide et se comporte comme un verre organique. Au dessus de 125°C, le polymère devient souple et capable de se déformer.

Ce polymère présente certaines propriétés intéressantes :

- Très grande transparence, très limpide avec un aspect brillant,



- Propriété optique exceptionnelle (transmission lumineuse supérieure à celle du verre, transparence, limpidité, brillance) : Indice optique de 1,49,
- Excellente résistance aux agents atmosphériques,
- Excellente tenue à la corrosion,
- Légèreté : densité de 1,19 g/cm<sup>3</sup> (beaucoup plus léger que le verre).
- La contraction volumique lors de la polymérisation peut atteindre 21 %.
- Dureté Knoop de 18 à 20
- Résistance à la traction de 60 Mpa avec un module de Young de 2,4 Gpa

Pour modifier les propriétés de ces résines, des monomères bi-fonctionnels de type éthylène diméthacrylate sont ajoutés aux monomères de méthacrylate de méthylemono-fonctionnel. Ces monomères bi-fonctionnels présentent deux doubles liaisons C=C, de ce fait, quatre liaisons covalentes par monomères de ce type deviennent possibles. Ce monomère permet des pontages entre chaînes et donc une réticulation des chaînes macromoléculaires.

En odontologie, pour réaliser les bases des prothèses amovibles, les produits sont présentés d'une part sous forme d'une poudre contenant le polymère, les pigments roses, le catalyseur, et d'autre part d'un liquide contenant le monomère et une quinone qui inhibe la réaction. Le polymère est dissous dans son monomère pour le mettre dans un moule de la base de la base d'une prothèse amovible avant chauffage.

Ces résines peuvent également être utilisées pour réaliser des couronnes et des bridges provisoires. Dans ce cas, les pigments rappellent la couleur de la dent. Un accélérateur est ajouté au liquide pour accélérer la cinétique de la polymérisation à température ambiante dès le mélange et la rendre ainsi compatible avec une utilisation clinique. Ces résines ont été abandonnées pour les obturations plastiques à cause principalement de leur important coefficient de dilatation thermique, de leur important retrait de polymérisation et de leur rigidité trop faible. Elles sont remplacées par les composites avec une matrice polymère fortement modifiée et présence de charges minérales ou organo-minérales. Ces matériaux sont également développés dans le chapitre « les résines composites ».

Dans le cas des composites, le praticien va initialiser la réaction de polymérisation in situ en stimulant des photo-amorceurs avec une lampe à lumière blanche. Le monomère le plus utilisé en odontologie cosmétique est le monomère de Bowen qui est, comme tous les monomères actuellement utilisés pour les composites, un monomère R-diméthacrylé.

Cette molécule présente une structure à plusieurs niveaux, rendant sa représentation schématique plus complexe. Les extrémités de la molécule sont constituées d'un ester de

l'acide méthacrylique. Ce groupement fonctionnel, en jaune sur la figure II-14, possède la double liaison réactive pour la polymérisation.

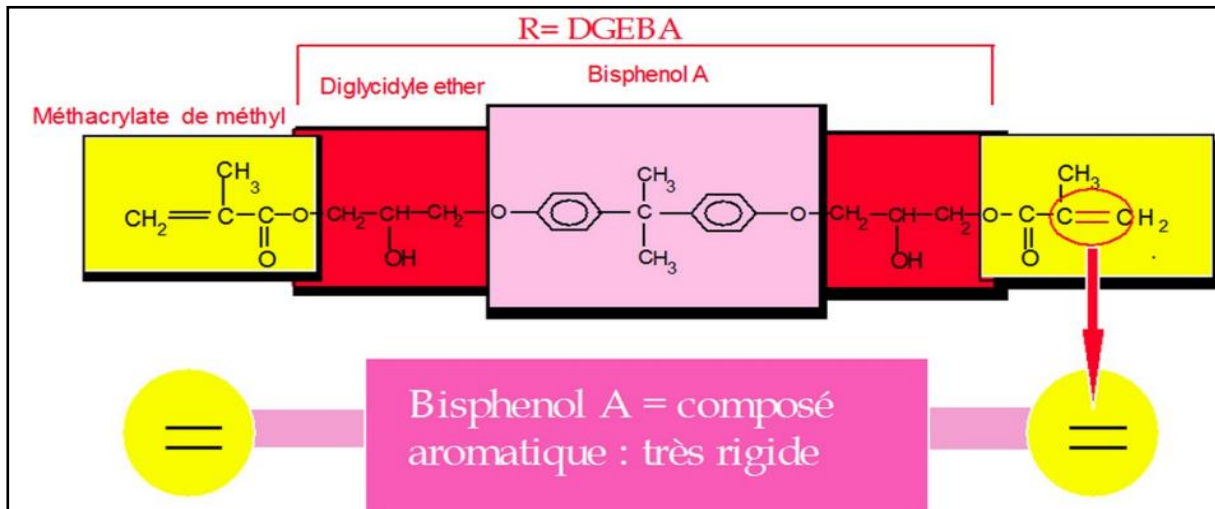


Figure II-14 Représentation schématique du monomère de Bowen

## II.2.6 Polyéthylène Haute Densité

Notre étude expérimentale s'intéresse à un nouveau matériau composite qui a une matrice en PEHD. Le PEHD ou le polyéthylène de haute densité PEHD est un polymère thermoplastique produit à partir du monomère éthylène. Il est parfois appelé « alcathène » ou « polyéthylène » lorsqu'il est utilisé pour les tuyaux en PEHD [72]. Avec un rapport de résistance/densité élevé, le PEHD est utilisé dans la production de bouteilles en plastique, de tuyaux résistants à la corrosion, de géomembranes et des meubles. Le PEHD est généralement recyclé et porte le numéro « 2 » comme code d'identification de la résine. En 2007, le marché mondial du PEHD a atteint un volume de plus de 30 millions de tonnes. [73]

Le PEHD est connu pour son rapport résistance/densité élevé [74]. La densité du PEHD peut aller de 930 à 970 kg/m<sup>3</sup>[75]. Bien que la densité du PEHD ne soit que légèrement supérieure à celle du polyéthylène de basse densité, le PEHD a peu de ramifications, ce qui lui confère des forces intermoléculaires et une résistance à la traction plus fortes que le LDPE. La différence de résistance dépasse la différence de densité, conférant au PEHD une résistance spécifique plus élevée [76]. Il est également plus dur et plus opaque et peut résister à des températures un peu plus élevées (120 °C/248 °F pendant de courtes périodes). Contrairement au polypropylène, le polyéthylène de haute densité ne peut pas résister aux conditions d'autoclavage normalement requises. L'absence de ramification est assurée par un choix

approprié de catalyseur (par exemple, les catalyseurs Ziegler-Natta) et les conditions de réaction.

Les propriétés physiques du PEHD peuvent varier en fonction du processus de moulage utilisé pour fabriquer un échantillon spécifique ; dans une certaine mesure, les méthodes d'essai normalisées internationales utilisées pour identifier ces propriétés pour un processus spécifique sont un facteur déterminant.

Tableau II-4 : Quelques propriétés thermophysiques du PEHD

Propriété	Valeur
Densité	940 kg/m <sup>3</sup>
Point de fusion	130. 8 °C
Température de cristallisation	111. 9 °C
Chaleur latente de fusion	178. 6 kJ/kg
La capacité thermique spécifique	1330 to 2400 J/kg-K
Chaleur spécifique	1. 9 kJ/kg. °C
Cristallinité	60 %
Conductivité thermique	0. 44 W/m. °C

## II.3 Bois

### II.3.1 Structure et propriétés mécaniques du bois

Le bois est composé de cellules aux parois lignocellulosiques particulièrement efficaces d'un point de vue mécanique, ce qui permet aux arbres d'atteindre des records de taille et de longévité dans le monde vivant. Macroscopiquement, c'est un matériau ligneux et compact qui compose les branches, le tronc et les racines des arbres et des arbustes (figure II-15). Au niveau microscopique, il s'agit d'un ensemble de tissus composé de fibres, de vaisseaux, de parenchyme et de trachéides (figure II-16). L'anatomie permet d'identifier les espèces, mais aussi d'appréhender les propriétés physiques et mécaniques qui en découlent [77][78][79].

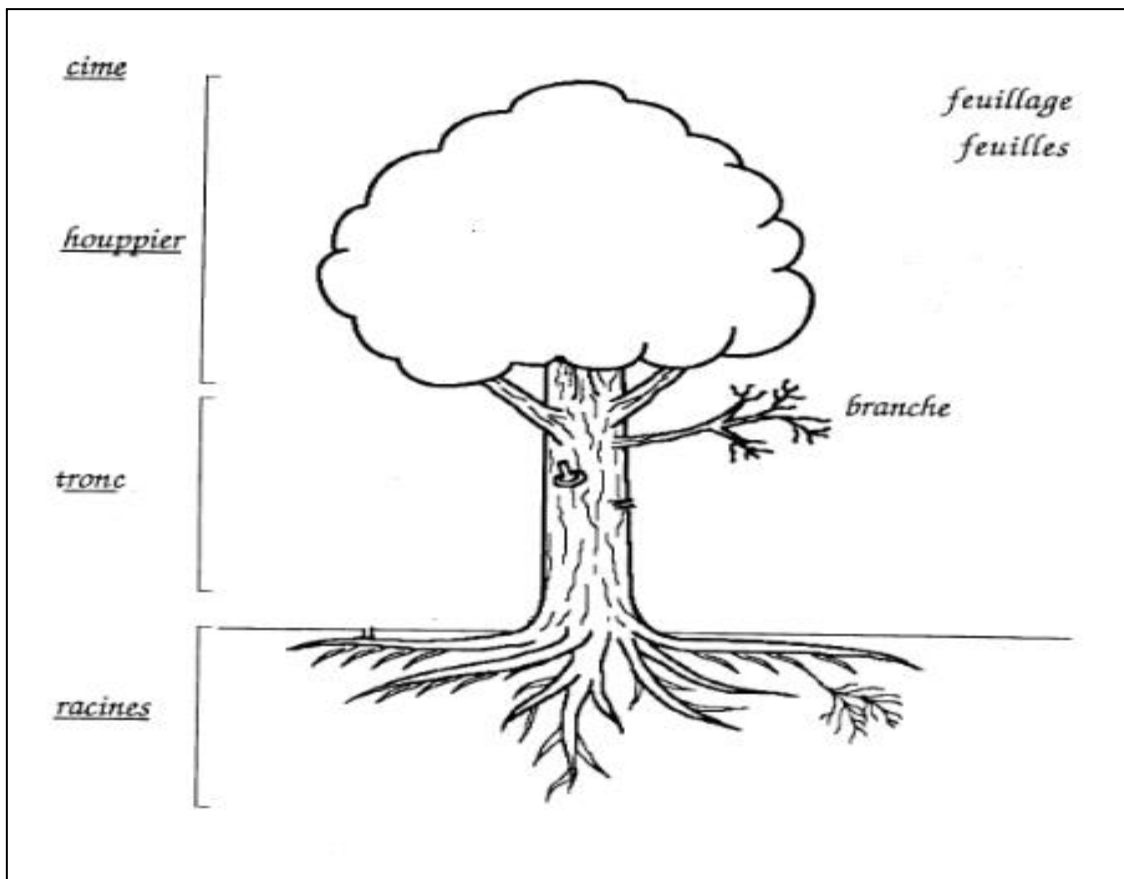


Figure II-15 : Différentes parties de l'arbre

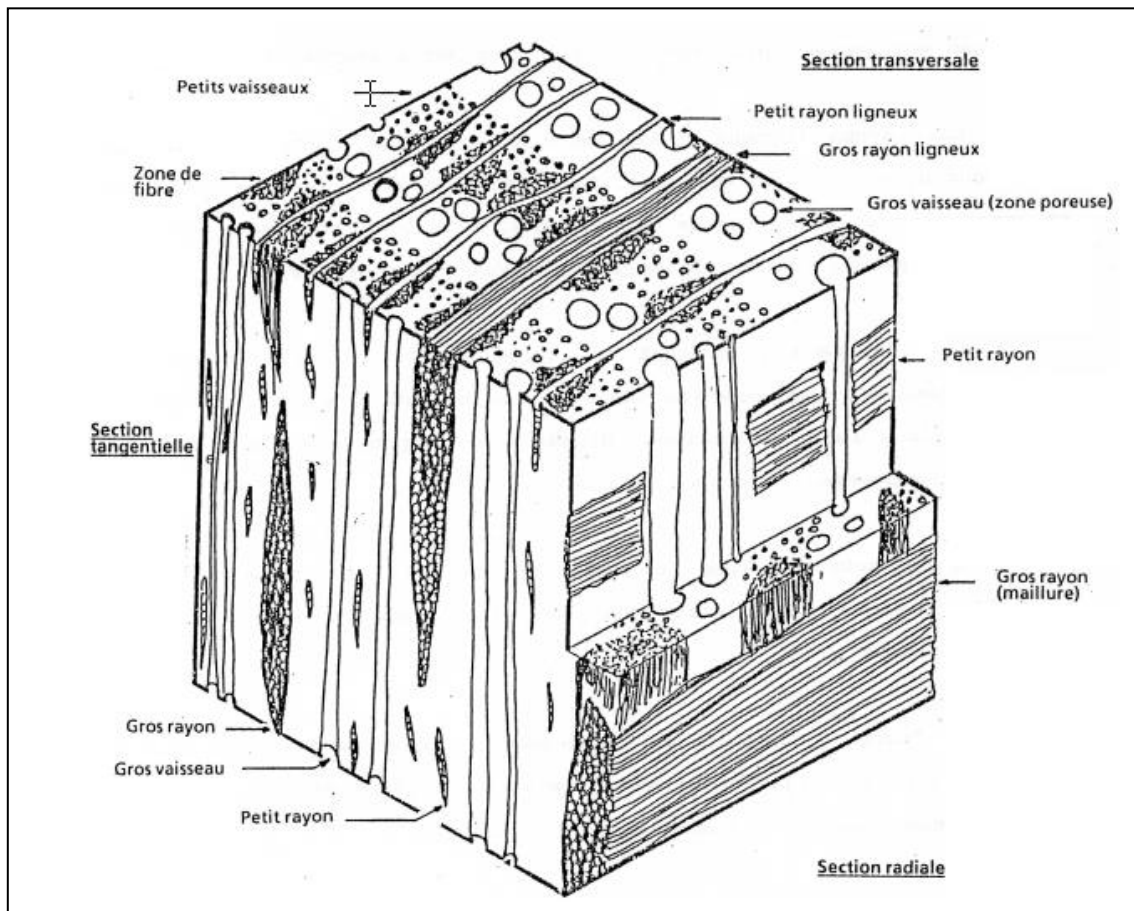


Figure II-16 : Structure du bois

### II.3.1.1 Point de vue macroscopique

Sur une coupe transversale du tronc de l'arbre, on peut observer, de l'extérieur vers l'intérieur, l'écorce, l'aubier, le bois parfait, la moelle, les rayons ligneux, les croissances annuelles, le bois initial, le bois final. . . [79]. (Figure II-17).

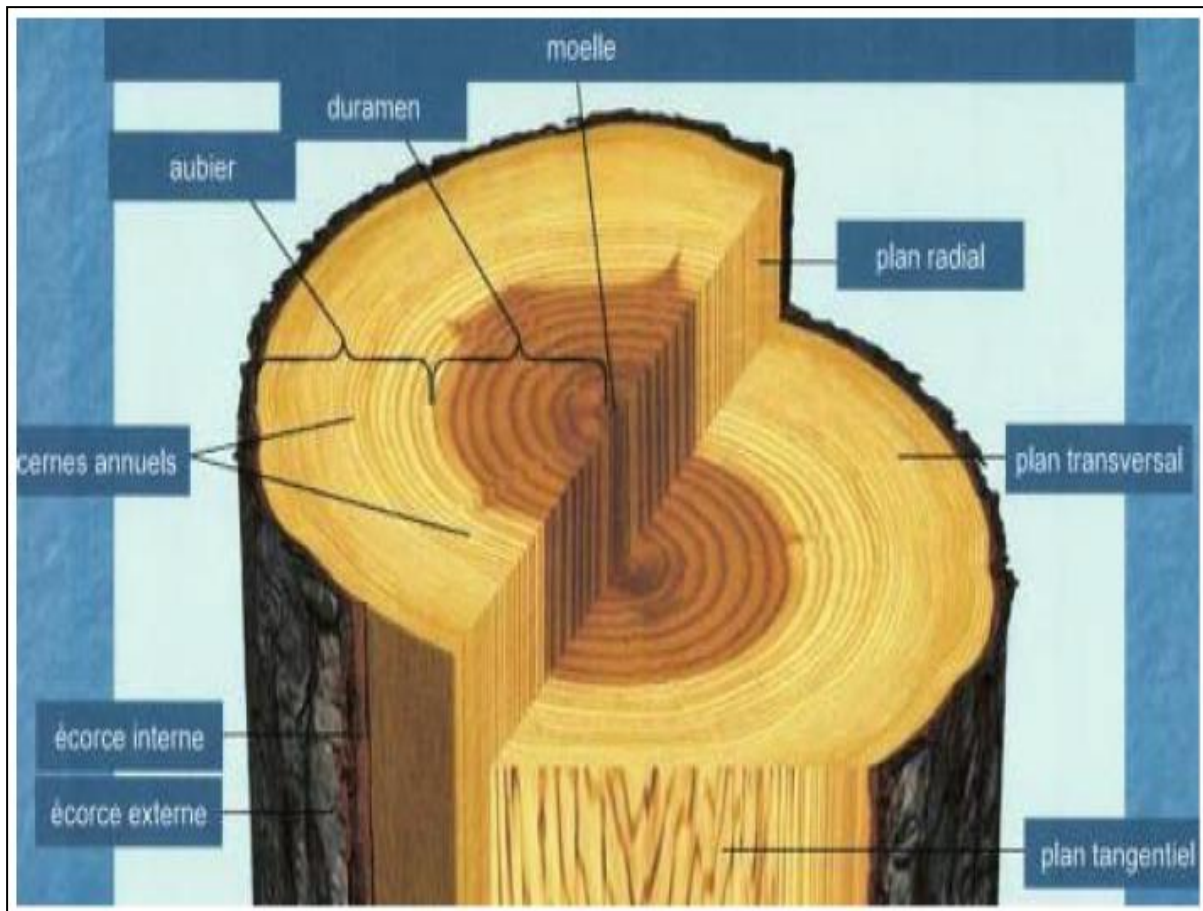


Figure II-17 : Coupe d'une grume montrant les différentes couches et plans du bois[79]

### II.3.1.2 Point de vue microscopique

Généralement, le bois est doté d'une organisation microstructurale extrêmement élaborée. Les résineux ont une structure anatomique simple composée principalement de deux types de cellules ; les trachéides et les cellules du parenchyme. En plus de ces deux cellules, d'autres éléments tels que les cellules sécrétoires longitudinales, les canaux sécrétoires longitudinaux et les canaux sécrétoires transversaux, sont présents chez certaines espèces en très petites quantités réparties de manière homogène (figure II-18). Les trachéides du bois de printemps ou longitudinal (figure II-18) constituent environ 90 % de toutes les cellules des résineux ; ils présentent de nombreuses perforations aréolaires leur permettant d'échanger différentes substances, tandis que celles du bois d'été ont une paroi plus épaisse et plus une fonction de support. Les cellules du parenchyme en orientation axiale et radiale, qui permettent le stockage des nutriments, sont également présentes dans la structure des conifères. Enfin, dans certains conifères, des canaux en résine sont rencontrés dans les directions axiale, radiale ou dans les deux sens [79].

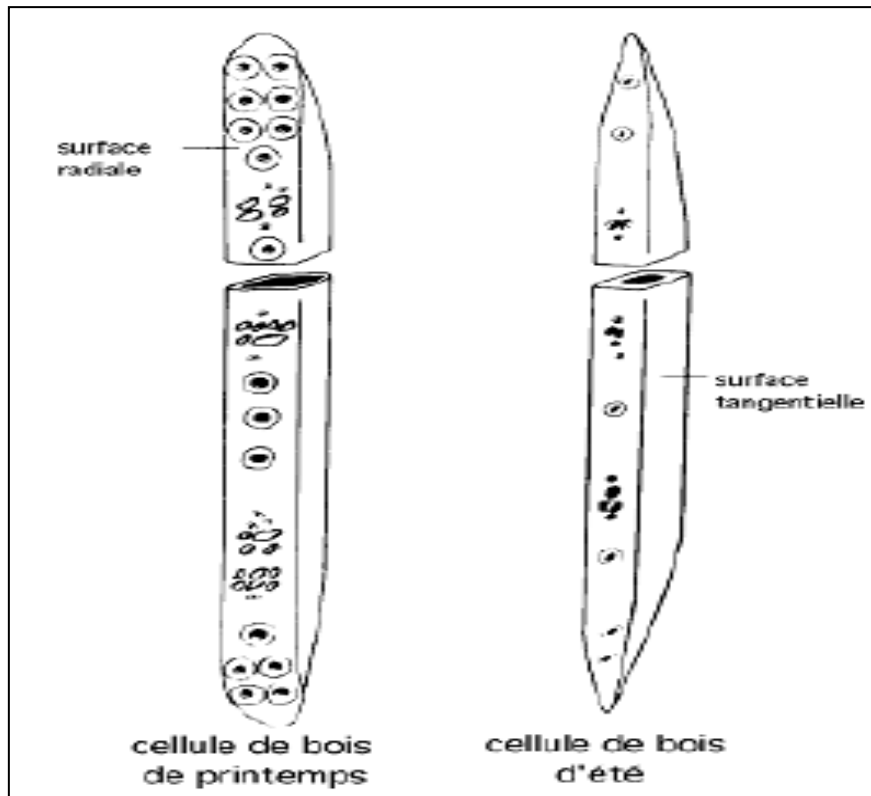


Figure II-18 : Représentation schématique d'une cellule de bois de printemps et d'une cellule de bois d'été. La longueur des cellules est environ 100 fois plus grande que leur largeur[79]

L'anatomie du bois dur est plus complexe que celle du bois tendre. En effet, la conduction de la sève et le support des arbres ne sont pas effectués par les mêmes cellules. Le bois serait hétéroxylé[79].

Il existe plusieurs éléments :

Les fibres Libriformes sont des éléments-supports disposés longitudinalement dans le sens de l'axe de l'arbre. Ils sont en forme de fuseau et n'ont pas de signes de ponctuation.

Les fibres-trachéides ont une double fonction de conduction de la sève et de support de l'arbre.

Les rayons ligneux orientés dans le sens radial sont composés uniquement de cellules de parenchyme.

Les vaisseaux (ou pores) sont les cellules qui transportent la sève. Ils sont implantés longitudinalement dans le bois et peuvent ou non être juxtaposés.

Le bois est un matériau fibreux. Plus de 90 % du volume du résineux est constitué de fibres.

La figure II-19 montre une représentation schématique d'une cellule longitudinale. De l'extérieur vers l'intérieur, elle comprend la lamelle centrale (ML), la paroi primaire (P) ainsi que seulement trois couches pour la paroi secondaire (S1, S2, S3) [80].

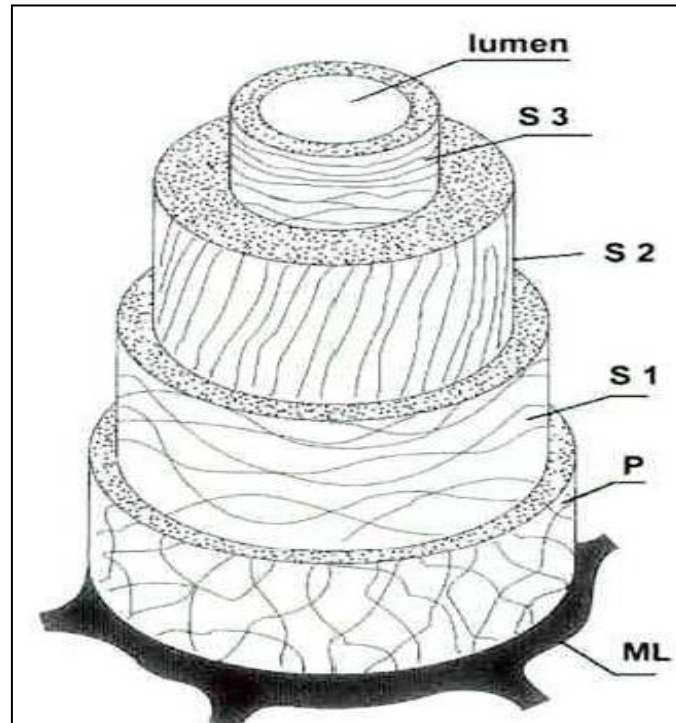


Figure II-19 : Schéma éclaté montrant la paroi des cellules unitaires de bois

(ML) Lamelle moyenne, (P) paroi primaire, (S1, S2, S3) couches de la paroi secondaire[80]

### II.3.1.3 Chimie du bois

Le bois est un matériau naturel qui se présente sous forme de polymère, d'un point de vue chimique, il est composé de :

- la cellulose : c'est un homopolymère linéaire dont la macromolécule est constituée d'une seule chaîne composée d'unités de  $\beta$ -D-glucose (figure II-20) ; les molécules de cellulose sont liées latéralement par des ponts hydrogène (faibles, mais nombreux) formant ainsi des fibrilles élémentaires dont l'ordre de section est de 3 à 5 nm [80][81].
- Les hémicelluloses : ce sont des polymères amorphes ramifiés dont la chaîne principale a des chaînes latérales. Les hémicelluloses (figure II-20) sont constituées d'unités de différents résidus polysaccharides [81].
- La lignine : elle est formée de macromolécules qui résultent de la polymérisation oxydative de trois alcools phénoliques : coumarylique, coniférylique et synapylique



(Figure II-20). La nature aromatique de l'unité phénolique rend la lignine hydrophobe et sa structure tridimensionnelle présente une grande rigidité [80] (Rowell, 1984).

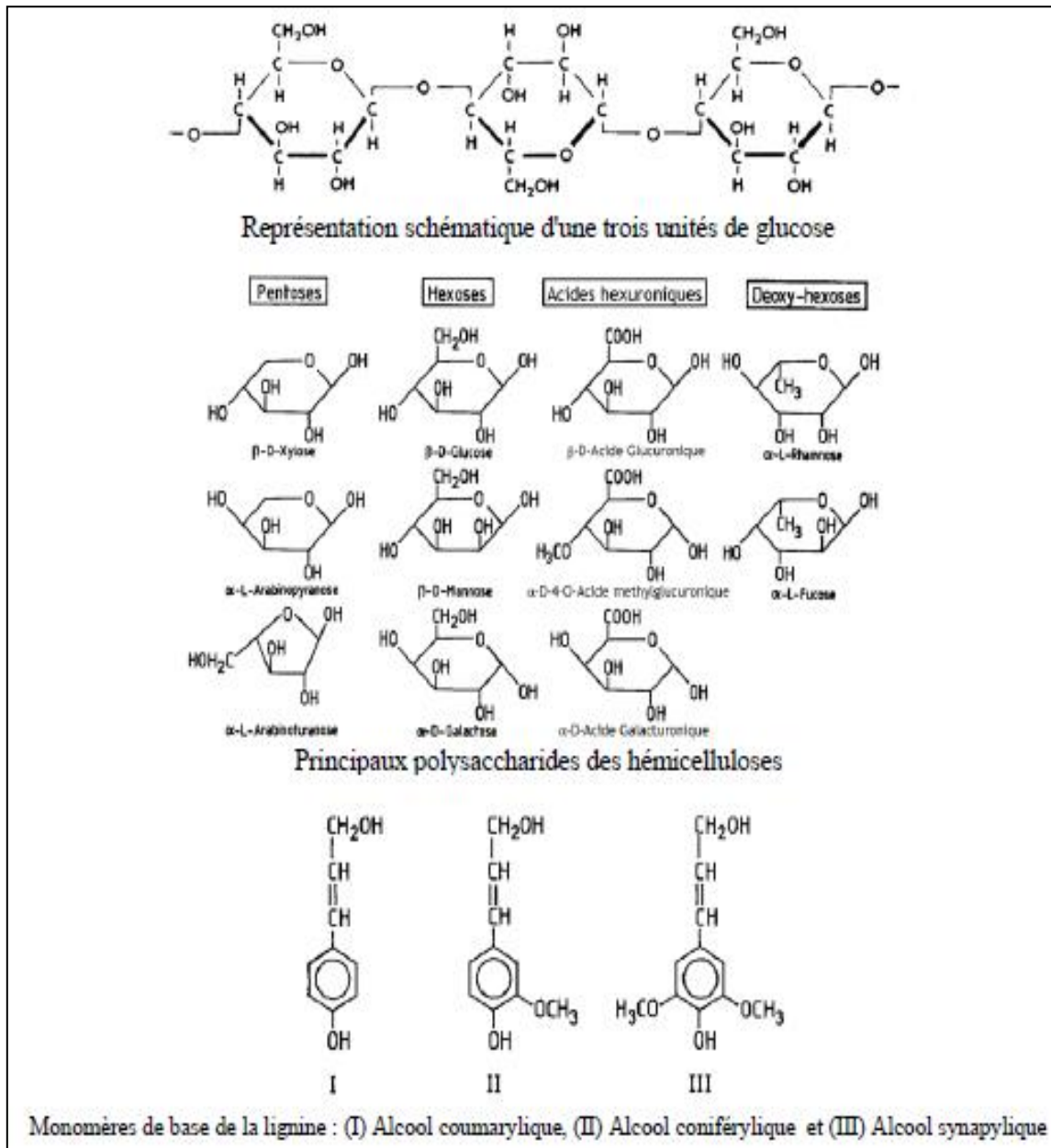


Figure II-20 : Composition chimique de la cellulose, l'hémicellulose et de la lignine [81]

Il existe également d'autres composants organiques appelés extractibles (résines, tanins.) et des substances minérales (cendres). Les matières extractibles ne font pas partie intégrante de la paroi cellulaire et y sont déposées pendant la duraminisation. Elles sont constituées de certaines graisses, de composés aromatiques, d'huiles volatiles, de poids moléculaire élevé d'alcools et d'acides gras, qui pigmentent et parfument le bois parfait et augmentent sa

résistance vis-à-vis de la pourriture et des attaques d'insectes [80]. Le tableau II-5 exprime le pourcentage en volume de chaque composant chimique, leur nature polymère, leur degré de polymérisation et leur fonction.

Tableau II-5 : Composition chimique du bois

	Teneur (%)	Nature polymérique	Degré de polymérisation	Monomère de base	Fonction
Cellulose	45-50	Molécule linéaire semi-cristalline	5000-10000	Glucose	Fibre
Hémicellulose	20-25	Molécule ramifiée amorphe	150-200	Sucres non glucosés	Matrice
Lignine	20-30	Réticulée tridimensionnelle amorphe	-	Phénylpropane	Matrice
Extractibles	0-10	Molécule polymérique	-	Polyphénols	Protection

#### II.3.1.4 Propriétés mécaniques du bois

L'anatomie et la composition chimique sont deux paramètres qui influencent les propriétés mécaniques du bois ; ils existent trois facteurs principaux qui distinguent le bois des autres matériaux conventionnels :

- L'hétérogénéité : La composition du bois varie d'un arbre à un autre et d'un type de bois à un autre,
- L'hygroscopicité : le bois a la capacité de changer en permanence sa teneur en eau,
- L'anisotropie : ce sont les propriétés selon les différents plans ligneux. [77]

La densité du bois est un excellent indicateur de sa résistance mécanique. Sauf exception, plus la densité du bois sera élevée, plus grande sera sa résistance mécanique. Pour une même essence, la résistance du bois varie selon le plan ligneux, la durée du chargement, la densité, le taux d'humidité ainsi que les défauts naturels ; [15][20]

Selon l'utilisation, le bois peut être soumis à différentes sollicitations dont nous distinguerons :

- la flexion ou compression axiale,
- la compression et la traction parallèle au fil,
- la compression et la traction perpendiculaire au fil,
- la compression oblique qui est un rapport entre la compression parallèle au fil et celle perpendiculaire au fil,
- le cisaillement longitudinal constitue un autre aspect à considérer au moment des calculs de la résistance d'un élément en bois.

## **II.3.2 Cèdre de l'Atlas**

### **II.3.2.1 Biogéographie**

Le cèdre de l'Atlas ou *Cedrus atlantica* est une espèce d'arbre conifère résineuse pinacée endémique, originaire de l'Atlas considérée comme une sous-espèce du cèdre du Liban ; elle est présente au Maroc et en Algérie, et surtout connue par la noblesse de son bois. Son espace naturel est très disjoint, divisé en sept blocs biogéographiques (Tableau II-6), dans les montagnes d'Afrique du Nord [83][84] ; le Maroc a la plus grande superficie couverte en cèdre, estimée à environ 140 000 ha qui représente la principale source de bois du travail du pays (HCEFLCD, 2015). C'est une essence qui a toujours suscité un grand intérêt en raison de ses nombreuses qualités forestières, notamment le maintien de la biodiversité, sa faible inflammabilité et sa production de bois d'œuvre [85][86][87]. Notons qu'en Algérie, le cèdre est très fragmenté et ne s'étend qu'à l'est et au centre du pays (Atlas saharien et tellien) [88].

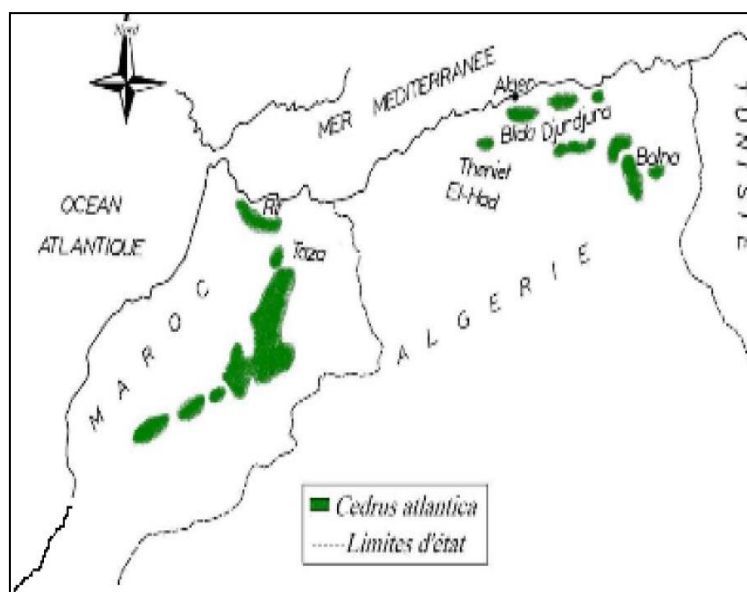


Figure II-21 : Répartition géographique du Cèdre de l'Atlas

Tableau II-6 : Aire de présence du Cèdre en Afrique du Nord

	Cédraie	Aire (ha)
Maroc	Rif	15 000
	Moyen Atlas oriental	20 000
	Moyen Atlas central	80 000
	Haut Atlas oriental	25 000
	<i>Sous-total</i>	<u>140 000</u>
Algérie	Ouarsenis	1 100
	Djurdjura et Babors	3 800
	Aurès	22 100
	<i>Sous-total</i>	<u>27 000</u>
Total		<u>167 000</u>

### II.3.2.2 Description

Le cèdre de l'Atlas est un arbre monumental, d'une grande taille. Sa hauteur se situant généralement entre 30 et 40 m et peut dépasser 50 m dans quelques cas ; il dispose d'une longévité exceptionnelle dépassant parfois les 1000 ans [83], [87].

La forme pyramidale de son port au stade juvénile est sous forme ramifiée de premier ordre redressée. En tant qu'adulte, il adopte un aspect tubulaire [89]. Son écorce est fractionnée en

petites pellicules de couleur jaune brun puis grisâtre et fissurée profondément avec une couleur sombre dans la vieillesse [87].

Le cèdre de l'Atlas a deux sortes de branches (longues et courtes) et de feuillage sous forme d'aiguilles séparées sur les jeunes rameaux et sur les pousses de l'année, rigides à l'apex lancéolé et mesurant 1 à 2 cm [90].



Figure II-22 : Arbre de Cedrus Atlantica à Azrou

Le cèdre de l'Atlas est une espèce monoïque dont les inflorescences mâles et femelles ne se développent pas en même temps [91]. La pollinisation a lieu à partir du mois d'octobre (Toth, 1978, 1982-1984). Le cône, de 5 à 8 cm de long, est cylindrique en haut aplati ou déprimé à la base, vert avant maturité puis brun ; il mûrit en deux ans [83][87][92].

D'un point de vue écologique, cette espèce singulièrement montagnarde est bien ajustée à un climat froid [83]. C'est une espèce mésophile résidante dans les phases bioclimatiques allant de semi-aride supérieur à subhumide avec des variantes fraîches à très froides [85]. Sa

croissance réclame des températures moyennes annuelles de 8 à 12 °C [89] et une pluviométrie de 440 à 1403 mm [87][93]. Ayant un système racinaire très ample, branchu et tournoyant, le cèdre s'adapte à toutes les compositions chimiques du sol [87][94].

Les limites altitudinales inférieures ou supérieures diffèrent d'un cèdre à l'autre. Or au Maroc, il existe trois types d'arbres de cèdre [95] (Pujos, 1966) : bas (moins de 1800 m), moyen (entre 1800 et 2100 m) et haut (supérieur à 2100 m). Les plus supérieures peuvent atteindre 2500 m au niveau du Haut Atlas oriental [85][96] (M'hirit, 1982 ; Abourouh, 1994).

### II.3.2.2.1 Structure chimique

La cellulose et la lignine se trouvent en fortes teneurs dans le bois du Cèdre de l'Atlas, [97]. La figure II-23 représente la composition des différentes espèces chimiques présentes dans le *Cedrus Atlantica*.

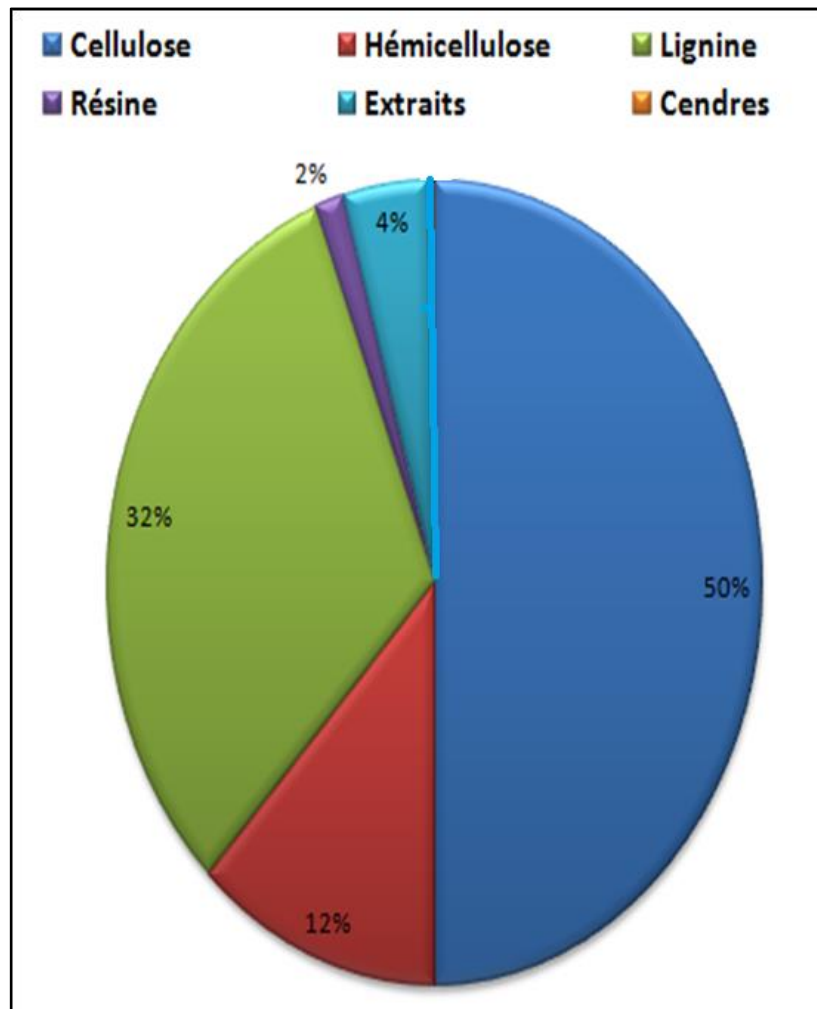


Figure II-23 : Teneur des composants chimiques dans le bois du cèdre

### II.3.2.2.2 Caractéristiques mécaniques

D'un point de vue mécanique, le Cèdre de l'Atlas est très bien positionné par rapport aux autres résineux, grâce à sa bonne stabilité dimensionnelle, un faible retrait et une densité de l'ordre de 599 kg/m<sup>3</sup>. Le tableau II-7 représente les valeurs de quelques propriétés mécaniques du bois de Cèdre de l'Atlas. [98]

Tableau II-7 : Quelques caractéristiques mécaniques du Cèdre de l'Atlas

Caractéristique mécanique	Valeur moyenne (Mpa)
Résistance au cisaillement	13,6
Résistance à la compression parallèle	62
Résistance à la compression parallèle	10 001
Module de rupture en flexion statique	1005

## II.4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons établi un descriptif détaillé sous forme d'une synthèse bibliographique des deux matériaux qui représentent les constituants de notre matériau composite. Ainsi, nous nous sommes focalisés sur des définitions, des classifications, des structures chimiques et des propriétés mécaniques du bois et des polymères. Enfin, nous nous sommes plus particulièrement focalisés sur ce nouveau matériau composite qui se compose du bois de Cèdre de l'Atlas et du polyéthylène à haute densité.

## Chapitre III : Procédés de mise en œuvre des matériaux biocomposites

### III.1 Introduction

Ce troisième chapitre sera consacré à la description des procédés de fabrication des composites bois-polymères. Ainsi, nous décrirons deux techniques de mise en œuvre largement utilisées dans le domaine de la plasturgie pour produire des articles en plastique qui sont adaptables à la mise en œuvre des matériaux composites Bois-polymère. C'est-à-dire, d'une part, l'extrusion qui est dans notre cas un prétraitement de la matière première qui nous servira à produire des granulés contenant du bois et du PEHD, et d'autre part le moulage par injection permet de transformer les granulés en éprouvettes sur lesquels les tests mécaniques seront appliqués (Figure III. 1).

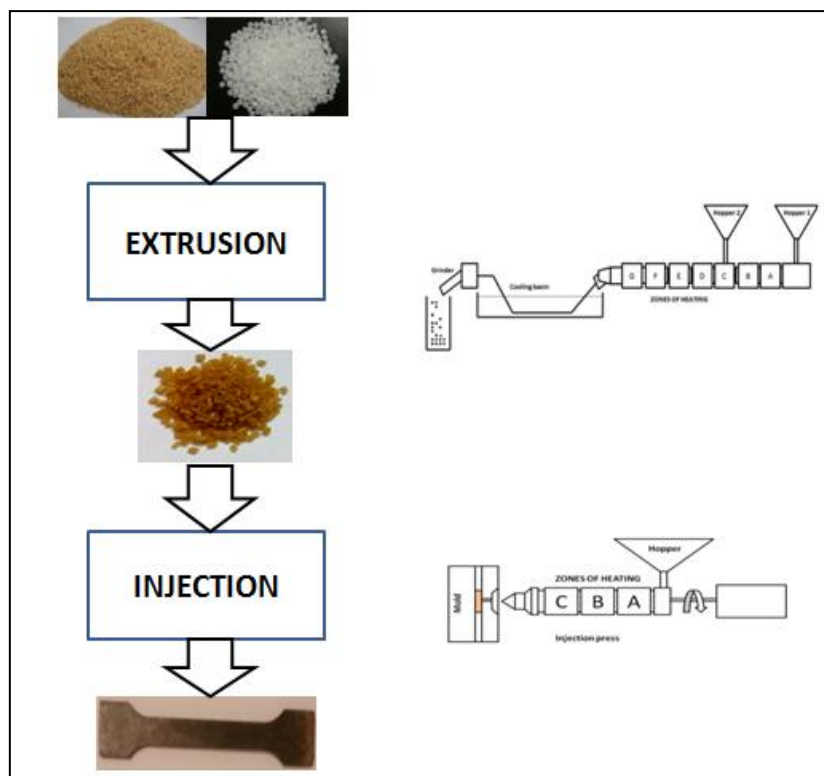


Figure III-1 : Procédé utilisé pour la mise en œuvre du composite

### III.2 Extrusion

#### III.2.1 Descriptions du procédé d'extrusion

Avant le moulage par injection du composite, une opération d'extrusion est opérée en utilisant une extrudeuse. Le procédé d'extrusion utilise une vis comme mécanisme de transport, car la



vis peut effectuer chacune des étapes élémentaires de la transformation du polymère ou du composite : alimentation, pompage, fusion et mélange. Nous décrirons brièvement les vis d'extrudeuses individuelles utilisées dans la mise en œuvre du matériau composite.

La Figure III-2 (A) illustre la géométrie d'une vis d'extrudeuse à un seul vol [99]. La vis s'adapte à l'intérieur d'un barillet cylindrique avec un intérieur de diamètre  $D$ . Le jeu radial entre la crête de la volée de vis et la surface intérieure du canon est  $\delta_r$ . La distance entre le pied de vis et la surface interne du canon est  $H$ . La distance axiale d'un tour complet de la vis est  $S$ . La distance axiale entre deux vols voisins est  $B$ .

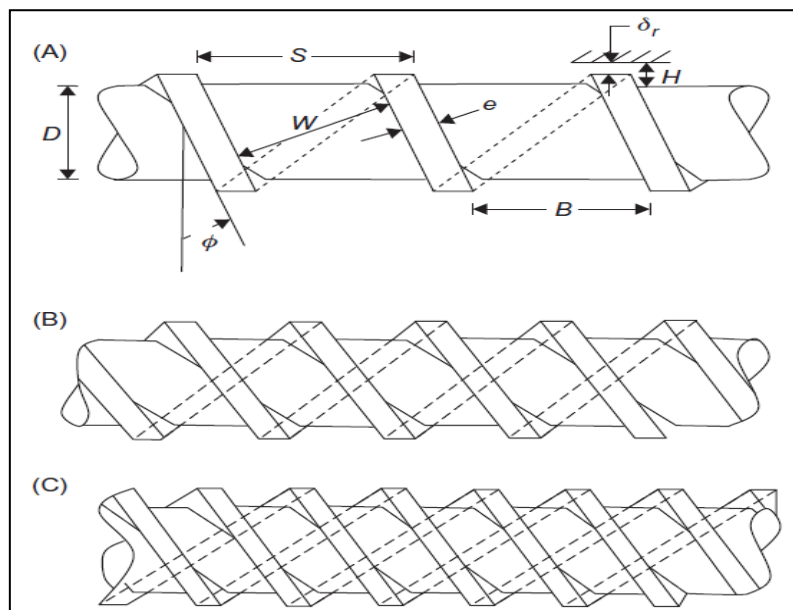


Figure III-2 : Vis à un vol (A). Vis à deux vols (B). Vis à 3 vols (C)[99]

La distance perpendiculaire entre deux vols le long du chemin hélicoïdal de la vis est  $W$ . L'angle de l'hélice est  $\phi$  et la largeur du vol est  $e$ . Ces spécifications ne sont pas nécessairement constantes le long de la vis. La distance  $W$  peut augmenter avec une altitude croissante du vol.  $\phi$  et  $e$  peuvent également varier non seulement avec le rayon de la vis, mais également le long de la vis. Les vis de l'extrudeuse sont généralement multiflux, c'est-à-dire que la composition fondue se déplacera simultanément par deux vols parallèles ou plus. Les Figures III-2 (B) et III-2 (C) montrent une vis d'extrudeuse double volée et une vis d'extrudeuse à trois volées respectivement. Les éléments peuvent être pompés vers l'avant ou vers l'arrière, souvent décrits comme droitier et gaucher lorsque la rotation est dans le sens horaire comme l'illustre la Figure III-3

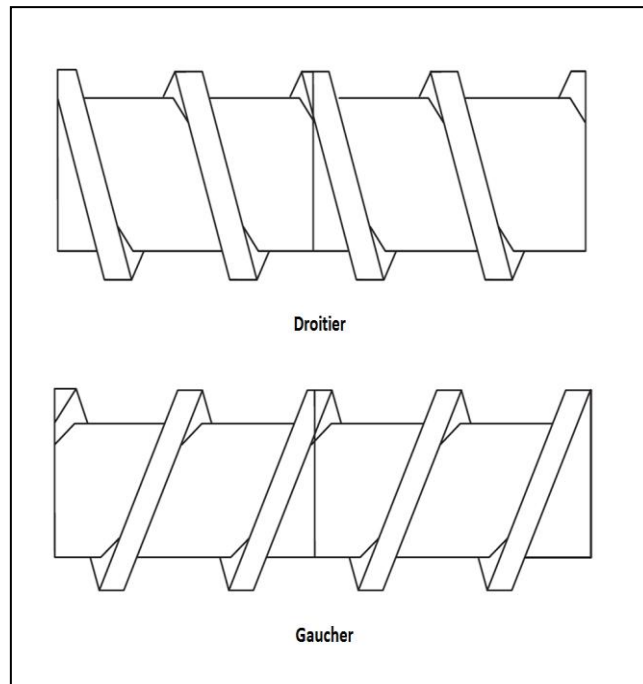


Figure III-3 : Sens avant (droitier) et arrière (Gaucher) de la vis d'extrusion [99]

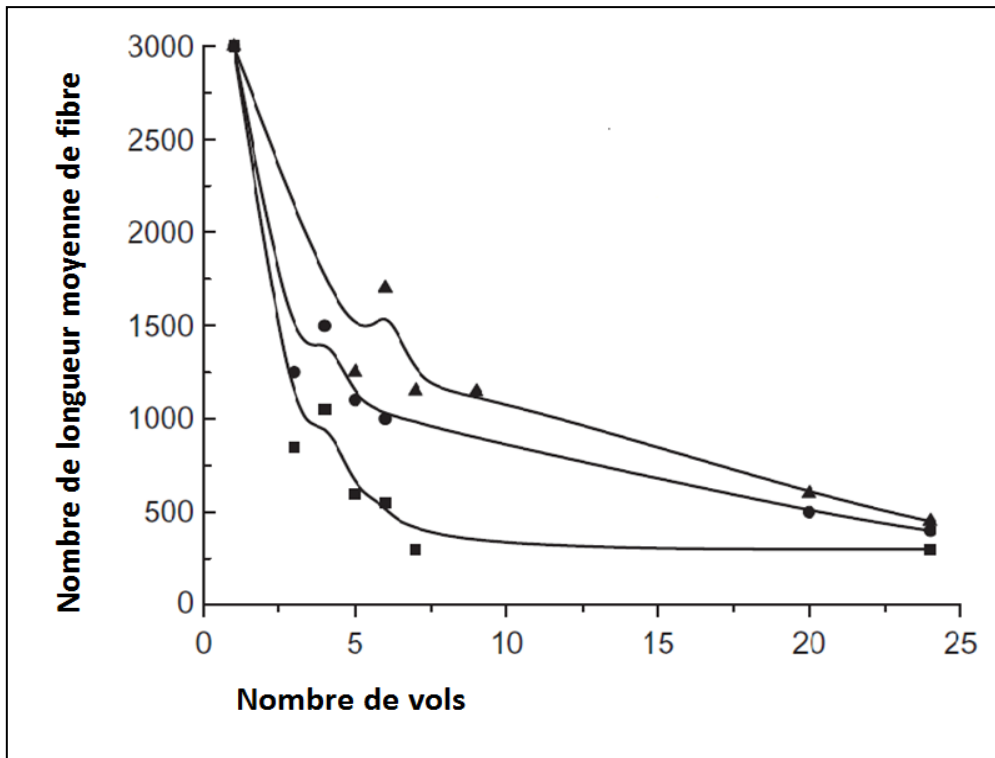
Les principaux avantages de la plastification par vis est la quantité importante de matériau mise en œuvre, l'homogénéité de la masse fondue et la relative facilité de contrôle de la température de la masse fondue par rapport à un équipement de piston de taille similaire. Un bon contenu fondu doit avoir une température uniforme tout au long de la vis pour assurer la qualité uniforme du produit fini. La vis tourne dans le cylindre de l'extrudeuse ; elle est entraînée par un moteur électrique ou hydraulique. Les volées de vis sont de telle sorte que le composé est forcé contre la paroi intérieure chauffée du cylindre. Puis ; le polymère ou composite est ensuite transporté vers l'autre extrémité du cylindre.

Dans le procédé d'extrusion, la pression vers l'avant doit être suffisante pour entraîner le matériau fondu à travers la filière d'extrusion. Le matériau extrudé peut se présenter sous diverses formes, telles que des feuilles, des films et des profils. Après avoir quitté le dé, le matériau mis en forme est refroidi, normalement à l'eau, puis coupé selon la longueur. Le matériau polymère dans le composé fond progressivement au fur et à mesure qu'il se déplace dans le canon de l'extrémité d'alimentation vers le côté opposé. La chaleur est générée par frottement entre les surfaces de contact de la vis et du canon et par frottement entre les composants du matériau eux-mêmes. Quand le composé matériau atteint l'extrémité du canon, le matériau polymère dans le composé doit être fondu et les charges organiques qui représentent le bois dans notre cas, doivent être bien mélangées avec la matrice.

La mise en œuvre à double vis est une méthode populaire parmi les diverses technologies d'extrusion pour les matériaux composites, car elle est économiquement attractive. Les extrudeuses à double vis sont co-rotatives, contrarotatives ou avec les vis séparées, enchevêtrées ou tangentielles. Tout d'abord, l'opérateur détermine et mélange les formulations du composite. Puis les mélanges sont passés à travers une extrudeuse pour produire une dispersion homogène de fibres et de billes dans toute la matrice. Le matériau fondu sort à travers la filière, puis les extrudés passent le long d'un tapis roulant pour refroidir et permettre la formation de tiges continues de matériaux composites. Enfin, les tiges sont alimentées à travers un granulateur pour former des pastilles composites pour le moulage par injection. Les sections de vis peuvent être conçues sous différentes formes pour le mélange ; trois plans sont présentés sur la Figure III-5[100]. Les trois sections de mélange sont combinées avec les deux éléments de mélange de turbines à dents (éléments de mélange des engrenages [GME]) et un élément gaucher (LHE) pour donner différentes intensités de mélange et de temps de séjour dans la section de mélange). Un LHE a un grand effet de sauvegarde sur l'écoulement à travers la vis, ce qui augmente le temps de séjour dans les éléments dentés. Les GME mènent principalement à un mélange distributif nécessaire au mélange de fibres discontinues avec des matrices polymères à haute viscosité. Sur la figure III-5, la conception de vis 1 a deux GME droitiers et LHE. Cette conception correspond au temps de séjour le plus long dans la section de mélange et produit la plus haute intensité du mélange entre les trois modèles de vis représentés. La conception de la vis 2 représente deux GME droitiers et le LHE est remplacé par un élément droitier du même pas.

Cette conception réduit l'effet de sauvegarde et produit un temps de séjour plus court, mais conserve la même intensité de mélange dans la section de mélange. La conception de la vis 3 en comporte une version pour droitier GME et un LHE.

La suppression d'un GME fournit une intensité de mélange que la deuxième conception de vis conserve avec un temps de séjour élevé en raison de l'effet de sauvegarde du LHE.



III-4 Nombres moyens de longueurs de fibre pour le verre SPS à 40 % en poids pour les trois différentes conceptions de vis

La réduction de la longueur des fibres est plus importante dans la section de mélange que dans le reste de la vis après la section de mélange. De plus, la conception de la vis 1 entraîne des dommages les plus graves sur les fibres tandis que la conception de la vis 3 montre moins de dégradation des fibres.

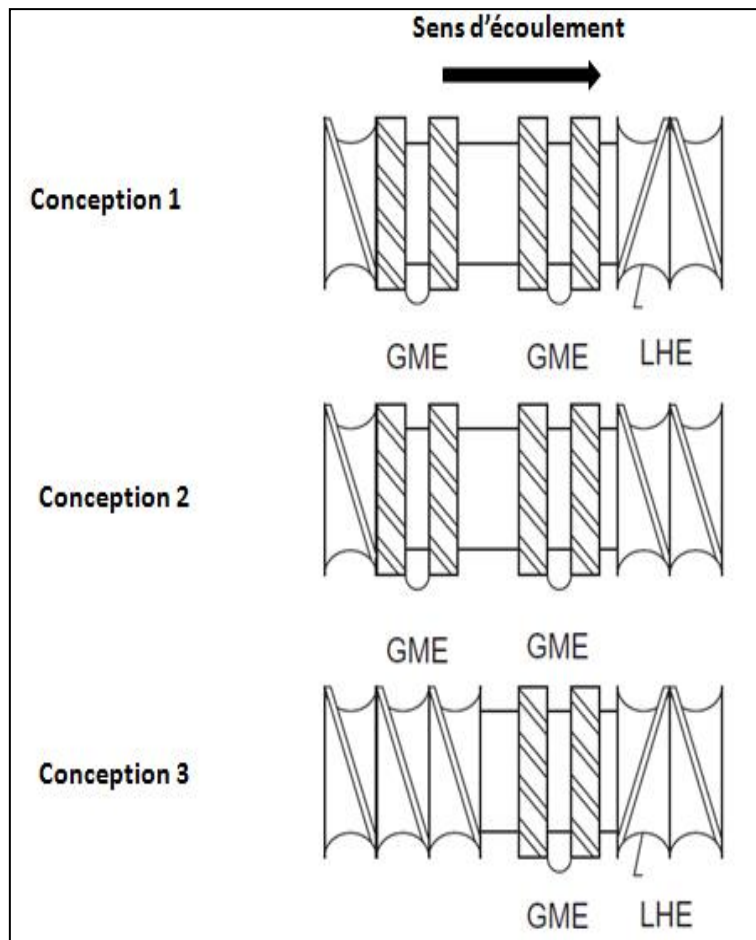


Figure III-5 : Les trois conceptions de section de mélange (GME : GearMixingElement. LHE : LeftHundedScrew) [100]



Figure III-6 : Granules produites par la technique d'extrusion

### **III.2.2 Usure et rétention des fibres pendant la préparation par extrusion**

Lorsque des brins coupés de fibres sont mélangés dans le thermoplastique en utilisant une technique d'extrusion conventionnelle, les granulés composites résultants peuvent être utilisés pour les pièces en biocomposite moulées par injection.

L'un des inconvénients de la production de pastilles composites est la dégradation en longueur du renfort fibreux, c'est-à-dire que la longueur des fibres est considérablement réduite par rapport à la longueur d'origine. Cette réduction de longueur diminuera l'efficacité du renforcement des fibres, dégradant notamment la résistance mécanique des composites, du module d'Young et de la ténacité à la rupture. Les fabricants doivent comprendre les mécanismes d'endommagement des fibres pendant le processus de production pour aider à maintenir les fibres plus longues.

La réduction de la longueur des fibres lors de la mise en œuvre par extrusion en tant que conséquence de leur incorporation dans une résine est bien documentée. Il existe probablement trois causes principales de dommages aux fibres, c'est-à-dire :

1. L'interaction fibre-fibre : L'abrasion des surfaces en fibres réduit la résistance en induisant une concentration de stress, conduisant à une fracture directe ou ultérieure. La rupture de fibre peut également se produire en raison des contraintes de flexion causées par la fibre chevauchement.
2. Le contact de la fibre avec les surfaces de l'équipement : il est évident en raison de l'usure de la paroi de l'équipement de mise en œuvre,
3. L'interaction des fibres avec la matrice polymère : les forces visqueuses transmises par la matrice polymère peuvent provoquer une fracture de la fibre.

Nous décrivons ici une procédure pour évaluer l'étendue des dommages aux fibres individuellement dans les zones de compression, de fusion et de mélange le long de la vis, processus illustré par la figure III-7. Dans ce dernier, l'extrusion est interrompue avec le canon plein du composé fondu contenant des matériaux en fibres et en résine.

La fonte est autorisée à refroidir vers le bas sur l'axe de la vis. Les filetages internes de la pointe de la vis sont utilisés pour monter un dispositif permettant de retirer la vis du canon.

Le composite se présente sous la forme d'un ruban hélicoïdal et l'épaisseur varie sur la section de vis à partir de laquelle il peut être obtenu. Des échantillons sont prélevés dans les zones de compression, de fusion et de mélange pour une analyse.

La plupart des fibres de la zone 1 de la figure III-7 conservent leur longueur d'origine ; ce phénomène témoigne que lors de cette étape, la flexion des fibres par un polymère solide et l'interaction des fibres de poudre et l'abrasion inter fibres ne jouent pas un grand rôle dans la fracture des fibres.

Dans la zone 2, les fibres longues prédominent toujours, mais un nombre de fibres courtes apparaît. En examinant le matériel dans la section de canal, on voit qu'une certaine fusion est en cours. La présence des fibres courtes est le résultat de la rupture des fibres lors de la fusion des zones (zones 3 et 4). Dans ces zones, une réduction rapide de la longueur des fibres se produit.

Dans les zones de mélange (zones 5 et 6), les fibres, notamment les fibres les plus longues présentes dans les zones de fusion sont encore réduites et leur longueur est réduite en continu en raison de la force visqueuse des fibres par le polymère dans l'écoulement de cisaillement.

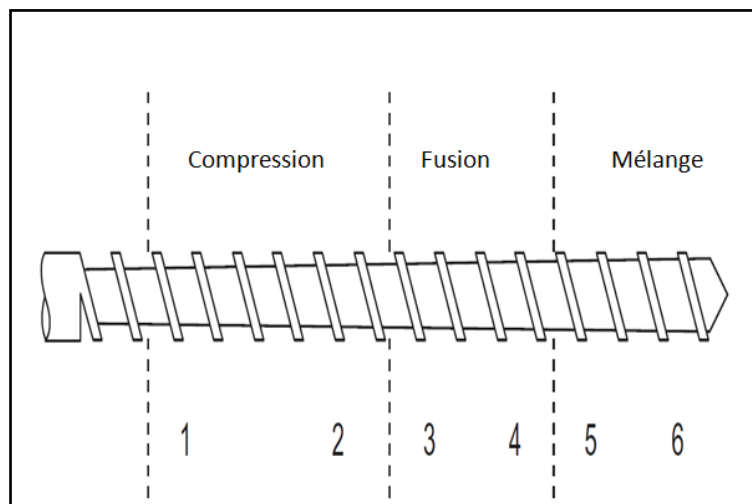


Figure III-7 Zones de la vis pour l'analyse de la distribution des longueurs des fibres

Les exemples suivants illustrent les facteurs qui influencent la réduction de la fibre pendant la fabrication par extrusion, A. Alemdar et al. [45] ont analysé la dégradation mécanique des fibres de verre lors de l'extrusion, avec le polypropylène. Les effets des paramètres, qui incluent la viscosité de la résine et la concentration de fibres, etc., sur la longueur et la dispersion des fibres ont été étudiés en utilisant un analyseur granulométrique automatique. La dégradation de la longueur s'est avérée être plus sévère au cours de la première étape du processus, à savoir lorsque les faisceaux de fibres sont filamentisés. La viscosité de la résine a également un effet significatif sur la longueur de la fibre ; une viscosité de résine plus élevée

conduit généralement à une valeur inférieure à la longueur moyenne de fibre. L'attrition de la longueur des fibres dépend de la concentration des fibres, ce qui laisse penser que la dégradation de la fibre résulte des interactions fibre et de la fibre fondue.

N. Graupner et A. S. Herrmann) [39] ont observé que seulement 20 % des fibres à diamètre de 12  $\mu\text{m}$  en nylon 66 renforcé dépassaient la longueur critique (270  $\mu\text{m}$ ) après le compoundage par extrusion, même si la longueur de la fibre initiale avait été beaucoup plus grande. Des travaux expérimentaux montrent que la variation de la teneur en verre et des conditions de traitement de la composition par extrusion du nylon 66 renforcé de verre court peut conduire à des différences en termes de longueurs des extrudats résultants. L'incorporation des fibres de verre en une résine déjà fondue par opposition au traitement du verre de la résine fibreuse dans des mélanges secs peut produire de meilleurs résultats en matière de rétention des fibres.

L'interaction fibre-fibre peut être ignorée dans une suspension diluée des fibres. Ceci est vrai pour un petit nombre de tiges minces et rigides en flux de cisaillement bien que les suspensions concentrées présentent un comportement quelque peu différent. L'interaction fibre-fibre est probable dans un flux dense de fibres où la plupart des suspensions commercialement intéressantes dépassent le conditionnement maximal en fraction volumique des tiges à rapport d'aspect élevé. Le maximum de la fraction volumique de fibres orientées au hasard est illustré par la figure III-8. En fonction du rapport hauteur/largeur moyen des fibres dans un composite, les fibres sont pliées, cassées ou même alignées lorsque la fraction volumique de fibre dépasse la valeur maximale.



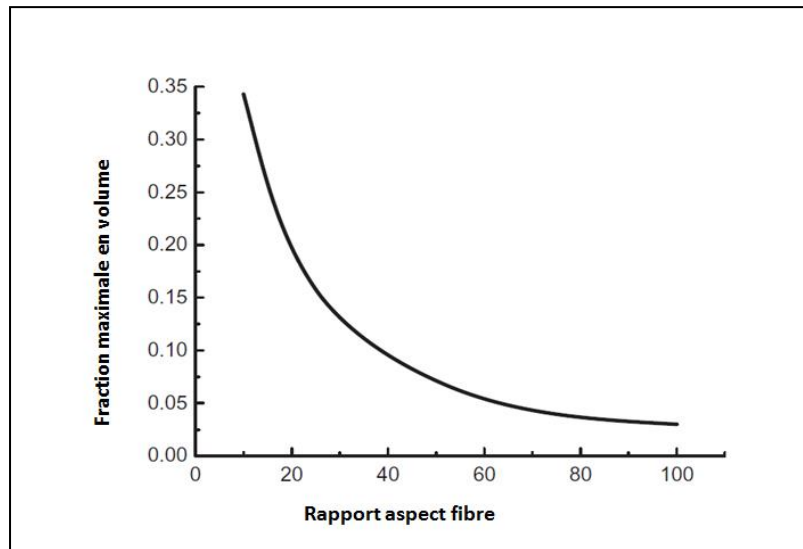


Figure III-8 Fraction volumique maximale des fibres en fonction du ratio aspect fibre

Parce que le traitement des composés de fibres dans la plastification à vis unique et que les unités provoquent inévitablement la fracture des fibres, les chercheurs ont étudié les mécanismes d'attrition des fibres et ont fait les suggestions suivantes. Comme on sait, la réduction de la longueur des fibres commence avant que le polymère ne se fonde dans le mélange de vis avec l'incorporation de fibres dans une matrice polymère. Lors de la préparation dans les machines à vis où le temps pendant lequel un mélange sec de fibres hachées et du polymère est composé par extrusion puis granulé, les fibres sont généralement considérablement raccourcies dans le processus de revêtement des fibres avec un polymère. La variation de ces conditions de traitement peut affecter les distributions de longueur de fibre résultantes. Par conséquent, il est possible de minimiser sensiblement la réduction de la longueur de la fibre en sélectionnant correctement les conditions de traitement.

Par exemple, nous savons que les granulés qui contiennent parfaitement des fibres mouillées offrent les conditions les plus favorables pour un composé transformable de grandes longueurs de fibres résiduelles. La longueur des granules doit donc être augmentée jusqu'à ce que le processus d'alimentation soit obstrué. Pour obtenir une bonne dispersion des fibres et des grandes longueurs moyennes de fibre, le profil de température dans le baril et le temps de séjour doivent être réglé pour des résultats optimaux. Une douce conversion avec un temps de séjour minimum dans la masse fondue est transportée pour préserver la fibre dans une large mesure. De plus, le préchauffage des granulés constitue une mesure utile pour réduire la dissipation du chauffage conducteur. À titre indicatif, la longueur de la vis ne doit pas dépasser  $18 D$  (où  $D$  est le diamètre interne) et la zone de fusion ne doit pas être plus longue

que 3 D. Pour garantir une fibre résiduelle élevée en longueur, la contrainte dans le matériau fondu devra être réduite selon un faible taux de compression. Par exemple 1:18 sur une longueur de 10 D 12 D.

Le procédé classique, à savoir la composition par extrusion pour la préparation granulée de polymère chargé de fibres possède une limite de traitement pratique sur la teneur maximale de fibres de l'ordre de 40 à 45 % en poids de fibres. De ce fait, les applications pour ces matériaux ne peuvent pas être trop exigeantes. Quand la rigidité et les critères de résistance peuvent être atteints avec une fraction volumique de fibre de 0,2 ou moins, une technique de composition par extrusion fonctionnera. Cependant, un niveau d'efficacité de traitement inférieur doit être utilisé pour les « hautes performances », des applications dans lesquelles des fractions volumiques égales ou supérieures à 0,5 en fibres sont nécessaires. Les polymères renforcés de fibres longues peuvent être fabriqués par revêtement métallique, une extrusion à tête croisée ou des techniques de pultrusion thermoplastique.

Les granulés composites longs renforcés de fibres pour le moulage par injection peuvent donner des composites dont de nombreuses propriétés seront considérablement améliorées en comparaison avec les composés à fibres courtes plus conventionnels.

### **III.3 Injection**

#### **III.3.1 Descriptions du procédé d'injection**

Parmi les nombreux procédés de fabrication utilisés par la mise en œuvre des matières plastiques, la technique du moulage par injection a été utilisée pour fabriquer au moins 50 % (en poids) matériaux composites. La fabrication de pièces moulées par la technique d'injection possède plusieurs avantages. Parmi les principaux, c'est une technique économique, vu l'importance de la quantité mise en œuvre par unité de temps qui ne nécessite aucune opération de finition post-moulage. L'injection est principalement une production de masse qui se valorise par un très bon rendement [101].

Un système de plastification à vis est normalement utilisé dans le moulage par injection. La vis typique fondra et mélangera le composé par compression et cisaillement. Lorsque la vis se déplace vers l'arrière du cylindre, la fonte s'accumule devant la vis. Quand la quantité souhaitée de matière fondue est atteinte pour la grenaille, la vis cesse de tourner et agit comme un vérin pour pousser la masse fondue dans le moule. Dans une extrudeuse typique, le

composé est ensuite introduit d'une trémie dans le côté d'un long cylindre chauffé ou baril près de son extrémité (Figure III-9) [102].

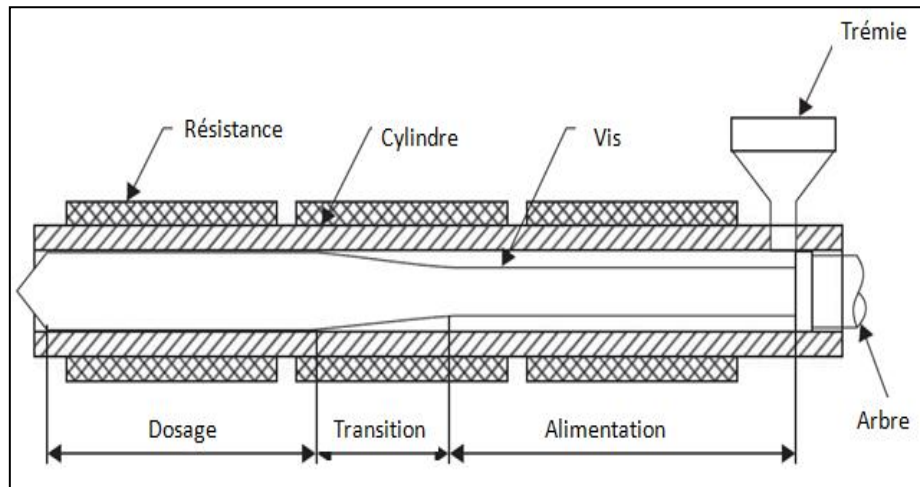


Figure III-9 : Une extrudeuse à vis plastifiante typique montrant les emplacements des zones[102]

Une vis typique se compose de trois zones de base : l'alimentation, la transition (fusion) et le dosage. La première zone est la zone d'alimentation où la matière provenant de la trémie alimente le cylindre. Ici la section de la vis agit comme une vis sans fin et est conçue pour transporter efficacement le composé à partir de la trémie. La deuxième zone est la zone de transition ou une zone de compression qui commence à la fin de la zone d'alimentation, où la matière est fondue et homogénéisée. La section de la vis ici est conçue pour améliorer la friction et le contact du composé matériau avec le canon, ce qui est différent de la zone d'alimentation. Finalement, la troisième zone est la zone de dosage. Cette zone est conçue pour servir de pompe en générant une pression dans le matériau fondu de manière homogène pour doser avec précision en fournissant une quantité de matériau composé fondu sous pression, ce qui est constant pour chaque opération.

La conception de la vis est primordiale pour obtenir le mélange souhaité et les propriétés de fusion, de vitesse de sortie et de contrôle de la température. Un paramètre important lors de la conception est le taux de compression défini comme le rapport de la vis profondeur de vol dans la zone d'alimentation à celle de la zone de dosage. Les thermoplastiques nécessitent généralement des taux de compression compris entre 1,5 et 4,5. Cependant, il n'y a pas de vis universelle pour tous les composés. Il est particulièrement important de choisir une conception de vis pour les composites afin d'éviter une usure excessive des fibres par un taux de compression trop élevé.

Dans le procédé d'injection, la matière est d'abord introduite dans une chambre chauffée, puis le mélange fondu est injecté sous pression dans une cavité de moule usinée en métal. Ensuite, la pièce se solidifie dans la forme voulue. Enfin, la pièce est éjectée du moule.

Les trois unités mécaniques de base comprennent la fusion et l'injection, le moule et le cylindre de serrage. Comme le montre la Figure III-10, ces pièces sont combinées pour réaliser le moulage par injection. Le moule usiné en métal peut avoir une seule cavité avec une carotte qui canalise l'écoulement de la masse fondue au sein du moule. Le moule peut avoir plusieurs cavités qui sont connectées aux canaux d'écoulement qui dirigent le flux de fusion de la carotte aux cavités[101].

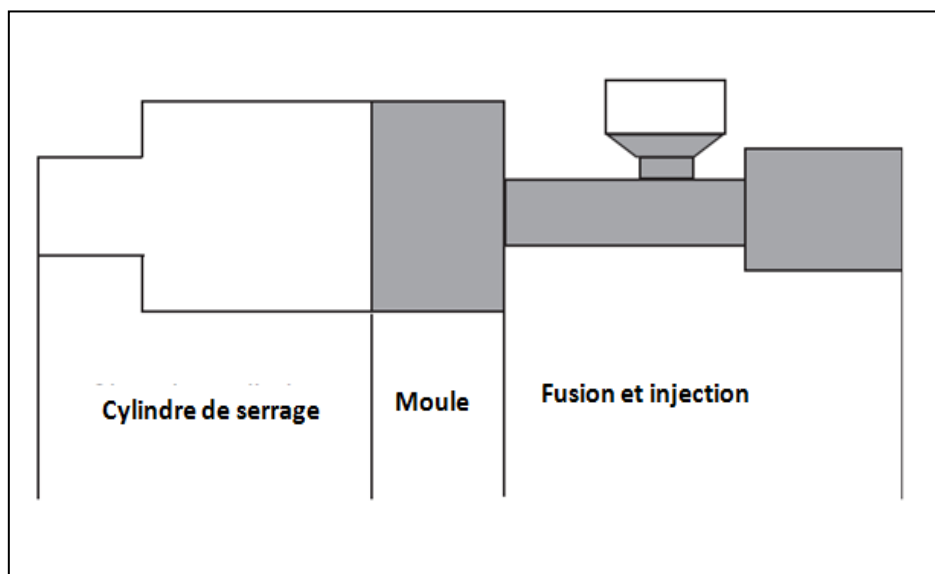


Figure III-10 : Les trois parties mécaniques de base du processus de moulage par injection[101]



Figure III-11 : Pièces produites par la presse à injecter

Les fibres courtes et les charges particulières influencent considérablement les caractéristiques de moulage. À leur tour, l'état de dispersion de la charge, l'orientation et la longueur des fibres sont considérablement affectées par les paramètres de traitement. Les fibres et en particulier les charges dans la matrice polymère augmentent la viscosité apparente et empêchent la fusion de couler. Cet effet augmente avec l'augmentation de la teneur en charge et le processus des polymères chargés nécessite des températures et des pressions plus élevées en conséquence. Dans certaines situations, les effets du grillage et du moulage peuvent être importants. De plus, les conditions de traitement ont une influence significative sur la longueur de la fibre finale dans le composite moulé par injection. Par conséquent, différentes propriétés des biocomposites peuvent être obtenues en faisant varier la géométrie de la charge, la température, les pressions et le temps, etc. L'attrition des fibres peut se produire pendant le traitement et en général, une vitesse de vis faible et une faible contre-pression sont souhaitables pour éviter une usure excessive des fibres. Il est important que les fabricants choisissent les bonnes conditions de moulage et la bonne combinaison de fibres-matrice pour obtenir des biocomposites de hautes performances.

Une rupture importante des fibres se produit pendant le processus de moulage par injection, et la longueur moyenne des fibres peut être réduite d'un ordre ou plus. Les fibres peuvent être endommagées au cours d'un certain nombre d'étapes clés lors de l'injection moulage : dans la zone de préplastification de la vis, au passage de la filière dans la zone de grille du moule, et lors des convergences et des divergences intermédiaires dans le moule lui-même.

Les propriétés mécaniques des composites dépendent de la rétention de longueur de fibre dans la pièce finie. Par conséquent, l'optimisation d'un processus de moulage par injection est nécessaire pour obtenir un meilleur composite en termes de performances mécaniques. Les conditions de moulage par injection pour le verre long poly (téréphtalate de butylène) renforcé de fibres des mélanges préparés à l'aide d'une presse de moulage par injection Hengel standard de 70 tonnes avec une vis à usage général ayant un taux de compression de 22 : 1. Elles sont optimisées en contrôlant les six principales variables de moulage (Vu-Khanh et al. 1991) : la pression maximale dans la cavité, pression de maintien, la contre-pression, la vis vitesse, la température de fusion et le profil de température du canon. En général, les paramètres de moulage et leurs interactions ont des effets significatifs sur l'usure de la fibre. Le tableau III-1 montre les résultats pour les longueurs de fibre du composite préparé dans différentes conditions de moulage par injection. En outre, en raison des effets des paramètres de traitement, la matrice polymère influence la longueur des fibres en polyamide 6,6 polypropylène renforcé SGF mélanges trempés par du caoutchouc. Le niveau de l'attrition des fibres de verre dans les composites de polypropylène renforcés de fibres longues est constamment inférieur à celle des composites à base de nylon.

Les chercheurs ont également étudié l'usure des fibres en polypropylène renforcé SGF et les composites de mélange de polystyrène (570/30) avec une attention particulière au renforcement en fibres de verre longues. Les spécimens sont produits de trois manières différentes : un mélange à sec (moulage par injection directe) ; un mélange doux avec une extrudeuse monovis et un mélange intensif avec une extrudeuse à deux vis. Ainsi trois séries différentes de moulé par injection des spécimens sont réalisées. Le premier est combiné avec l'extrudeuse à double vis, et le second avec l'extrudeuse à vis angulaire et le troisième est mélangé à sec. Les conditions de composition d'une seule vis sont réglées à 230 °C et la vitesse de la vis est de 30 tr/min (Brabender 30 / 25D, la matrice de 3 mm, le diamètre de vis 530 mm, avec une profondeur de canal de vis).

Tableau III-1 L'effet des conditions du moulage par injection sur l'attrition des fibres

Pression maximale de la cavité (GPa)	Pression de maintien (GPa)	Contre-pression (kPa)	Vitesse de vis (tr/min)	Température de fusion (°C)	Profil de température du baril	Nombre moyen Longueur de fibres (mm)
14	1	0	50	260	Décroissant	1.06
70	1	0	50	260	Croissant	0.85
70	7	0	50	260	Décroissant	0.83
14	1	700	100	260	Décroissant	0.74
70	1	700	100	260	Croissant	0.89
14	7	0	100	260	Décroissant	0.79
70	7	0	100	260	Croissant	0.99
14	7	700	50	260	Croissant	0.79
70	7	700	50	260	Décroissant	0.82
14	1	0	100	260	Croissant	0.95
70	1	0	100	260	Décroissant	0.81
14	7	700	50	290	Décroissant	0.91
14	1	0	100	290	Décroissant	1.23
70	1	0	100	290	Croissant	0.97
70	1	0	50	290	Décroissant	1.45
14	1	700	50	290	Croissant	0.91
70	1	700	100	290	Décroissant	1.12
14	7	0	50	290	Croissant	1.03
70	7	0	100	290	Décroissant	1.00
14	7	700	100	290	Croissant	0.89
70	7	700	50	290	Croissant	0.71
70	7	700	100	260	Décroissant	0.74

Les conditions de fabrication à deux vis sont réglées à 230 °C et la vitesse de la vis est de 120 tr/min (Berstorff, co-rotative, L / D533, matrice de 3 mm et diamètre de vis 525 mm). La série de mélange sec est produite directement en utilisant la teneur en fibres pré spécifiée. Pour les matériaux composés par extrusion, les extrudats contenant 30 % en poids de fibre de verre sont d'abord obtenus, puis mélangés avec le mélange original de PP et de PS pour obtenir les séries de 10 et 20 % en poids. Les extrudats sont découpés en granulés de 9 mm. Des échantillons de traction et d'impact sont ensuite réalisés en utilisant la technique de moulage par injection (Arburg Allrounder 221-55- 250, diamètre de la vis 530 mm). Les résultats des longueurs de fibre avant et après moulage par injection sont donnés dans le tableau III-2.

Tableau III-2 Longueur des fibres avant et après le moulage par injection

	Teneur massique en fibre	Nombre moyen Longueur de fibres (mm)	Poids moyenne Longueur de fibre moyenne
<b>Avant moulage par injection</b>			
Granules monovis	30	1.33	2.52
Granules double-vis	30	0.35	0.46
<b>Après moulage par injection</b>			
Mélange à sec	10	2.21	3.43
Mélange à sec	20	1.48	2.72
Mélange à sec	30	1.09	2.25
Monovis	10	1.11	1.96
Monovis	20	0.92	1.55
Monovis	30	0.72	1.06
Double vis	10	0.35	0.46
Double vis	20	0.36	0.49
Double vis	30	0.33	0.46

Avant le moulage par injection, les longueurs des fibres dans les granulés à double vis sont beaucoup plus courtes que celles des granulés à vis unique, ce qui indique qu'une attrition des fibres a eu lieu pendant la composition à deux vis. Dans le mélange sec, la longueur de fibre avant moulage par injection est de 4,5 mm. Notons que le moulage par injection des mélanges secs et des composés provoque l'attrition des fibres. La quantité de réduction de fibre augmente avec la teneur en fibres pour le composé extrudé monovis et le sec mélange. Cette tendance à la baisse de la longueur des fibres avec l'augmentation de la teneur en fibres est un phénomène courant. De plus, lorsque des composites hybrides sont produits en utilisant simultanément deux types de fibres (p. ex., fibres de verre et de carbone) à une teneur totale en fibres fixes, la longueur moyenne des fibres du matériau relativement ductile des fibres de verre ressemblant à des fibres augmente au fur et à mesure que la tendance est vraie pour la fibre de carbone relativement fragile.

Ainsi, l'ordre de l'usure des fibres après moulage par injection pour ces trois séries est la suivante : un composé extrudé à double vis, une vis unique composée, et un mélange à sec. Par conséquent, pour mouler par injection un composite, d'une part, il y a un alignement



variable des fibres sur la partie composite ; d'autre part, le processus d'injection filamentise les fibres et provoque une large distribution de fibres longeurs. Ce phénomène doit être pris en compte lors de l'élaboration d'un modèle pour prédire la résistance composite.

Les conditions de composition à deux vis sont réglées à 230 °C et la vitesse de la vis est de 120 tr/min (Berstorff, co-rotative, L / D533, matrice de 3 mm et diamètre de vis 525 mm). Le mélange sec série est produit directement en utilisant la teneur en fibres pré spécifiées pour les matériaux composés par extrusion ; les extrudas contenant 30 % en poids de verre. Les fibres sont d'abord obtenues, puis mélangées avec le mélange original de PP et de PS pour obtenir les séries de 10 et 20 % en poids. Les extrudas sont découpés en granulés de 9 mm. Des échantillons de traction et d'impact sont ensuite réalisés en utilisant la technique de moulage par injection (Arburg Allrounder 221-55- 250, diamètre de la vis 530 mm).

#### **III.4 Conclusion**

Dans ce chapitre, nous nous sommes attachés à décrire le procédé utilisé pour fabriquer les éprouvettes de notre matériau composite, à savoir l'extrusion dans une première étape, et l'injection en dernière étape. Puis, nous avons détaillé les conditions expérimentales de mise en œuvre des matériaux composites à l'aide des deux techniques.

## **Chapitre IV : Techniques de caractérisation des matériaux composites**

### **IV.1 Introduction**

Dans ce chapitre, nous évoquerons les techniques de caractérisation mécanique et chimique utilisées respectivement afin de tester les performances mécaniques du matériau, et pour déterminer les caractéristiques morphologiques finales du biocomposite.

### **IV.2 Généralité sur les tests mécaniques**

Tous les matériaux sont obéissants à différentes sollicitations et conditions. Ainsi, selon sa résistance, des dommages macroscopiques commencent à se manifester dans le matériau. La mécanique de la rupture est le domaine de la mécanique concerné par l'étude des dommages des matériaux sous contraintes mécaniques. Ainsi, l'on utilise des méthodes de mécanique solide analytique pour calculer la force motrice sur une fissure et celles de la mécanique solide expérimentale pour caractériser la résistance du matériau à la rupture.

Dans la science moderne des matériaux, la mécanique de la rupture est un outil important utilisé pour améliorer les performances des composants mécaniques. À ce titre, nous utilisons la physique du comportement sous contrainte et déformation des matériaux, et en particulier les théories de l'élasticité et de la plasticité, pour les défauts cristallographiques microscopiques trouvés dans les matériaux réels afin de prédire le comportement mécanique macroscopique de ces corps. La fractographie est largement utilisée avec la mécanique des fractures pour comprendre les causes des défaillances et également vérifier les prédictions théoriques de défaillance avec des défaillances réelles. La prédiction de la croissance des fissures est au cœur de la discipline de conception mécanique de tolérance aux dommages.

Pour obtenir une normalisation des essais mécaniques et assurer une reproductibilité des résultats de ces essais, les organismes de normalisation ont établi des normes dans ce sens ; les principes de ces normes se focalisant principalement sur la géométrie de l'échantillon, les instruments de mesure, la présentation des résultats et leurs interprétations.

Il existe un grand nombre de tests, dont la majorité est standardisée, pour déterminer la résistance mécanique des matériaux vis-à-vis des différentes sollicitations possibles à savoir la traction, la compression, la flexion, la torsion et le cisaillement (Figure IV-1).

Selon les cas et selon l'objectif, il existe aussi plusieurs types d'essais (Figure IV-2) :

- Les essais instantanés,
- Les essais à long terme,
- Les essais de spectroscopie mécanique,
- Les essais thermomécaniques volumiques ou superficiels.

Nous avons détaillé ci-après une liste des tests les plus courants :

Les essais de traction ; ces derniers sont utilisés pour obtenir la courbe contrainte-déformation d'un matériau, et à partir de là, des propriétés telles que le module d'Young, la contrainte d'élasticité, la contrainte de traction et le pourcentage d'allongement à la rupture,

Les essais de dureté ; ils sont utilisés pour déterminer la dureté d'un matériau à la déformation. Plusieurs de ces tests existent, dans lesquels le matériau examiné est mis en retrait jusqu'à ce qu'une impression se forme ; ces tests peuvent être effectués à l'échelle macroscopique ou microscopique,

Les tests de résilience qui mesurent la résistance aux chocs,

Les essais de fatigue ; ils mesurent l'affaiblissement d'un matériau causé par une charge cyclique qui se traduit par des dommages structurels progressifs et localisés et la croissance de fissures.

Les essais de fluage ; ils mesurent la tendance d'un matériau solide à se déplacer lentement ou à se déformer de façon permanente sous l'influence de contraintes mécaniques persistantes.

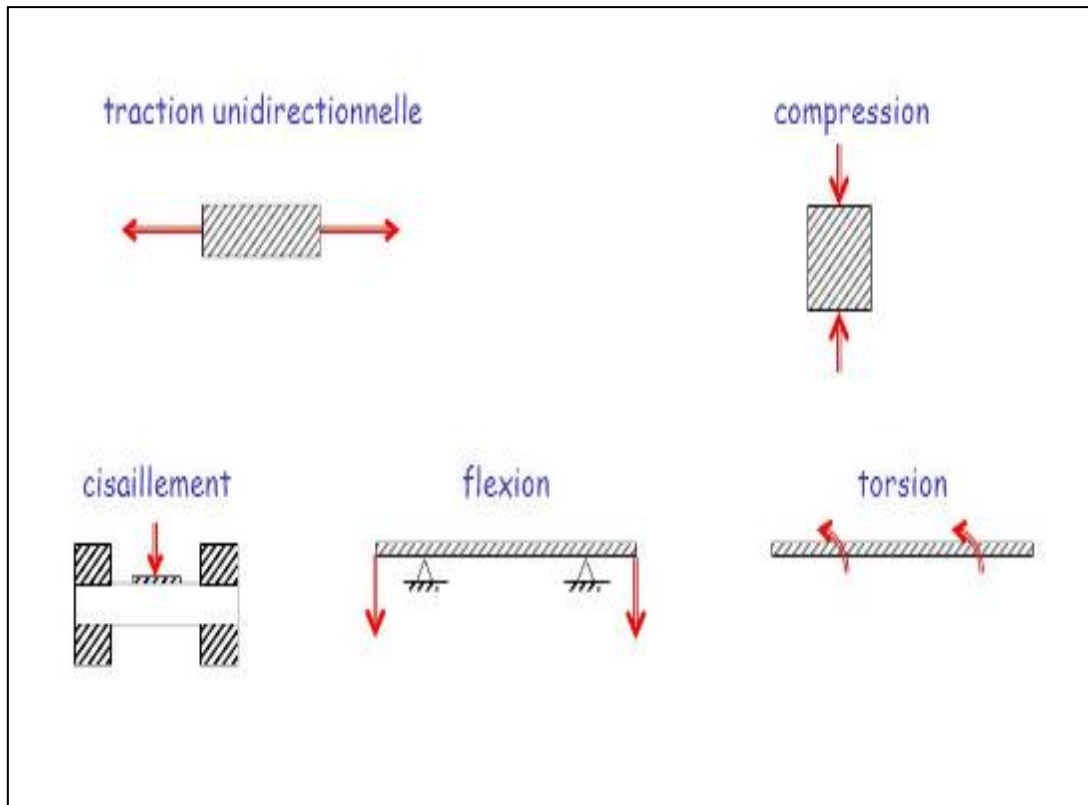


Figure IV-1 : Les différentes sollicitations mécaniques

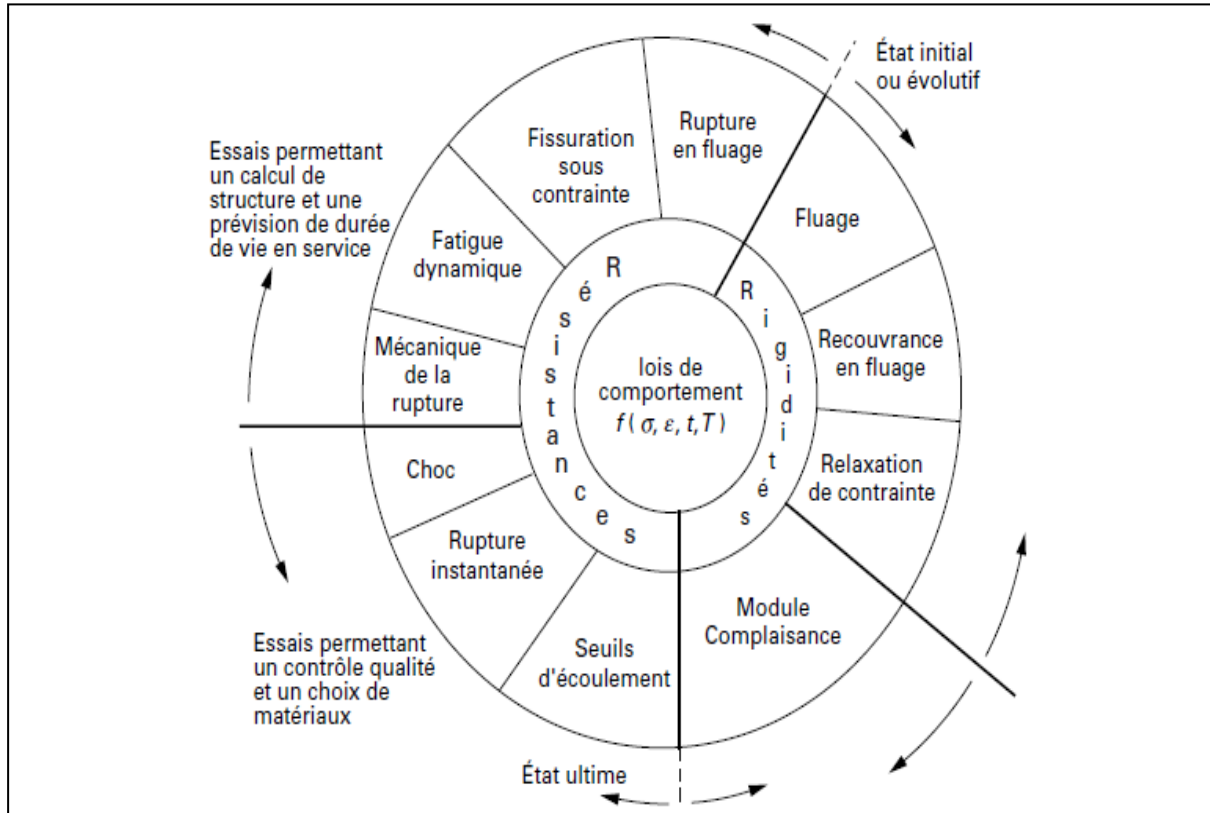


Figure IV-2 : Essais mécaniques, instantanés et à long terme[103]

### IV.3 Test de traction

Dans notre mémoire, l'étude du comportement mécanique de notre matériau composite a été effectuée à l'aide de l'essai de traction, également connu sous le nom de test de tension. C'est un test fondamental de science et d'ingénierie des matériaux avec lequel on applique une force de traction sur une éprouvette de dimension standardisée, jusqu'à sa rupture, en suivant un processus de mise en charge à une vitesse de déformation constante.

En enregistrant la force appliquée à l'éprouvette par la machine de traction et son allongement progressif, l'on acquiert un diagramme de contrainte-déformation (Figure IV-3).

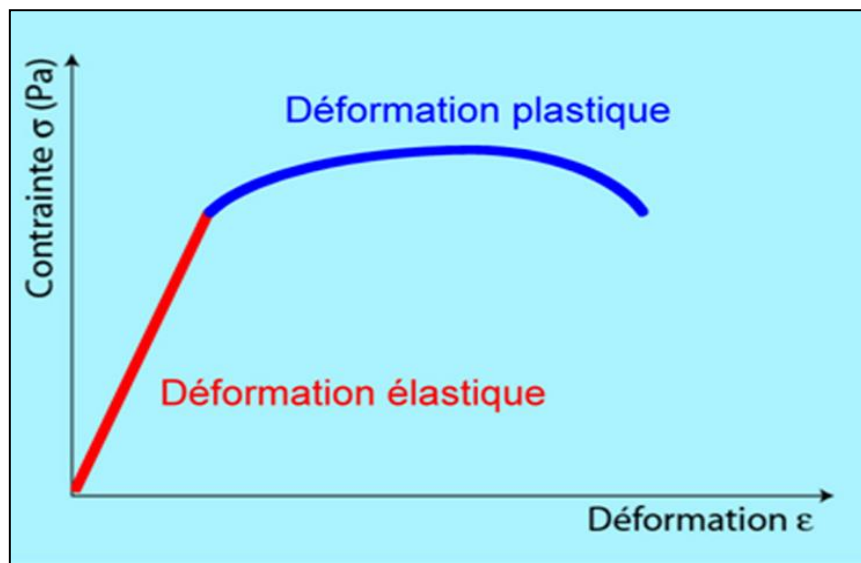


Figure IV-3 : Allure générale de la courbe contrainte-déformation

L'application d'une force incite initialement une déformation élastique de l'éprouvette. Cela se traduit sur le diagramme par une droite, car la déformation est proportionnelle à la contrainte (Loi de HOOKE).

Cette déformation élastique est réversible. Si la contrainte est annulée, l'éprouvette retrouve instantanément sa forme initiale. Cette déformation élastique est suivie d'une déformation irréversible (permanente) appelée déformation plastique, qui se traduit sur le diagramme par une courbe qui se termine au moment de la rupture de l'éprouvette.

Cette technique permet de mesurer les paramètres suivants :

- Le module d'Young : il est représenté par la pente du segment qui donne la déformation élastique ; ce paramètre est un indicateur de rigidité. Plus le module d'Young est élevé, plus le matériau est rigide ;

- La limite conventionnelle d'élasticité à 0,2 % de déformation plastique ;
- La limite d'élasticité correspond à la contrainte à partir de laquelle le matériau commence à se déformer plastiquement. En pratique, bien que la définition soit simple, cette limite est difficile à apprécier, car le passage du domaine élastique au domaine plastique se fait de façon progressive. La difficulté de lecture donnant des interprétations erronées de cette limite d'un laboratoire à l'autre. Pour s'en affranchir, on a déterminé une limite conventionnelle d'élasticité à 0,2 %. C'est la contrainte pour laquelle on mesure une déformation plastique de 0,2 % ;
- La résistance à la traction.

C'est la valeur la plus élevée atteinte de la contrainte pendant l'essai de traction.

- La déformation à la rupture :

C'est la valeur de la déformation au moment de la rupture de l'éprouvette.

- L'indication sur la valeur de la ténacité :

L'aire sous la courbe de contrainte déformation représente l'énergie absorbée par le matériau lors de la traction. Cette valeur nous donne une indication sur la ténacité du matériau qui n'est que la résistance à la propagation des fissures.

#### **IV.4 Techniques de caractérisation**

##### **IV.4.1 MEB**

Un microscope électronique à balayage (MEB) est un type de microscope électronique qui produit des images d'un échantillon en balayant la surface avec un faisceau d'électrons focalisé. Les électrons interagissent avec les atomes de l'échantillon, produisant divers signaux contenant des informations sur la topographie de surface et la composition de l'échantillon. Le faisceau d'électrons est balayé selon un motif de balayage tramé, et la position du faisceau est combinée avec l'intensité du signal détecté pour produire une image.

Les images MEB figurant dans ce mémoire ont été effectuées à l'aide du microscope « QUATTRO S FEI ». Figure IV-4

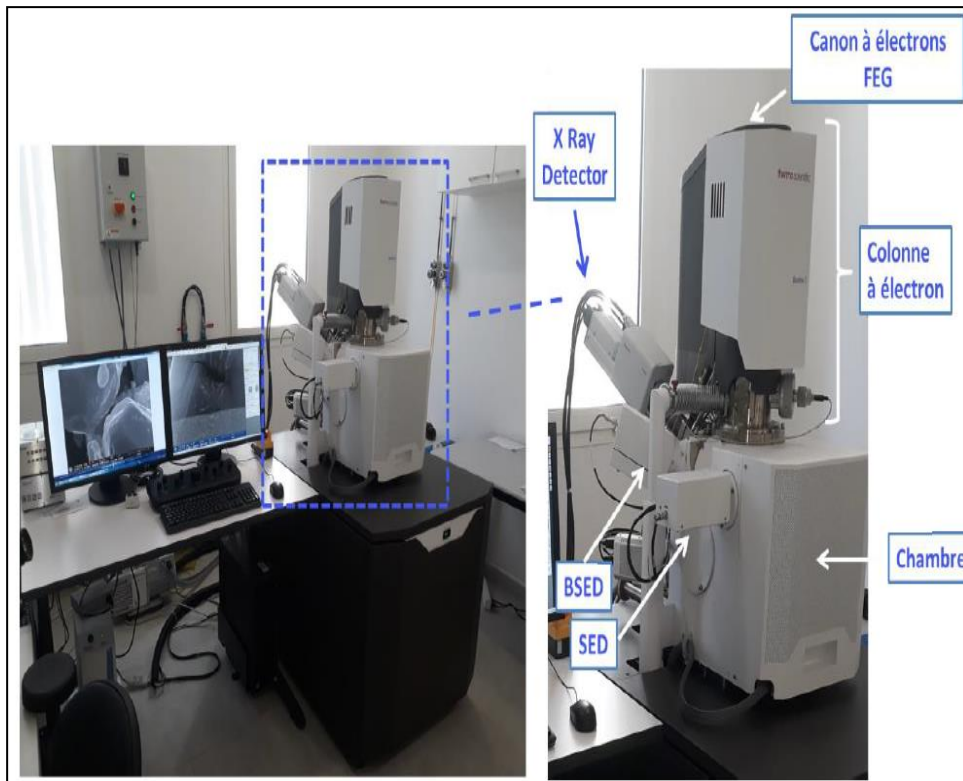


Figure IV-4 : Microscope électronique à balayage QUATTRO S FEI[104]

Le canon à électron à émission de champ électrique sous la forme d'une fine pointe représente la cathode. Entre cette dernière et l'anode, une tension variant entre 2000 et 7000 V est appliquée, ce qui provoque l'arrachement des électrons de la cathode. La différence de potentiel peut arriver jusqu'à 3 kV et accélère le faisceau des électrons générés. La figure IV-5 illustre le chemin des électrons à travers les différents composants du système optique et électromagnétique du microscope sous vide poussé, (systèmes des lentilles électromagnétiques : lentilles condenseurs, lentilles, objectifs et bobines de balayages). Ce qui permet par des manipulations successives, de contrôler la taille du faisceau, de focaliser et de balayer le faisceau sur l'échantillon en un petit spot. Des diaphragmes, de diamètre d'ouverture optimal, permettent de réduire ou d'exclure les électrons du faisceau dispersés.

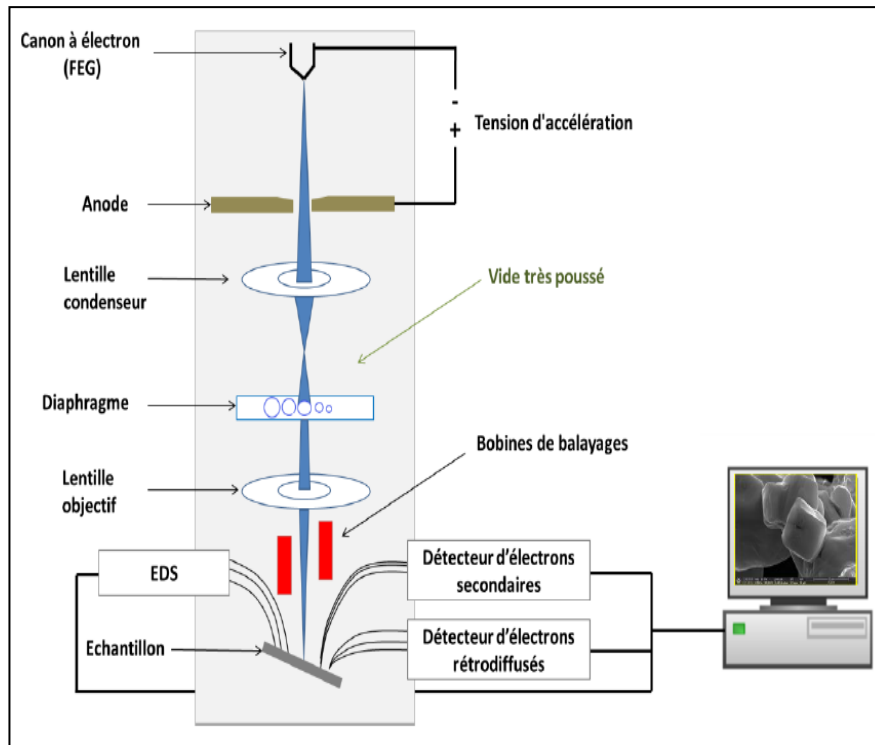


Figure IV-5 : Schéma du principe d'un microscope électronique à balayage[104]

Dans notre cas, et afin d'obtenir des faces de fracture propres et précises, tous les échantillons composites ont été cryofracturés sous azote liquide. Étant donné que les charges et les composites ne sont pas conducteurs, ceux-ci doivent être rendus conducteurs. Cela a été effectué en appliquant une technique de pulvérisation de revêtement d'or. Le mince revêtement d'or provoque l'interaction de l'électron avec les coquilles atomiques internes de l'échantillon.

#### IV.4.2 FTIR

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier ou spectroscopie IRTF (ou encore FTIR, de l'anglais Fourier Transform Infra Red spectroscopy) est utilisée dans notre travail afin d'obtenir des empreintes chimiques des matériaux utilisés dans l'élaboration de notre composite. La (FTIR) est une technique utilisée pour obtenir un spectre infrarouge d'absorption ou d'émission d'un solide, d'un liquide ou d'un gaz. Un spectromètre FTIR collecte simultanément des données à haute résolution spectrale sur une large gamme spectrale. Cela confère un avantage significatif par rapport à un spectromètre dispersif, qui mesure l'intensité sur une gamme étroite de longueurs d'onde à la fois. Le terme « spectroscopie infrarouge » à transformée de Fourier provient du fait qu'une transformée de Fourier est nécessaire pour convertir les données brutes en spectre réel.



La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est une technique de mesure qui permet d'enregistrer des spectres infrarouges. La lumière infrarouge est guidée à travers un interféromètre, puis à travers l'échantillon (ou vice versa). Un miroir mobile à l'intérieur de l'appareil modifie la distribution de la lumière infrarouge qui passe à travers l'interféromètre. Le signal directement enregistré, appelé « interférogramme », représente le flux lumineux en fonction de la position du miroir. La technique de traitement des données transformée de Fourier transforme ces données brutes en résultat souhaité (le spectre de l'échantillon) : la sortie de lumière en fonction de la longueur d'onde infrarouge (ou de manière équivalente, le nombre d'onde). Notons que le spectre de l'échantillon est toujours comparé à une référence.

Les spectres infrarouges figurant dans notre mémoire ont été élaborés à l'aide du spectromètre Nicolet iS50 FTIR (Figure IV-6); la figure IV-7 montre un schéma du principe d'un spectromètre FTIR.



Figure IV-6 : Spectromètre FTIR Nicolet iS50

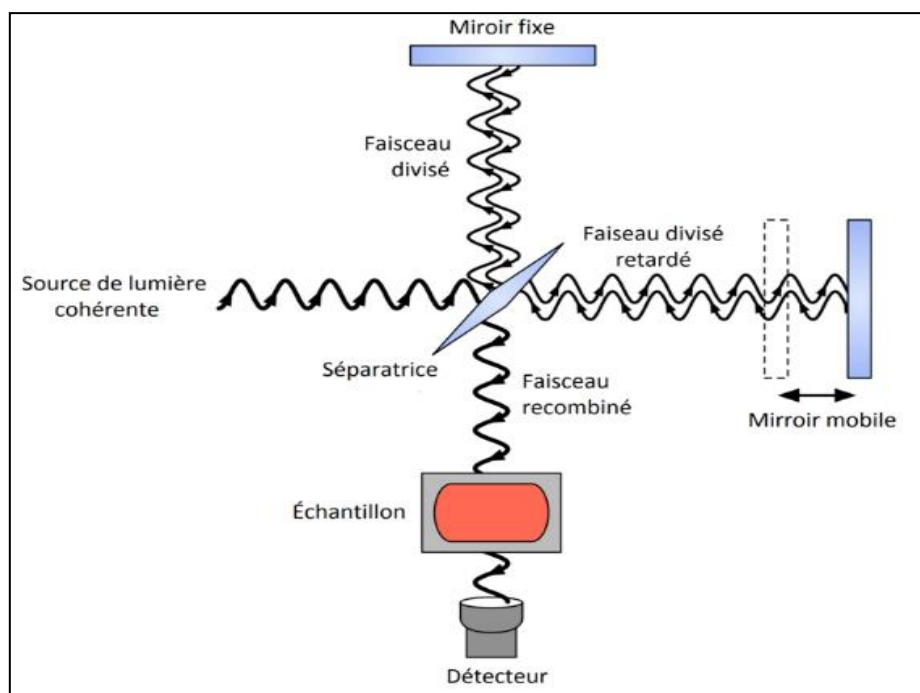


Figure IV-7 : Schéma principe d'un Spectromètre FTIR

Pendant nos analyses par FTIR, nous avons procédé à une irradiation pour analyser des échantillons sous forme de poudre et de billes sans aucune préparation. La technique la plus adaptée est la réflectance totale atténuée (ATR de l'anglais Attenuated Total Reflectance). Cette technique d'échantillonnage est utilisée en conjonction avec la spectroscopie infrarouge qui permet d'examiner des échantillons directement à l'état solide ou liquide sans autre préparation.

L'ATR utilise une propriété de réflexion interne totale résultant en une onde évanescente. Un faisceau de lumière infrarouge traverse le cristal ATR de telle manière qu'il se reflète au moins une fois sur la surface interne en contact avec l'échantillon. Cette réflexion forme l'onde évanescente qui se prolonge dans l'échantillon. La profondeur de pénétration dans l'échantillon est généralement comprise entre 0,5 et 2 micromètres ; la valeur exacte étant déterminée par la longueur d'onde de la lumière ; l'angle d'incidence et les indices de réfraction pour le cristal ATR et le milieu sondé. Le nombre de réflexions peut varier en faisant varier l'angle d'incidence. Le faisceau est ensuite collecté par un détecteur à sa sortie du cristal. La plupart des spectromètres infrarouges modernes peuvent être convertis pour caractériser les échantillons via ATR en montant l'accessoire ATR dans le compartiment d'échantillonnage du spectromètre. L'accessibilité, la rapidité d'exécution des échantillons et

la facilité de l'ATR-FTIR ont conduit à une utilisation substantielle par la communauté scientifique.

#### **IV.5 Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons procédé aux essais mécaniques pour caractériser le comportement mécanique des matériaux composites. À ce titre, nous avons décrit les techniques instrumentales adoptées pour mieux apprécier la morphologie du matériau, obtenir une empreinte chimique des matières premières utilisées afin de reconstituer notre matériau composite

## **Chapitre V :**

### **Introduction de la sciure de bois issue du Cèdre de l'Atlas comme charge dans une matrice PEHD ; Étude du comportement mécanique et morphologique du nouveau matériau**

#### **V.1 Introduction**

Dans ce chapitre, nous présenterons les résultats de notre travail expérimental concernant l'introduction de la sciure issue du Cèdre de l'Atlas dans une matrice de PEHD.

Dans un premier temps, nous présenterons les matériaux utilisés dans notre expérimentation à savoir le Cèdre de l'Atlas qui est le renfort, le PEHD qui représente notre matrice et le polyéthylène haute densité greffé d'anhydride maléique qui joue le rôle d'agent de couplage tout en donnant leur spectre infrarouge dans le but de mieux préciser leurs structures chimiques. Par ailleurs, nous décrirons les procédés de fabrication des différents échantillons du matériau composite.

Puis, nous exposerons nos résultats dont nous débattrons en décryptant les caractérisations morphologiques et mécaniques du matériau composite.

Enfin, nous présenterons l'extrapolation de notre étude sur l'activité industrielle de l'entreprise GFIAE.

#### **V.2 Matériel et méthode**

##### **V.2.1 Matériaux**

La matrice polymère est un PEHD fourni par ExxonMobil ; il a une température de fusion maximale de 133 °C, une température de déviation thermique à 0,45 MPa de 64 °C, une densité de 0,956 g. cm<sup>-3</sup> et un indice de fusion de 20 g/10 min [105].

Le bois se présente sous forme de sciure de bois tamisée. Cette sciure de bois a été obtenue à partir d'un atelier de menuiserie traditionnel de la région d'Azrou au Maroc ; elle est principalement constituée par le bois de cèdre (*CedrusAtlantica*).

L'agent de couplage utilisé dans cette étude est le polyéthylène haute densité greffé d'anhydride maléique ; il a été fourni par Sigma-Aldrich Ireland Ltd ;il possède une température de fusion maximale de 107 °C et une viscosité de 500 ccp (140 °C) [106]. Nous avons utilisé une quantité fixe de 3 % en poids dans tous les composites de l'échantillon. Cette concentration s'est avérée optimale pour obtenir des propriétés mécaniques optimales des composites bois/polymère [107][108].

L'objectif était d'avoir des empreintes chimiques des deux matériaux utilisés pour réaliser cette étude. Dans cette perspective, nous avons effectué des analyses spectrales en Infrarouge sur le PEHD et la sciure de cèdre de l'Atlas. (Figures V-1 et V-2)

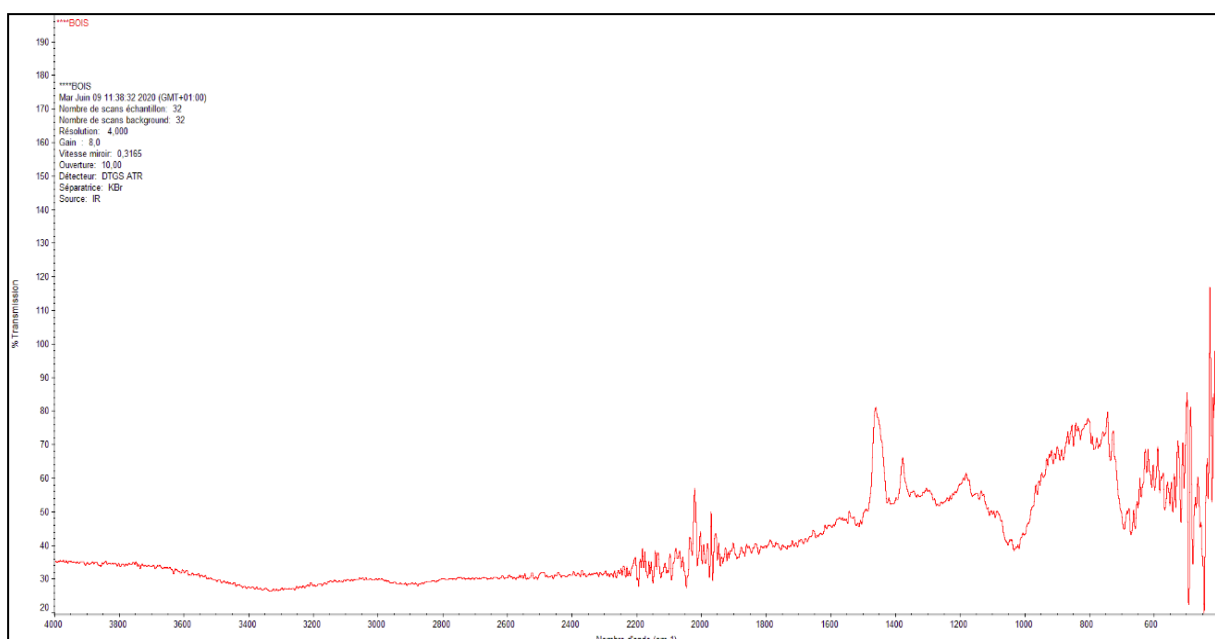


Figure V-1 Spectre infrarouge relatif à la sciure de Cèdre de l'Atlas

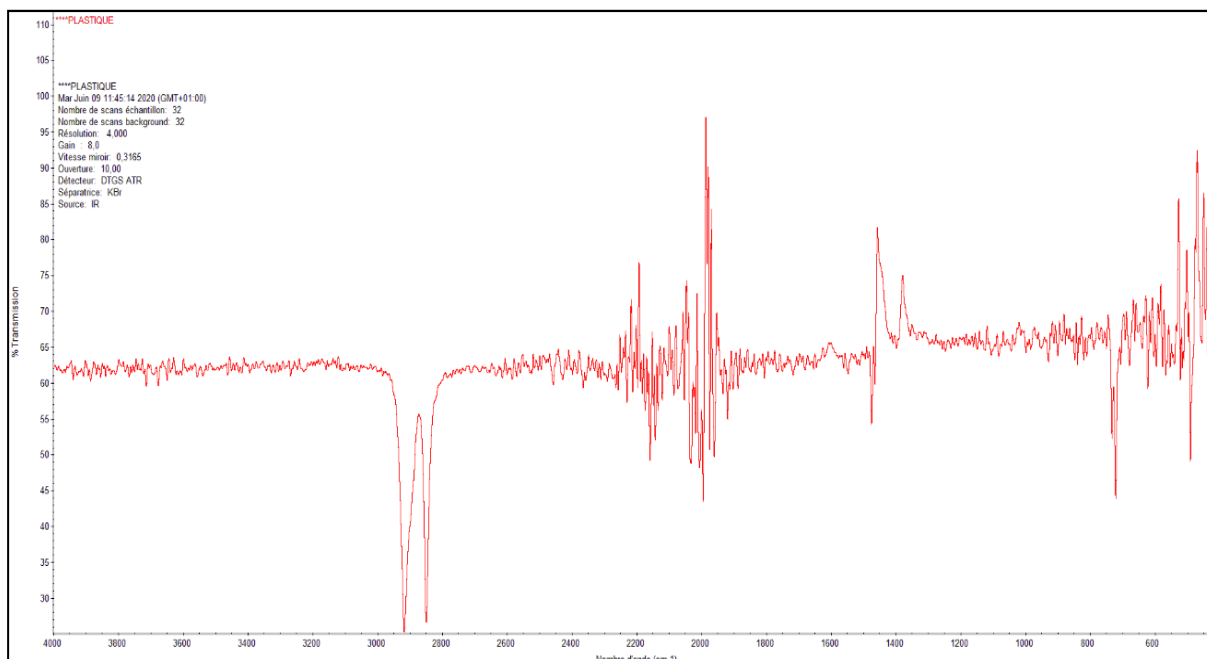


Figure V-2 Spectre Infrarouge relatif au PEHD

## V.2.2 Procédé de mis en œuvre

La sciure a été séchée dans une étuve à 83 °C pendant 48 heures, et laissée à refroidir à température ambiante, puis conservée dans des sacs en polyéthylène jusqu'à leur utilisation. La sciure de bois a été tamisée pour obtenir trois tailles de classement en fonction du diamètre des tamis : <math><125\ \mu\text{m}</math> ; <math>125\text{-}200\ \mu\text{m}</math> ; <math>200\text{-}335\ \mu\text{m}</math> (Figure V-3). Ces tailles moyennes sont été déterminées par la microscopie électronique à balayage (Figure V-4)

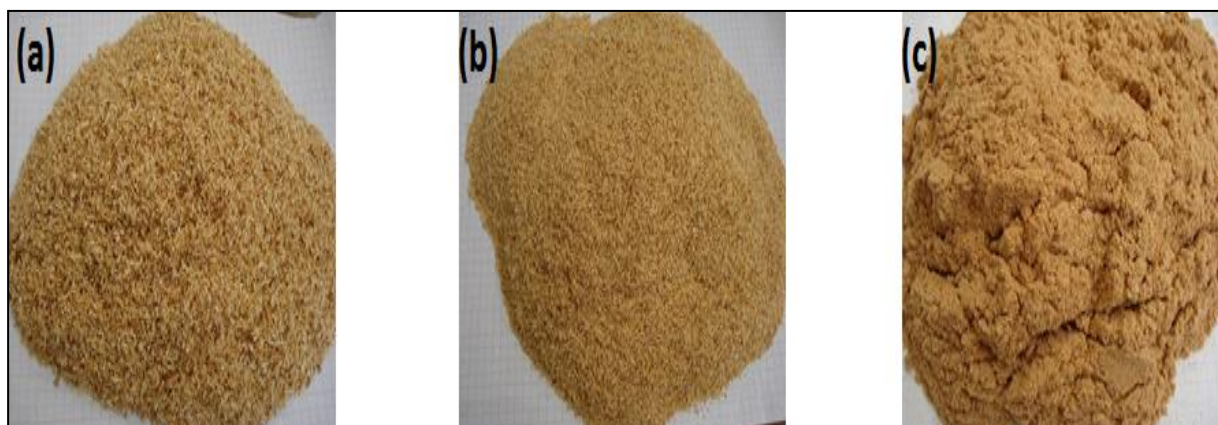


Figure V-3 : Les trois tailles des sciures de bois Cèdre utilisées (a) <math><125\ \mu\text{m}</math>, (b) <math>125\text{-}200\ \mu\text{m}</math>, (c) <math>200\text{-}335\ \mu\text{m}</math>

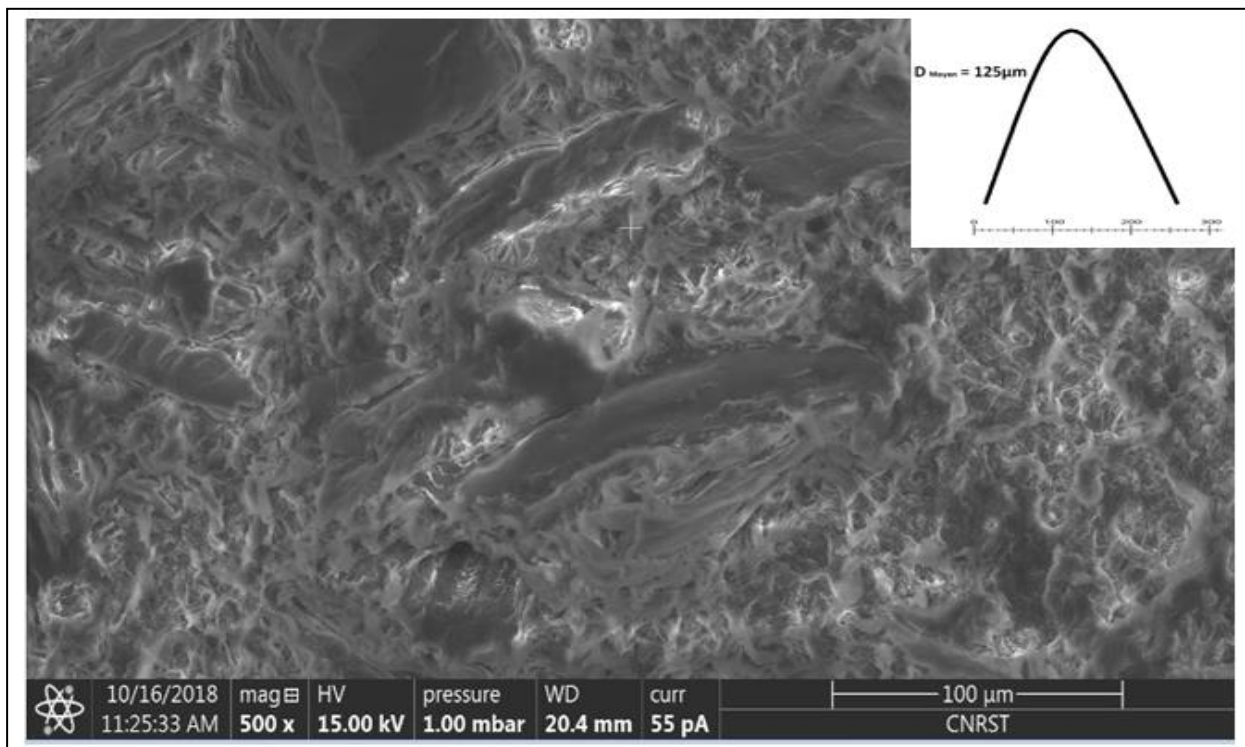


Figure V-4 : Distribution de taille de sciure fine de Cedrus-Atlantica

Cinq teneurs en sciure de bois de CedrusAtlantica dans la matrice PEHD (0, 5, 10, 15, 20 % en poids) avec 3 % en poids de l’agent de couplage ont été préparées en deux étapes. Dans la première étape ; les composites ont été mélangés en fusion simultanément avec une extrudeuse à double vis (Leistritz Extrusions technikGmbH, Allemagne). Le mélange a été effectué avec un profil de température de 170/170/175/180/180/175/170 °C, 170 °C pour la température de la filière (Figure V-5) avec une vitesse de rotation de 125 tr/min pour les vis principales et de 40 tr/min vis pour alimentation latérale. Après avoir été refroidis dans un bain d’eau, les mélanges ont été répartis en granulés de 2 mm de long. Dans une deuxième étape, les granulés ont été transformés en panneaux dans une machine de moulage par injection (Engel e-Victory), puis découpés et mis en éprouvettes (Figure V. 6). Pendant le moulage par injection, la température dans la chambre à vis était fixée à 180 °C dans les trois zones ; la buse étant aux températures de 170 °C, et le moule à 40 °C (Figure V-6) [108].

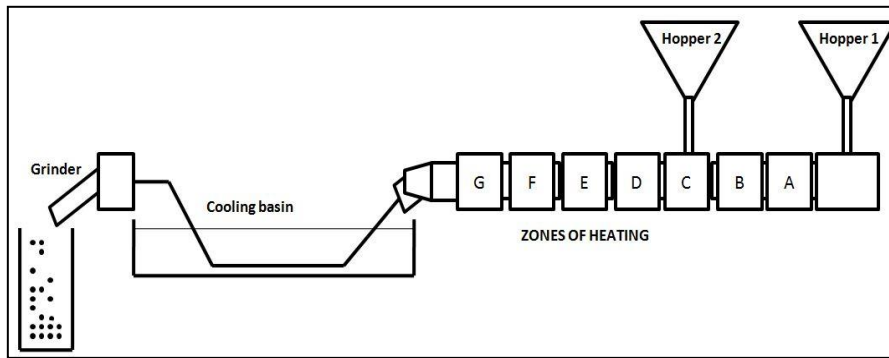


Figure V-5 : Extrudeuse

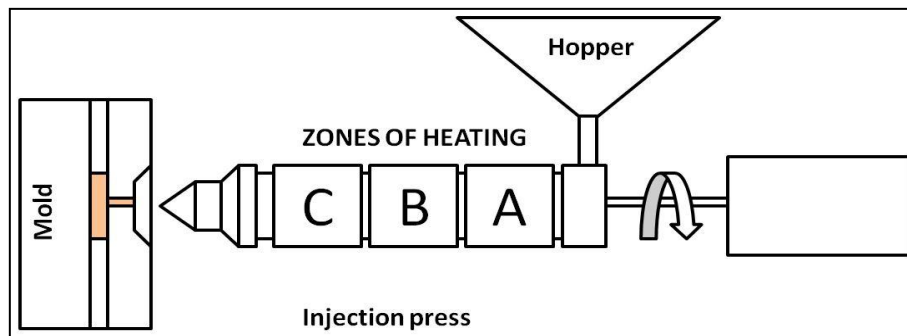


Figure V-6 : Presse à injecter

### V.2.3 Tests de traction

Six échantillons ont été continuellement sollicités sous une contrainte de traction jusqu'à rupture pour chacun des composites ; les moyennes ont été prises comme valeurs représentatives. Les échantillons (Figure V-7) ont été testés 10 jours après leur fabrication, ont été conservés et testés dans des conditions ambiantes (environ 25 °C et 45 % d'humidité relative). Nous avons utilisé une machine d'entraînement universel Instron 8821s avec une cellule de charge de 5 kN. La vitesse du test était de 5 mm/min, ce qui assure une rupture du composite entre 30 secondes et 2 minutes, conformément à la norme ISO 527-1 : 2012 (Figure V-8).



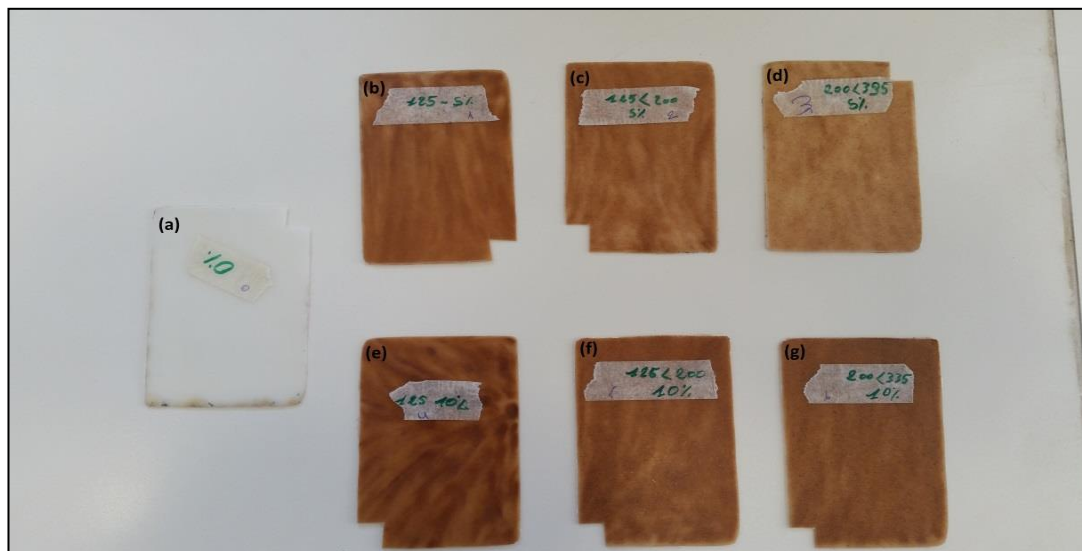


Figure V-7 : Échantillons du matériau composite Cèdre de l'Atlas – PEHD avec différentes teneurs et tailles en bois

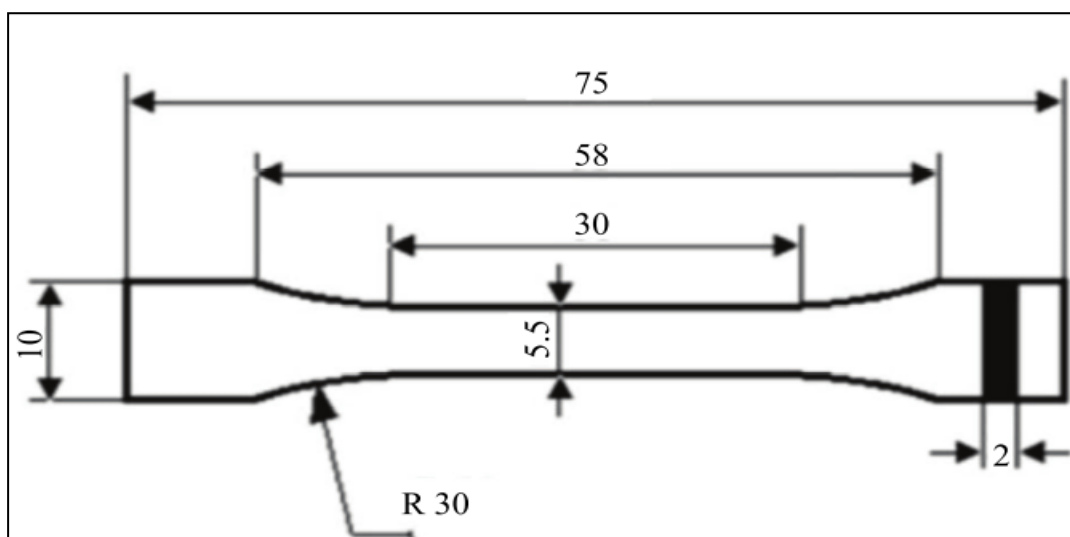


Figure V-8 : Les dimensions de l'éprouvette d'essai

### V.3 Résultats et discussions

#### V.3.1 Effet de l'agent de couplage

L'agent de couplage contribue de son côté à l'adhérence entre les deux phases. La Figure V-9 montre deux photos prises au microscope électronique à balayage des deux échantillons avec des compositions similaires et avec le même groupe de taille de sciure la seule différence existante entre les deux échantillons est l'absence de l'agent de couplage dans le premier échantillon et sa présence dans le deuxième. La figure V- 9 (a) révèle la répulsion entre les deux phases qui conduit à une hétérogénéité entre le renfort et la matrice. Cependant, dans la

figure V-9 (b), nous remarquons un aspect continu de la matière et une homogénéité entre le bois et le PEHD, ce qui confirme l'intérêt de l'utilisation de l'agent de couplage.

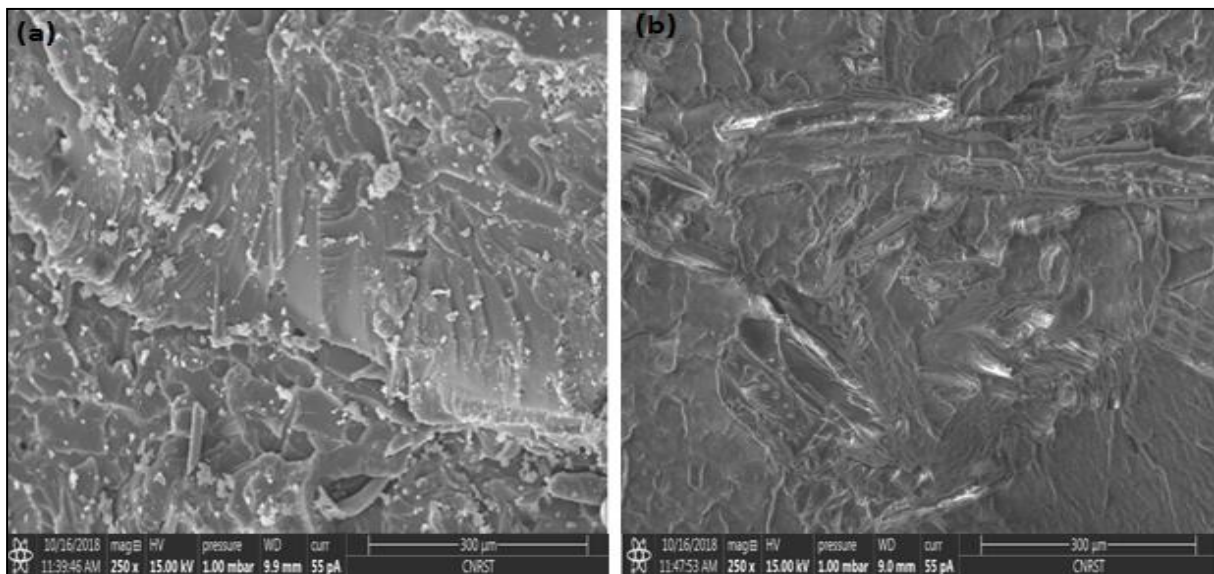


Figure V-9 : Images au MEB obtenues à partir de la surface cryofracturée des composites : (a) sans agent de couplage (b) avec 3 % de polyéthylène haute densité greffé d'anhydride maléique

### V.3.2 Morphologie du composite

Il est à noter que l'optimisation des différents paramètres de mise en œuvre du matériau affecte d'une manière importante la morphologie du produit fini de ce fait, un bon réglage des machines de fabrication est celui qui conduit à une meilleure homogénéisation entre les deux constituants, autrement dit, à une bonne dispersion du renfort dans la matrice.

La Figure V-10 présente les images des surfaces cryofracturées prises à l'aide du microscope électronique à balayage des quatre échantillons constitués des sciures fines et grossières avec 5 % et 20 % de concentration en sciure de bois. Le but étant de visualiser la distribution des particules dans la matrice selon la taille et la teneur de la charge, et aussi de révéler et d'interpréter la microstructure du composite bois-polymère.

Les images (a) et (b) témoignent que les particules fines sont bien enrobées par la phase matrice, ce qui se traduit par une bonne homogénéité entre le renfort et la matrice. De plus, dans l'image (a), nous constatons une meilleure distribution des particules dans la matrice. Donc nous concluons qu'une faible concentration conduit à une bonne distribution de la charge. Cependant, il existe des agglomérations remarquables des particules dans les deux

dernières images (c) et (d), surtout pour le cas des particules grossières, ce phénomène soutient les interactions entre les particules de bois et en même temps minimise les interactions entre les particules et la matrice.

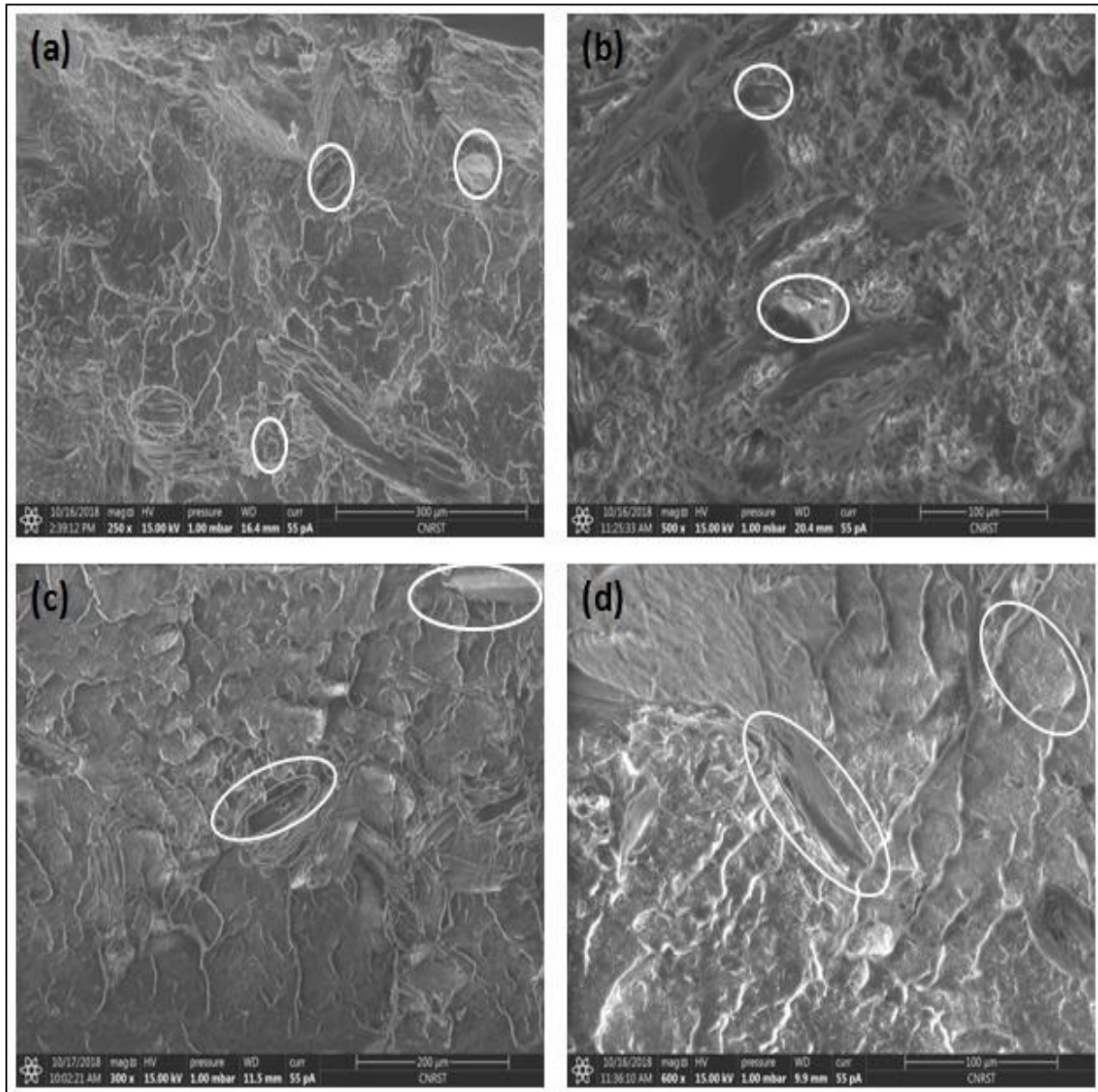


Figure V-10 : Images au MEB obtenues à partir de la surface cryofracturée des composites :  
(a) 5 % de sciure fine ; (b) 20 % de sciure fine ; (c) 5 % de sciure grossière ; et (d) 20 % de sciure grossière

### V.3.3 Propriétés mécaniques

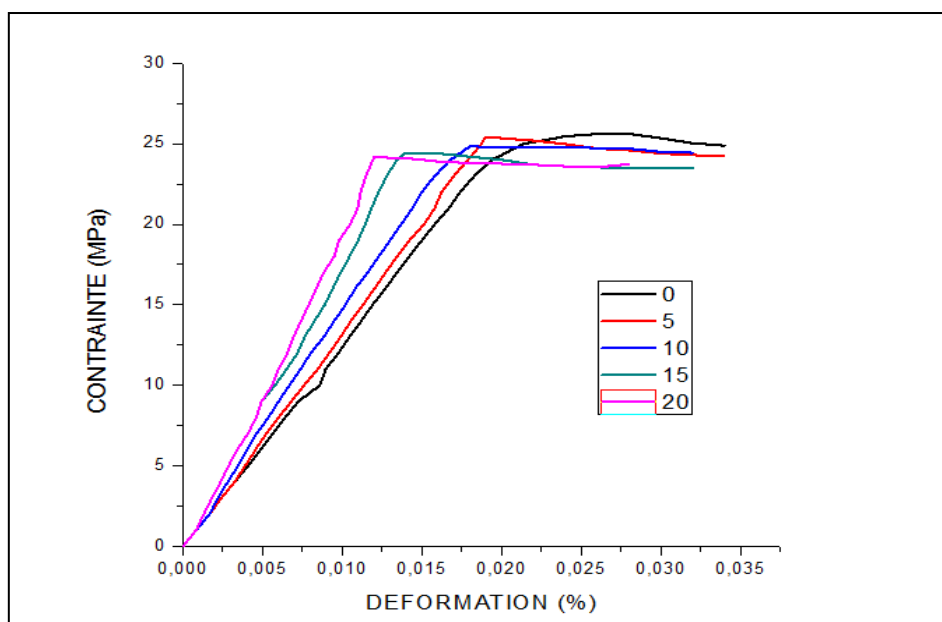


Figure V-11 : Courbes des contraintes déformations des composites CedrusAtlantica-PEHD

Les courbes de déformation-contrainte obtenues du PEHD pur et des composites sont représentées par la Figure V-11, elles démontrent le comportement de tous les composites sous la même sollicitation mécanique. À ce propos, nous pouvons constater que le composite devient plus rigide avec l'augmentation de la teneur en bois ; le PEHD pur a un comportement plastique maximum, et le composite avec 20 % du bois est le plus élastique. Ce résultat est dû à la réduction de l'énergie plastique du matériau. En général, il y a une bonne amélioration de la rigidité du matériau avec l'augmentation de la teneur en bois. Cependant, il existe une baisse de la ductilité. Les tableaux V-1, V-2 et V-3, synthétisent les résultats des essais de traction, respectivement, pour les composites à sciure fine, moyenne et grossière.

Tableau V-1 : Propriétés mécaniques des composites à sciure fine

Teneur en sciure	E(Mpa)	R <sub>p</sub> (Mpa)	R <sub>m</sub> (Mpa)	ε <sub>R</sub> (%)	W (N. mm)
0 %	945	14,12	25,64	132,12	7005
5 %	1009	14,99	25,81	80. 12	6032
10 %	1653	14,13	25,51	60. 21	4136
15 %	1802	13,56	24,93	24. 23	2003
20 %	2009	12,80	24,51	5,63	1890

Tableau V-2 : Propriétés mécaniques des composites à sciure moyenne

Teneur en sciure	E(Mpa)	R <sub>p</sub> (Mpa)	R <sub>m</sub> (Mpa)	ε <sub>R</sub> (%)	W (N. mm)
0 %	945	14,12	25,64	132,12	7005
5 %	970	13,89	25,41	68,12	5732
10 %	1309	11,33	24,83	53,21	3966
15 %	1675	11,06	24,43	19,23	1928
20 %	1894	10,82	24,16	5,43	1857

Tableau V-3 : Propriétés mécaniques des composites à sciure grossière

Teneur en sciure	E(Mpa)	R <sub>p</sub> (Mpa)	R <sub>m</sub> (Mpa)	ε <sub>R</sub> (%)	W (N. mm)
0 %	945	14,12	25,64	132. 12	7005
5 %	947	12,59	25,11	61,12	5443
10 %	1137	10,96	24,63	48,21	3816
15 %	1357	10,13	24,03	11,23	1899
20 %	1552	9,82	23,86	4,43	1842

Les paramètres indiqués sont le module d'élasticité (module d'Young) E, la limite d'élasticité compensée à 0,2 % R<sub>p</sub>, la résistance à la traction R<sub>m</sub>, la déformation à la rupture ε<sub>R</sub>, l'aire sous la courbe de l'origine au maximum de la courbe W. ce dernier paramètre constitue un indicateur de la ténacité du matériau (après, W est calculé sur la résistance/déplacement de la

courbe brute, ce qui explique que l'unité correspondante est exprimée en N. mm).

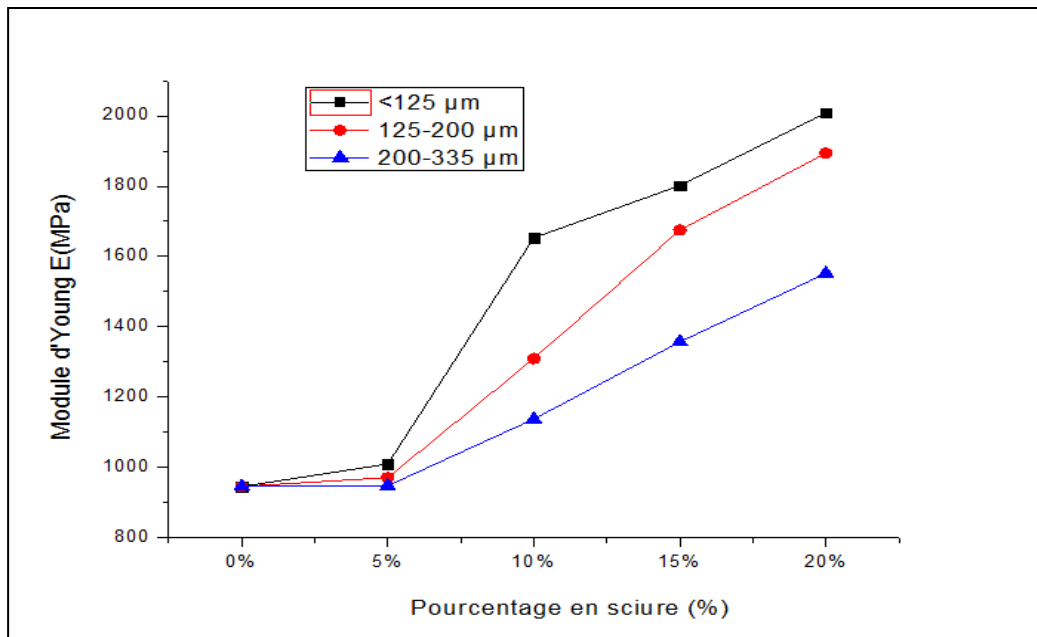


Figure V-12 : Module d'Young en fonction du pourcentage en sciure avec trois granulométries différentes

Le module de Young est une fonction croissante du contenu de la sciure (Figure V-12). Globalement, cette augmentation de la rigidité du composite est due à la rigidité du bois de *Cedrus Atlantica* ; ces résultats sont en accord avec ceux de la littérature : [16][21][109], ce qui confère à notre phase dispersée une fonction de renfort dans le matériau composite. En addition, le module diminue avec l'augmentation de la taille moyenne des sciures. Les modules à sciure fine sont très largement supérieurs au module de la matrice, qui est de 945 MPa. La plus grande rigidité (2009 MPa) est obtenue dans 20 % en poids de sciure fine.

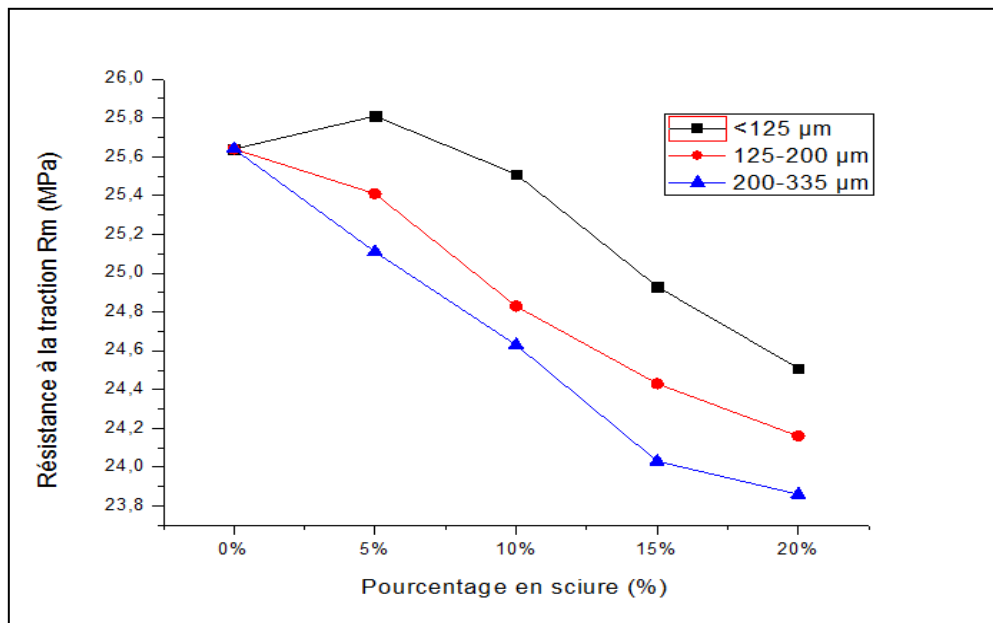


Figure V-13 : Résistance à la traction en fonction du pourcentage en sciure avec trois granulométries différentes

Concernant la résistance à la traction  $R_m$  (Figure V-13) et la sciure fine, nous remarquons un optimum à une concentration de 5 % en poids de sciure, avec une augmentation de la valeur de la résistance mécanique de 0,66 % par rapport à la résine vierge. Celle-ci peut s'expliquer par le fort liage entre le bois et le PEHD dû à la surface de contact élevée entre les phases, et aussi l'effet positif de l'agent de couplage qui conduit à une bonne adhérence.

Cependant, pour des concentrations supérieures à 5 % en poids, la résistance à la traction chute intensément jusqu'à une valeur inférieure à la résistance de la résine vierge avec un pourcentage de 4,40 % avec un niveau de 20 % de sciure fine. Cette chute s'explique par les agglomérations qui se créent en raison de l'augmentation du nombre de particules de bois ; ces rassemblements deviennent des zones de faiblesse et des points de concentration de sollicitations dans le matériau, ce qui anticipe sa rupture.

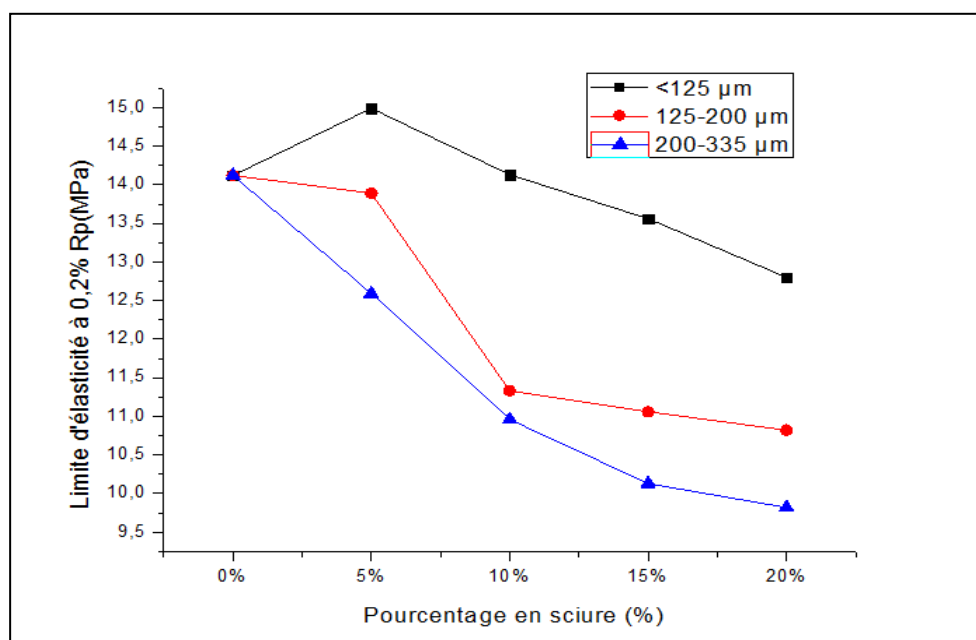


Figure V-14 : Limite d'élasticité en fonction du pourcentage en sciure avec trois granulométries différentes

Pour la limite d'élasticité du matériau (Figure V-14), les résultats montrent que sa valeur augmente de manière légèrement perceptible pour la teneur en 5 % en poids (6,16 %), et dans une moindre mesure avec 10 % en poids. % dans la sciure (0,071 %). En outre, au-dessus de 10 % en poids, la limite d'élasticité diminue à cause de la formation d'agglomération, conduisant à une faible adhérence interfaciale entre le bois et le polymère. Par ailleurs, l'augmentation de la surface de contact engendre une décohésion entre les deux phases. De plus, dans le cas de sciure moyenne et grossière, les valeurs de la limite d'élasticité diminuent en fonction de la teneur en sciure.

L'augmentation de  $E$  et de  $R_p$  est particulièrement importante avec la sciure fine; ces paramètres ont tous augmenté d'au moins 50 % par rapport à la sciure moyenne et grossière. Cet effet peut être attribué au rapport surface/volume, qui est significativement plus élevé avec la sciure fine. La surface de contact spécifique étant plus grande, les liaisons chimiques à travers l'agent de couplage à l'interface bois-polymère deviennent plus nombreuses. Cela pourrait expliquer le fait que les propriétés mécaniques diminuent avec l'augmentation de la taille moyenne de la sciure. Cet argument est celui généralement avancé par les chercheurs qui ont caractérisé l'influence de la taille des particules en ce qui concerne les propriétés mécaniques des composites bois-polymère. [13][20][110].



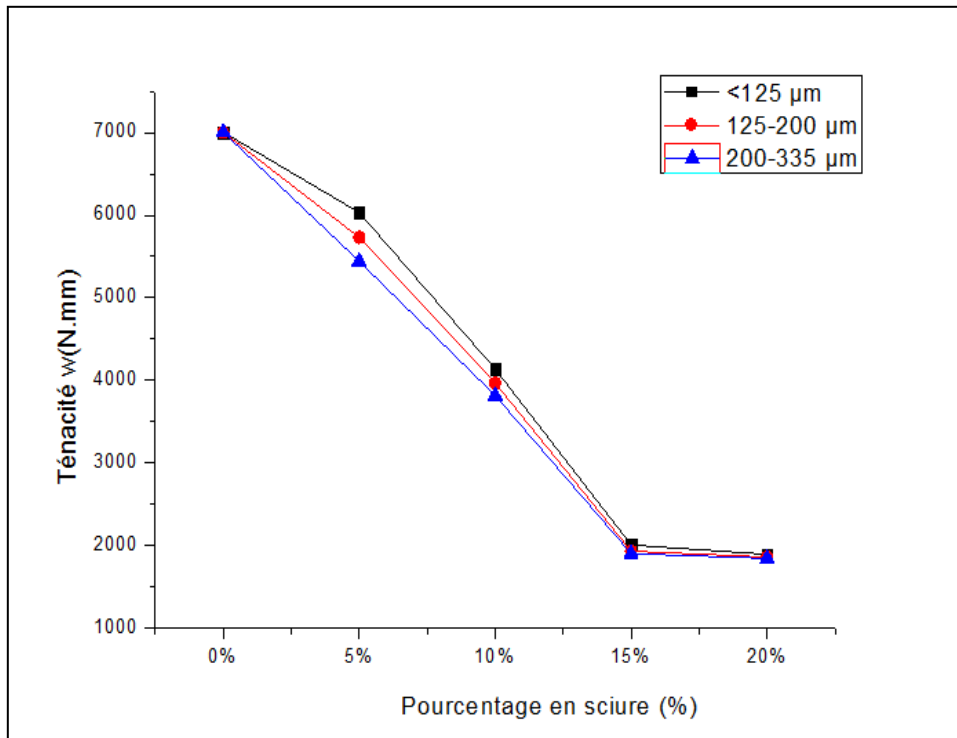


Figure V-15 : Ténacité en fonction du pourcentage en sciure avec trois granulométries différentes

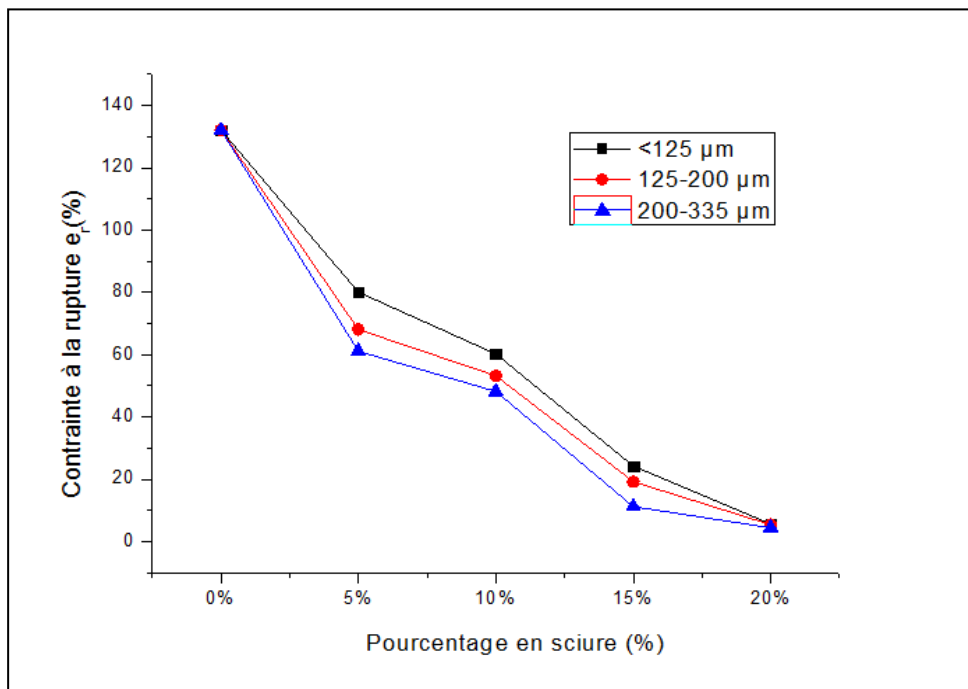


Figure V-16 : Contrainte à la rupture en fonction du pourcentage en sciure avec trois granulométries différentes

Dans tous les cas, la présence de sciure réduit significativement la ductilité (Figure V-16) et concomitamment la ténacité (Figure V-15). Une baisse spectaculaire au niveau de la ductilité a été observée avec l'augmentation de la teneur et de la taille des particules de sciure. En effet, l'introduction du bois dans le PEHD favorise le comportement fragile du matériau qui est compensé par l'amélioration de la rigidité. Ces mêmes interprétations contribuent à la diminution de la ténacité pour les trois tailles de sciure ; ce paramètre diminue clairement avec l'augmentation de la teneur en bois. La meilleure ténacité est obtenue avec la plus faible teneur en sciure fine, et elle correspond à moins de 86 % de la ténacité du PEHD.

#### **V.4 Extrapolation à l'échelle industrielle**

Les résultats obtenus nous ont encouragés à leurs exploitations à l'échelle industrielle. Notre recherche a convaincu l'entreprise GFIAE d'accepter notre proposition de partenariat.

##### **V.4.1 Présentation de l'entreprise GFIAE**

GFIAE est une société à responsabilité limitée créée en 2006 au cœur de la zone industrielle d'Aïn Aouda, avec un capital social de 2. 100. 000,00 DH et un effectif de 30 personnes.


GFIAE s'est spécialisée dans la transformation des thermoplastiques par les techniques d'injection et d'extrusion-soufflage. L'entreprise offre à ses clients une large gamme de produits. Les principaux produits sont sous forme d'une gamme de caisses. Le tableau V-4 présente les différents types de caisses avec leurs dimensions.

Tableau V-4 : Gamme des principaux produits GFIAE avec dimensions

Produits	Longueur (mm)	Largeur (mm)	Hauteur (mm)
Caisses Agrumes	520	345	290
Caisses Olives/primeurs	520	345	290
Caisses Fraises	580	382	75
Caisses Poisson	550	390	110
Demi-caisse	560	350	182

En concertation avec les responsables de GFIAE, nous avons choisi d'appliquer notre étude sur le produit le plus commercialisé qui est la caisse d'olives primeurs (Tableau V-5)

Tableau V-5 : Caisses Olives/Primeurs et ses caractéristiques (Réf. COP)

	Dimensions intérieures (mm)	520x345x290
	Dimensions extérieures (mm)	560x385x310
	Poids (g)	2800 ± 100g
Matériau	(PEHD)	

#### V.4.2 Procédé de fabrication

Le procédé adopté par GFIAE (Figure V-17) pour les fabrications de ses produits consiste à réceptionner la matière première souvent sous forme de matière recyclée. Cette dernière nécessite un tri pour éliminer les débris et les déchets. Recyclée, elle contient pas mal de matière grasse et de saleté, ce qui requiert l'étape de lavage et séchage qui est effectuée à l'aide d'une laveuse automatique. Puis, la matière est mélangée avec des colorants qui donnent la couleur souhaitée au produit fini, avant de se diriger vers la dernière étape qui est le moulage par injection au niveau des presses à injecter. Il est à noter que le procédé commence directement par l'homogénéisation dans le cas où la matière première est du PEHD vierge. De surcroit, l'opération de broyage s'ajoute aux autres étapes lorsque la matière première se présente sous la -forme d'article en plastique à recycler.

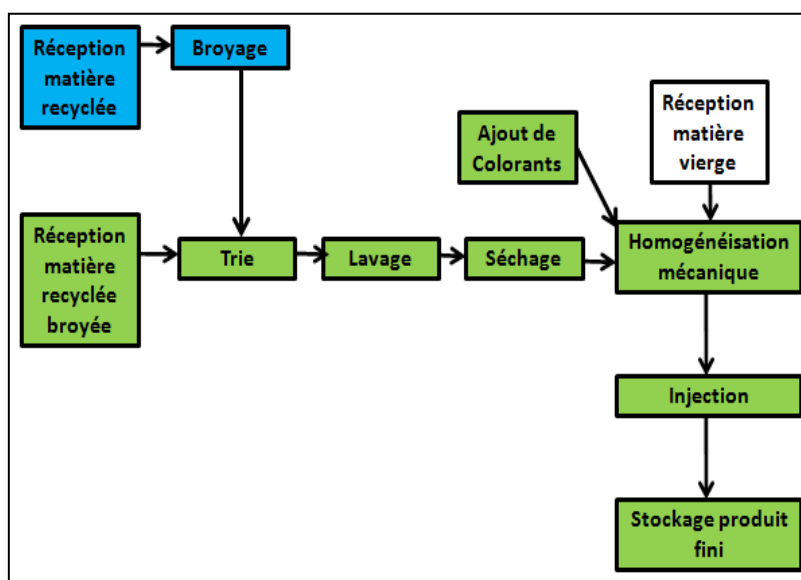


Figure V-17 : Procédé de fabrication utilisé par GFIAE

En outre, des échantillons de produit fini sont prélevés quotidiennement afin de subir un test mécanique à l'aide d'un banc d'essai. Cet instrument de contrôle exerce une pression mécanique sur le point de faiblesse de la caisse (Figure 0-18) jusqu'à la rupture. À ce stade, la sollicitation est enregistrée, pour qu'une caisse de type Olives/Primeurs soit conforme, la résistance mécanique de la caisse doit être supérieure ou égale à 800 N avec un intervalle de tolérance de  $\pm 2\%$ .

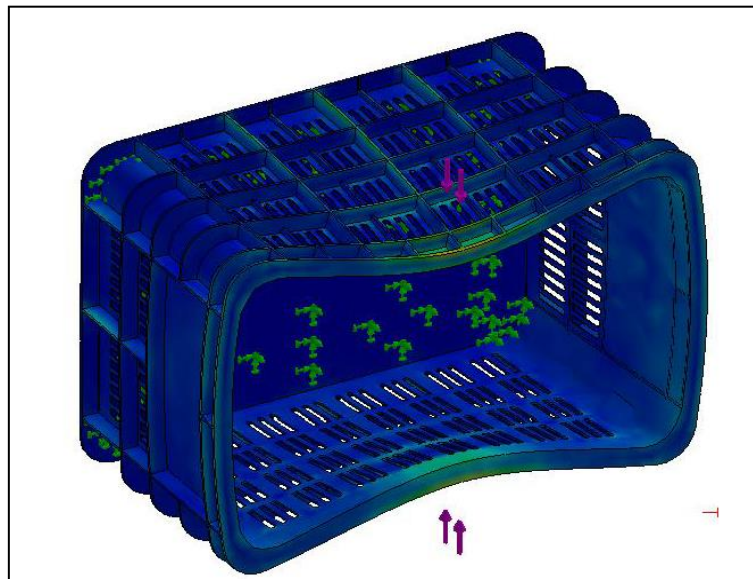


Figure V-18 : Point de faiblesse de la caisse sollicité par le banc d'essai

### V.4.3 Application

#### V.4.3.1 Étude technique

L'usine GFIAE dispose d'un bon parc industriel qui comprend un mélangeur mécanique de la matière première utilisé pour le mélange des granulés de plastique avec les colorants, des presses à injecter et des équipements annexes. Malheureusement, l'usine manque d'extrudeuses, et n'utilise pas de tamis industriel, ce qui nous a obligés à adapter notre proposition selon ces différentes contraintes. Le tableau V-6 résume les différentes contraintes croisées et nos solutions pour les surmonter.

Tableau V-6 : Les différentes contraintes à notre projet et solutions

Contraintes	Impact de la contrainte	Solutions d'adaptation
Absence du tamis pour la sciure	Obligation de travailler avec la sciure brute	Minimisation de la quantité de sciure en dessous de 5 % Sélection de la sciure à utiliser d'une manière qu'elle soit la plus fine possible
Absence d'une extrudeuse	Impossibilité de produire des granulés bois-PEHD	Minimisation de la quantité de sciure en dessous de 5 % Mélange de la sciure avec le bois pendant une durée prolongée à l'aide du mélangeur mécanique
Absence de l'expertise dans le domaine de l'utilisation de charge	Difficultés de réglages des paramètres de fonctionnement de la presse à injecter	Minimisation de la quantité de sciure en dessous de 5 % Utilisations des paramètres de réglages adaptés pour les matériaux composites

Les résultats ont montré qu'avec un taux de 5 % en sciure fine, l'on obtient une meilleure rigidité, cependant, la ductilité et la ténacité ont été légèrement impactées, si l'on ajoute à cela les contraintes industrielles listées dans le tableau V-6, on se retrouve dans l'obligation de baisser le taux de sciure à introduire dans la résine PEHD. De ce fait, nous avons décidé d'introduire la sciure de cèdre à un taux de 0,25 % seulement, puis de l'augmenter progressivement en fonction des résultats obtenus dans la limite de 1 %.

L'insertion du renfort sera effectuée juste avant l'étape d'homogénéisation (Figure0-19). La matière plastique sera homogénéisée avec la sciure de bois et éventuellement un colorant. Le temps d'homogénéisation devant être suffisant sera augmenté par rapport au procédé normal sans renfort afin d'obtenir un maximum d'uniformité de composition dans l'ensemble du mélange ; l'ensemble sera introduit au niveau de la trémie de la presse à injecter.

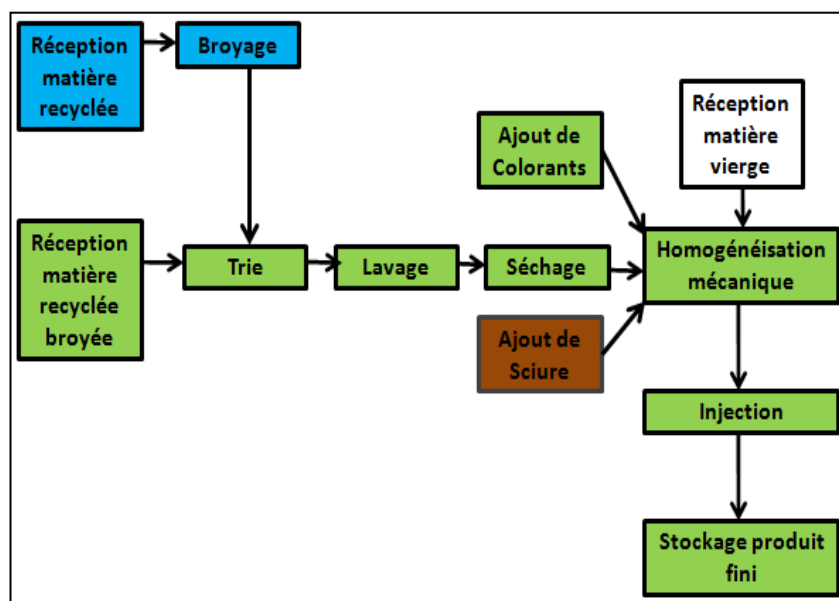


Figure V-19 : Procédé modifié qui montre l'insertion de l'étape d'ajout de la sciure

Pour un taux de 0,25 %, le test mécanique n'a pas révélé de changement au niveau de la résistance mécanique. À 0,5 %, le banc d'essai nous a permis de constater une baisse de la résistance mécanique de la caisse de 0,625 % (795 N) par rapport à une caisse sans renfort (800 N  $\pm$  2 %), de 1,5 % (788 N) pour un taux de 0,75 % et de 2,75 % pour un taux de 1 % (778 N). Nous observons donc que la qualité de la caisse reste dans la norme adoptée par GFIAE qui est de 800 N  $\pm$  2 % pour un taux de 0,75 % en sciure. En revanche, la résistance mécanique est non conforme à la norme pour un taux de 1 %, tout bien considéré, et en accord avec les différents responsables de l'entreprise, nous avons fixé le taux de remplacement à 0,75 %.

#### V.4.3.2 Estimation du gain économique prévisible

Une caisse pèse en moyenne 2800 g, 0,75 % de cette quantité sera remplacée par de la sciure de cèdre, ce qui est égal à 21 g. Autrement dit, notre nouveau produit sera constitué de 2779 g de matière plastique et de 21 g de sciure de bois. L'entreprise possédant une capacité de production moyenne de 1000 caisses par jours, c'est-à-dire que l'usine arrive à transformer 2,8 tonnes de matière, notre proposition aura permis d'économiser 21 kg de matière plastique par jour, soit 630 kg par mois de PEHD, ce qui équivaut à une économie de 12 600 MAD mensuellement. En raisonnant avec un prix moyen de PEHD égal à 20 DH/kg, cette importante économie peut être améliorée à 84 000 MAD sans tenir compte des frais liés à la

logistique si nous parvenons à un taux de 5 %. Dans ce cas, l'entreprise devra acquérir un système de tamisage, une extrudeuse et assurer une qualification adéquate au personnel.

## **V.5 Conclusion**

L'exploitation des ressources naturelles marocaines comme renfort dans les composites bois-plastique doit être considérée comme une entreprise très prometteuse et comme un sujet de recherche écologique, du fait de l'amélioration de certaines propriétés mécaniques du matériau, et des bénéfices économiques et environnementaux qui peuvent émerger. De nombreux domaines industriels pouvant bénéficier de ce matériau composite.

Cette étude a étudié la valorisation de la sciure de bois de cèdre de la région de l'Atlas « Cedrus Atlantica » en l'introduisant comme charge dans une matrice de polyéthylène de haute densité.

L'ajout de sciure améliore nettement la rigidité du composite ; les résultats montrent que le module d'Young augmente en fonction de la teneur en sciure de bois pour les trois classes de taille utilisées.

La résistance à la traction augmente pour la sciure fine avec des taux de 5 %, pour la taille moyenne et grossière des particules ; la résistance à la traction est une fonction décroissante.

Dans tous les cas, la ductilité et la ténacité diminuent avec l'augmentation de la teneur en sciure. Les meilleures propriétés mécaniques obtenues avec de la sciure fine sont probablement dues à un meilleur rapport surface/volume du renfort permettant une meilleure adhérence entre la charge et la matrice.

L'application de notre projet à l'industrie s'avèrerait donc bénéfique, car nous avons estimé une économie de 12 600 MAD par mois avec un taux de 0,75 % seulement en sciure. Résultats qui pourraient s'améliorer en raison des contraintes qui nous ont empêchés d'obtenir un taux de 5 % en sciure.

## Conclusion générale et perspective

Ce travail de recherche s'inscrit dans le cadre de notre thèse de doctorat. Notre mémoire s'intéresse à la valorisation des ressources naturelles marocaines, tout en contribuant à la protection de l'environnement à travers le recyclage des déchets de menuiserie et au développement d'un nouveau matériau composite bois-plastique.

Cette recherche s'intéresse particulièrement à l'élaboration d'un nouveau matériau composite Bois-Polymère et à l'étude de son comportement morphologique et mécanique en fonction de la variation de plusieurs critères.

L'amélioration des propriétés mécaniques des matériaux thermoplastiques et notre contribution au respect de l'environnement à travers le recyclage des déchets de menuiserie étaient les deux objectifs visés par notre présente étude. Nous avons choisi de travailler sur le Cèdre de l'Atlas comme renfort à introduire dans une matrice de PEHD. Dans cette perspective, nous avons choisi le PEHD, car il est le thermoplastique le plus répandu dans la plasturgie marocaine, et des spectres infrarouges ont été effectués pour les deux composants afin d'obtenir les empreintes chimiques des matériaux utilisés.

Lors de cette étude, plusieurs techniques de caractérisation ont été utilisées comme la microscopie électronique à balayage et l'essai de traction mécanique afin de révéler le comportement morphologique et mécanique du matériau avec le changement de plusieurs paramètres, à savoir la granulométrie de la sciure de bois, la concentration en sciure de bois et l'introduction d'un agent couplant.

Des images du MEB ont révélé la morphologie de la sciure de cèdre utilisé, ainsi que sa distribution de taille. En outre, grâce à cette technique, nous avons pu démontrer l'efficacité du procédé de fabrication choisi en termes de distribution des particules de bois dans le thermoplastique.

L'ajout de sciure a nettement amélioré la rigidité du composite ; les résultats montrent que le module d'Young augmente en fonction de la teneur en sciure de bois pour les trois classes de tailles utilisées.



La résistance à la traction croît pour la sciure fine avec le taux de 5 %, pour la taille moyenne et grossière des particules, et la résistance à la traction est une fonction décroissante, ce qui est tout à fait normal dans le cas de ce type de renfort.

L'ajout de l'agent de couplage a été primordial, car il a assuré une bonne adhésion entre les deux composants, mais aussi une amélioration remarquable dans toutes les propriétés mécaniques.

Dans tous les cas, la ductilité et la ténacité diminuent avec l'augmentation de la teneur en sciure. Notons que la sciure fine est la granulométrie qui a donné les meilleurs résultats sur tous les plans.

À la fin de ce mémoire, une étude de l'application des fruits de ce travail sur une industrie de plasturgie a été effectuée, ce qui a permis à l'entreprise concernée de réaliser d'importantes économies suite à l'introduction d'une quantité de sciure du cèdre de l'atlas dans leur produit principal.

Perspectives :

Plusieurs axes de recherches pourraient être abordés à la suite de ce travail. Comme perspective à cette thèse, nous sommes convaincus que des approfondissements de cette étude seraient nécessaires selon les axes suivants :

- L'approfondissement de l'étude des propriétés mécaniques du matériau Cèdre-PEHD via d'autres techniques de caractérisation de la mécanique de rupture,
- L'investigation dans d'autres types de propriétés telles que les propriétés thermiques et rhéologiques,
- L'étude de l'exploitation d'autres ressources naturelles comme renforts,
- L'étude de l'introduction des renforts naturels sur d'autres matrices thermoplastiques,
- La transformation de l'estimation du gain économique réalisé en une vraie étude économique qui prendrait en considération tous les aspects pouvant influencer la rentabilité du projet.

## Références bibliographiques

- [1] D. D. P. Moreno and C. Saron, "Low-density polyethylene waste/recycled wood composites," *Compos. Struct.*, vol. 176, pp. 1152–1157, 2017.
- [2] P. Y. Kuo, S. Y. Wang, J. H. Chen, H. C. Hsueh, and M. J. Tsai, "Effects of material compositions on the mechanical properties of wood-plastic composites manufactured by injection molding," *Mater. Des.*, vol. 30, no. 9, pp. 3489–3496, 2009.
- [3] C. Thomas, P. H. R. Borges, T. H. Panzera, A. Cimentada, and I. Lombillo, "Epoxy composites containing CFRP powder wastes," *Compos. Part B Eng.*, vol. 59, pp. 260–268, 2014.
- [4] B. Lei *et al.*, « Preparation and characterization of wood-plastic composite reinforced by graphitic carbon nitride, »*Mater. Des.*, vol. 66, no. PA, pp. 103–109, 2015.
- [5] H. Essabir, M. E. I. Achaby, E. I. M. Hilali, R. Bouhfid, and A. Qaiss, "Morphological, Structural, Thermal and Tensile Properties of High Density Polyethylene Composites Reinforced with Treated Argan Nut Shell Particles," *J. Bionic Eng.* , vol. 12, no. 1, pp. 129–141, 2015.
- [6] S. Feih, E. Boiocchi, G. Mathys, Z. Mathys, A. G. Gibson, and A. P. Mouritz, "Mechanical properties of thermally-treated and recycled glass fibres," *Compos. Part B Eng.*, vol. 42, no. 3, pp. 350–358, 2011.
- [7] N. K. Kim, S. Dutta, and D. Bhattacharyya, "A review of flammability of natural fibre reinforced polymeric composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 162, no. June 2017, pp. 64–78, 2018.
- [8] T. Ratanawilai and K. Taneerat, "Alternative polymeric matrices for wood-plastic composites : Effects on mechanical properties and resistance to natural weathering," *Constr. Build. Mater.*, vol. 172, pp. 349–357, 2018.
- [9] N. Ayrilmis, A. Kaymakci, and T. Gülec, "Potential use of decayed wood in production of wood plastic composite," vol. 74, pp. 279–284, 2015.

## Références Bibliographiques

- [10] O. M. Istrate and B. Chen, "Structure and properties of clay/recycled plastic composites," *Appl. Clay Sci.*, vol. 156, no. October 2017, pp. 144–151, 2018.
- [11] S. Migneault, A. Koubaa, and P. Perré, "Journal of Wood Chemistry and Effect of Fiber Origin, Proportion, and Chemical Composition on the Mechanical and Physical Properties of Wood-Plastic Composites," no. October 2014, pp. 37–41.
- [12] H. Bouafif, A. Koubaa, P. Perré, and A. Cloutier, "EFFECTS OF FIBRE CHARACTERISTICS ON THE PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF," vol. 9, 2008.
- [13] T. H. Yang, S. Y. Leu, T. H. Yang, and S. F. Lo, "Optimized material composition to improve the physical and mechanical properties of extruded wood-plastic composites (WPCs)," *Constr. Build. Mater.*, vol. 29, pp. 120–127, 2012.
- [14] F. M. Salleh, A. Hassan, R. Yahya, and A. D. Azzahari, "Effects of extrusion temperature on the rheological, dynamic mechanical and tensile properties of kenaf fiber/PEHD composites," *Compos. Part B Eng.*, vol. 58, pp. 259–266, 2014.
- [15] S. Migneault, A. Koubaa, P. Perré, and B. Riedl, "Applied Surface Science Effects of wood fiber surface chemistry on strength of wood – plastic composites," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 343, pp. 11–18, 2015.
- [16] R. Liu, W. Sun, J. Cao, and J. Wang, "Surface properties of in situ organo-montmorillonite modified wood flour and the influence on mechanical properties of composites with polypropylene," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 361, pp. 234–241, 2016.
- [17] F. Godard, M. Vincent, B. Vergnes, F. Godard, M. Vincent, and B. V. Etude, "Etude du comportement rhéologique et des propriétés mécaniques de composites sciures de bois-polyéthylène haute densité Étude du comportement rhéologique et des propriétés mécaniques de composites sciures de bois-polyéthylène haute de," 2010.
- [18] I. Turku and K. Timo, "Durability of wood plastic composites manufactured from recycled plastic," no. December 2017, pp. 1–20, 2018.

## Références Bibliographiques

- [19] X. Zhao, R. K. Y. Li, and S. L. Bai, "Mechanical properties of sisal fiber reinforced high density polyethylene composites: Effect of fiber content, interfacial compatibilization, and manufacturing process," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 65, pp. 169–174, 2014.
- [20] R. Ou, Y. Xie, M. P. Wolcott, F. Yuan, and Q. Wang, "Effect of wood cell wall composition on the rheological properties of wood particle/high density polyethylene composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 93, pp. 68–75, 2014.
- [21] K. B. Adhikary, S. Pang, and M. P. Staiger, "Dimensional stability and mechanical behaviour of wood-plastic composites based on recycled and virgin high-density polyethylene (PEHD)," *Compos. Part B Eng.*, vol. 39, no. 5, pp. 807–815, 2008.
- [22] MHIRIT Omar, "Le Cedre De L'Atlas a Travers Le Reseau ; Silva Mediterranea "Cedre". Bilan Et Perspectives, »*forêt méditerranéenne*, vol. t. 10, n° 3, pp. 91–100, 1999.
- [23] M. RAFRAFI, E. M. Kabil, and B. Droussi, "Design and Application of an Innovative Composting Unit for the Effective Treatment of Sludge and other Biodegradable Organic Waste in Morocco Evaluation de la production des résidus agricoles au Maroc," p. 16, 2006.
- [24] L. T. D. Amar K. Mohanty, Manjusri Misra, *NATURAL FIBERS, BIOPOLYMERS, AND BIOCOMPOSITES*. 2005.
- [25] D. N. Saheb and J. P. Jog, "Natural Fiber Polymer Composites : A Review," vol. 18, no. 4, pp. 351–363, 1999.
- [26] R. Chollakup, W. Smitthipong, and W. Kongtud, "Journal of Adhesion Science and Polyethylene green composites reinforced with cellulose fibers ( coir and palm fibers ): effect of fiber surface treatment and fiber content," no. October 2014, pp. 37–41.
- [27] P. F. Sommerhuber, J. Welling, and A. Krause, "Substitution potentials of recycled PEHD and wood particles from post-consumer packaging waste in Wood – Plastic Composites," *Waste Manag.*, vol. 46, pp. 76–85, 2015.
- [28] M. J. John and S. Thomas, "Biofibres and Biocomposites," vol. 71, pp. 343–364, 2008.

## Références Bibliographiques

- [29] J. Summerscales, N. Dissanayake, A. Virk, and W. Hall, "Composites : Part A A review of bast fibres and their composites. Part 2 – Composites," *Compos. Part A*, vol. 41, no. 10, pp. 1336–1344, 2010.
- [30] J. George, S. S. Bhagawan, and S. Thomas, "LOW-DENSITY POLYETHYLENE COMPOSITES REINFORCED WITH PINEAPPLE-LEAF FIBRE," vol. 3538, no. 97, 1998.
- [31] B. F. Blumentritt, B. A. N. T. Vu, and S. L. Cooper, "The Mechanical Properties of Oriented Discontinuous Fiber-Reinforced Thermoplastics 1. Unidirectional Fiber Orientation, » vol. 14, no. 9, 1974.
- [32] E. Ten, L. Jiang, M. P. Wolcott, P. O. Box, M. Engineering, and N. Dakota, "Strategies for Preparation of Oriented Cellulose Nanowhiskers Composites," 2012.
- [33] K. Van De Velde and P. Kiekens, "Effect of material and process parameters on the mechanical properties of unidirectional and multidirectional flax / polypropylene composites," vol. 62, pp. 443–448, 2003.
- [34] T. Cziga and T. Università, "Tensile Fracture and Failure Behavior of Thermoplastic Starch with Unidirectional and Cross-Ply Flax Fiber Reinforcements," pp. 699–707, 2003.
- [35] R. Chollakup, M. Nardin, and F. Group, *COMPOSITES FOR HIGH-PERFORMANCE MATERIALS From Strategy to Industrial Application*. .
- [36] Lucas P. Durand, « Composite Materials Research Progress), » 2009.
- [37] D. Hull, « An introduction to composite materials. »
- [38] E. Bodros, I. Pillin, N. Montrelay, and C. Baley, "SCIENCE AND Could biopolymers reinforced by randomly scattered flax fibre be used in structural applications ?," vol. 67, pp. 462–470, 2007.
- [39] N. Graupner, A. S. Herrmann, and J. Müssig, "Composites : Part A Natural and man-made cellulose fibre-reinforced poly ( lactic acid ) ( PLA ) composites : An overview about mechanical characteristics and application areas," *Compos. Part A*, vol. 40, no. 6–7, pp. 810–821, 2009.

## Références Bibliographiques

- [40] M. Avella, A. Buzarovska, M. E. Errico, G. Gentile, and A. Grozdanov, "Eco-Challenges of Bio-Based Polymer Composites," pp. 911–925, 2009.
- [41] J. T. Kim and A. N. Netravali, "Non-Food Application of Camelina Meal : Development of Sustainable and Green Biodegradable Paper-Camelina Composite Sheets and Fibers," 2012.
- [42] G. Pritchard, "Two technologies merge : wood plastic composites Geoff Pritchard describes how wood and resin are being," no. August, pp. 18–21, 2004.
- [43] B. S. Gupta, I. Reiniati, and M. G. Laborie, « Surface properties and adhesion of wood fiber reinforced thermoplastic composites, » vol. 302, pp. 388–395, 2007.
- [44] C. Eckert, "No Title," *Proc. Prog. Wood fibre–Plastic Compos.*, 2000.
- [45] A. Alemdar and M. Sain, "Isolation and characterization of nanofibers from agricultural residues – Wheat straw and soy hulls," vol. 99, pp. 1664–1671, 2008.
- [46] S. Panthapulakkal, A. Zereskian, and M. Sain, "Preparation and characterization of wheat straw fibers for reinforcing application in injection molded thermoplastic composites," vol. 97, pp. 265–272, 2006.
- [47] K. Bismarck, A. , Baltazar-Y-Jimenez, A. , Sarlkakis, *Green composites as Panacea ? Socio-economic aspects of green materials. Environment, Development and Sustainability.* 2006.
- [48] T. Peijs, "No TitleComposites for recyclability," *Proc. 9th Int. Conf. Fibre Reinf. Compos. ,* 2002.
- [49] N. Reddy and Y. Yang, "Characterizing natural cellulose fibers from velvet leaf ( *Abutilon theophrasti* ) stems," vol. 99, pp. 2449–2454, 2008.
- [50] L. Lundquist, B. Marque, P. Hagstrand, Y. Leterrier, and J. E. Ma, "Novel pulp fibre reinforced thermoplastic composites °," vol. 63, pp. 137–152, 2003.
- [51] J. Kim, T. Yoon, S. Mun, J. Rhee, and J. Lee, "Wood – polyethylene composites using ethylene – vinyl alcohol copolymer as adhesion promoter," vol. 97, pp. 494–499, 2006.

## Références Bibliographiques

- [52] J. Gassan and A. K. Bledzki, "Possibilities to Improve the Properties of Natural Fiber Reinforced Plastics by Fiber Modification – Jute Polypropylene Composites –," pp. 373–385, 2000.
- [53] A. Espert, W. Camacho, and S. Karlson, "Thermal and Thermomechanical Properties of Biocomposites Made from Modified Recycled Cellulose and Recycled Polypropylene," 2002.
- [54] J. Z. Lu and H. S. McNabb, "CHEMICAL COUPLING IN WOOD FIBER AND POLYMER COMPOSITES : A REVIEW OF COUPLING AGENTS AND TREATMENTS ' Qinglin W u t," no. 1, pp. 88–104, 2000.
- [55] H. Yang, H. Kim, H. Park, B. Lee, and T. Hwang, "Effect of compatibilizing agents on rice-husk flour reinforced polypropylene composites," vol. 77, pp. 45–55, 2007.
- [56] S. T. Georgopoulos, P. A. Tarantili, and E. Avgerinos, "Thermoplastic polymers reinforced with fibrous agricultural residues," vol. 90, 2005.
- [57] S. L. and A. B. M. Sain, P. Suhara, « Journal of Reinforced Plastics and, » *J. Reinf. Plast. Compos.* , 2005.
- [58] P. Wambua, J. Ivens, and I. Verpoest, "Natural fibres : can they replace glass in fibre reinforced plastics ?," vol. 63, pp. 1259–1264, 2003.
- [59] N. M. Stark, F. Service, and R. E. Rowlands, "EFFECTS OF WOOD FIBER CHARACTERISTICS ON MECHANICAL PROPERTIES OF WOOD / POLYPROPYLÈNE COMPOSITES," vol. 2005, no. Eckert 2000, 2005.
- [60] Y. Chen, L. Sun, O. Chiparus, I. Negulescu, V. Yachmenev, and M. Warnock, "Kenaf/Ramie Composite for Automotive Headliner," vol. 13, no. 2, 2015.
- [61] M. E. John and J. M. Stewart, "Genes for jeans : biotechnological advances in cotton," vol. 10, no. May, pp. 165–170, 1992.
- [62] & E. Ellison, G. C. , McNaught, R. , "The use of natural fibres in nonwoven structures for applications as automotive component substrates," *Minist. Agric. Fish. food Res. Dev. Rep.* , 2000.

## Références Bibliographiques

- [63] "<http://www.nobelprize.org>." [Online]. Available: <http://www.nobelprize.org>.
- [64] 2000) Lavioe, Fed (Chicago : Penton/ IPC, « Materials Selector, » *Mater. Eng.*, 2001.
- [65] V. Shah, « Handbook of Plastics Testing and Failure Analysis, » 2006.
- [66] D. C. H. V. Braun, *Simple Methods for Identification of Plastics*. 1986.
- [67] J. A. Sidwell, *Rapra Collection of Infrared Spectra of Rubbers, Plastics, and Thermoplastic Elastomers*. 1997.
- [68] M. G. R. D. V. Rosato, *Plastics Design Handbook*. Springer, 2001.
- [69] « <http://www.americanchemistry.com/plastics>. » [Online]. Available: <http://www.americanchemistry.com/plastics>.
- [70] F. P. Son and J. L. Keays, "The Density and Transition," vol. 179, no. 1880, pp. 2–5, 1944.
- [71] R. B. Richards, "Journal of Applied Chemistry. "
- [72] "Pipe materials." [Online]. Available: [level.org.nz](http://level.org.nz).
- [73] CERESANA, "Market Study: Polyethylene PEHD". "
- [74] "Thermoforming PEHD," 2012.
- [75] "Typical Properties of Polyethylene (PE)," 2011.
- [76] "Compare Materials: PEHD and LDPE," 2011.
- [77] T. M. -C. T. P, « Matériau bois : Structure et caractéristiques, » *Tech. l'ingénieur*, 2001.
- [78] C. C, « Le bois, un sacré matériau, » *Couffignal-Strasbourg*, 2002.
- [79] T. M-C, « Anatomie du bois Formation, fonctions et identification, » *Collect. Synthèses*, p. 184, 2015.
- [80] R. R., « The chemistry of solid wood, Advances in chemistry, » *Am. Chem. Soc.*, 1984.
- [81] S. E. , "Wood Chemistry," *Ed. Acad. Press*, p. 223.



## Références Bibliographiques

- [82] Navi P. et Heger F, « Comportement thermo hygro-mécanique du bois : Applications technologiques et dans les structures, » *Press. Polytech. Univ. Rom. Lousanne*, p. 295.
- [83] Boudy P., « Economie forestière Nord-Africaine : monographie et traitement des essences forestières, » pp. 529–619, 1950.
- [84] Panestos K. P. Chritou A. Scaltsoyiannes A, “First analysis on allozyme variation in cedar species (*Cedrus sp.* ),” *Silva Genet*, pp. 339–342, 1992.
- [85] O. M’Hirit, « Le cèdre de l’Atlas à travers le réseau silva mediterranea “Cedre”. Bilan et perspectives., » *Forêt Méditerranéenne*, vol. XX, no. 3, pp. 91–100, 1999.
- [86] F. P., « Amélioration génétique des arbres forestiers, » *Cèdres. Rev. For. française*, 38[n° spécial], pp. 139–141, 1986.
- [87] T. J., « Quelques éléments nouveaux pour mieux situer et caractériser le Cèdre de l’Himalaya vis-à-vis du Cèdre de l’Atlas et du Cèdre du Liban en France méridionale, » *Bull. Soc. Sci. Nat. Vauclus.*, pp. 41–49.
- [88] Derridj A, “Étude des populations de *Cedrus atlantica* Manetti en Algérie,” 1990.
- [89] G. H, « Les gymnospermes actuelles et fossiles, » *Fac. des Sci. Toulouse*, p. 477, 1967.
- [90] A. U. N. M, « Contribution à l’étude de la variabilité géographique des cèdres, » *Ann. Sci.*, pp. 265–284, 1978.
- [91] Debazac E. F. , *Manuel des conifères*. 1964.
- [92] R. P, « Fiche extraite de la Flore forestière française, » *Forêt-entreprise*, p. 174, 2007.
- [93] M. Y. N. K., « Phytodynamique et autoécologie du *Cedrus atlantica* dans le Djurdjura, » *Ann. Rech. For. Maroc*.
- [94] L. B., « Recherche sur les conditions édaphiques de régénération des cédraies marocaines, » *Ann. Rech. For. , 6, Rapp.*, p. 210, 1963.
- [95] Pujos A. , “Les milieux de la cédraie marocaine. Étude d’une classification des cédraies du Moyen Atlas et du Rif en fonction du sol et du climat de la régénération actuelle dans les peuplements,” *Ann. Rech. For. Maroc*. 8, p. 283, 1966.

## Références Bibliographiques

- [96] Abourouh M. , “Les ectomycorhizes du cèdre de l’Atlas : état des connaissances et perspectives,” *Ann. Rech. Maroc*, p. 338, 1994.
- [97] Quiquandon B, « Le bois de cèdre [*Cedrus atlantica*] provenant des reboisements français, »*CTB*, p. 31, 1976.
- [98] E. A. K. K. R., « L’influence de la sylviculture sur quelques propriétés physiques du bois de cèdre d’Atlas, »*Ann. Rech. For. Maroc*, p. 657.
- [99] J. . White, “Twin Screw Extrusion : Technology and Principles,” *Carl Hanser Verlag, Munich*, pp. 4–9, 1990.
- [100] K. Ramani, K. , Bank, D. , “Effect of Screw Design on Fiber Damage in,” vol. 16, no. 3, 1995.
- [101] D.. Rosato, « Injection molding. In: Jones, R. F. (Ed. ), »*Guid. to Short Fiber Reinf. Plast.*, pp. 104–137, 1998.
- [102] H. Rees, « Injection Molding Technology, »*Carl Hanser Verlag, Munich*, p. 15, 1994.
- [103] P. Krawczak, « Essais mécaniques des plastiques Caractéristiques instantanées, » pp. 1–20.
- [104] OUAFI et al, « Contribution à l’amélioration de la stabilité et de la compacité des couches minces pérovskites MAPb[ $1-x$ Br] $_3$  et optimisation de la couche ETL de CdS pour des applications photovoltaïques., » 2019.
- [105] H. Density and P. Resin, “ExxonMobil <sup>TM</sup>PEHD HTA 108 High Density Polyethylene Resin,” pp. 2–3, 2014.
- [106] “Product Specification of polyethylene graft maleic anhydride SIGMA ALDRICH. ”
- [107] N. Sombatsompop, C. Yotinwattanakumtorn, and C. Thongpin, “Influence of type and concentration of maleic anhydride grafted polypropylene and impact modifiers on mechanical properties of PP/wood sawdust composites,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 97, no. 2, pp. 475–484, 2005.

## Références Bibliographiques

- [108] T. J. Keener, R. K. Stuart, and T. K. Brown, "Maleated coupling agents for natural fibre composites," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 35, no. 3, pp. 357–362, 2004.
- [109] K. Senthilkumar *et al.* , "Mechanical properties evaluation of sisal fibre reinforced polymer composites: A review," *Constr. Build. Mater.*, vol. 174, pp. 713–729, 2018.
- [110] N. Petchwattana and S. Covavisaruch, "Effects of Rice Hull Particle Size and Content on the Mechanical Properties and Visual Appearance of Wood Plastic Composites Prepared from Poly(vinyl chloride)," *J. Bionic Eng.* , vol. 10, no. 1, pp. 110–117, 2013.