



Université Mohamed Khider de Biskra
Faculté sciences exactes et sciences de la nature et de la vie
Département sciences de la matière

MÉMOIRE DE MASTER

Sciences de la matière
Chimie
Chimie des matériaux

Réf. :

Présenté et soutenu par :
Achour Achouak et Alloui Lina
Le : 8 Juillet 2021

Elaboration et caractérisation des matériaux composites polyéthylène PE/ Farine de bois

Jury :

M ^{me}	Boubakri Cherifa	MCA	Université Mohammed Khider-Biskra	Présidente
M ^{lle}	Boussehel Hamida	MCA	Université Mohammed Khider-Biskra	Rapportrice
M ^{me}	Madhoui Nadia	MCB	Université Mohammed Khider-Biskra	Examinatrice

Année universitaire : 2020/2021

REMERCIEMENT

Nos remerciements vont premièrement à Dieu tout puissant pour la volonté, la santé, et la patience, qu'il nous a donnée durant toutes ces années d'étude.

Ainsi, Nous souhaitons adresser nos remerciements les plus sincères à notre promotrice Dr BOUSSEHEL Hamida maitre de confiance à l'université de Biskra Pour avoir d'abord proposé ce thème, pour son encouragement, son attention, sa patience et surtout ses orientations très avisées qui nous a aidé à poursuivre cette étude jusqu'à la dernière minute.

Nos vifs remerciements vont au M^{me} Boubakri Cherifa d'avoir accepté la présidence du jury, nous tenons compte à exprimer toute nos reconnaissances au M^{me} Madhoui Nadia qui nous a fait l'honneur d'examiner notre travail, leur regards critiques ne sauront que rehausser le niveau de notre savoir faire.

Nous exprimons nos sincères gratitude et remerciements au Dr GUERIRA Belhi, chef de département de génie mécanique à la faculté des sciences et de la technologie de l'université de Biskra, pour sa disponibilité et ces précieuses aides pour l'élaboration et la caractérisation de nos composites élaborées.

Nous exprimons nos sincères gratitude et remerciements pour tout l'ensemble du personnel de l'Enterprise Nationale des Industries des Câbles Biskra (ENICAB) pour son accueil et son aide, notamment que l'élaboration d'une partie de notre étude expérimentale et certaines caractérisations des composites ont été réalisées au niveau de ladite entreprise, ENICAB.

Nos remerciements vont aussi à tous les enseignants du département de science de la matière, notre enseignant de chimie des matériaux particulièrement qui ont contribué à notre formation.

Nous exprimons bien entendu nos remerciements les plus sincères aux membres et techniciens du laboratoire de Chimie de l'université de Biskra. Pour leurs disponibilités et leurs aides précieuses.

Dédicace

A ceux qui me sont les plus chers, a ceux qui ont toujours cru en moi, et qui m'ont toujours encouragé.

Je dédie ce travail marquant de ma vie:

A mon très cher père:

A ma très chère mère :

Ce travail est le fruit de vos sacrifices ;

Puisse Dieu, le tout puissant, vous préserver et vous accorder santé, longue vie et bonheur.

A mes frères et sœurs ,

Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et la fierté que j'ai toujours eue pour vous. Que dieu vous assiste ...

A ma chère amie et binôme Lina, pour son soutien et ça collaboration à la réalisation de ce travail.

Sans oublier Nedjla DEBABECHE ; merci pour votre collaboration à la réalisation de ce travail.

A tous les nombres de ma famille, petits et grands.

A mes chers amis(es) et camarades.

*A mes très chers amis et à toute la promotion chimie des matériaux
2020-2021.*

A tout ceux que j'aime et m'aiment.

ACHOUR ACHOUAK

Dédicace

Tout d'abord, je tiens à remercier Allah de m'avoir donné la force et le courage de mener à bien ce modeste travail.

Je dédie ce travail

A mes parents qui m'a soutenu et encouragé durant ces années d'études .qu'ils trouvent ici le témoignage de ma profonde reconnaissance.

A mon adorable sœur et mon frère .

A mes très chers amis, A ma famille, mes proches et à ceux qui me donnent de l'amour et de la vivacité.

A tous mes amis qui m'ont toujours encouragé, et à qui je souhaite plus de succès.

A tous ceux qui m'aiment

A tous ceux que j'aime je dédie ce travail.

Alloui Lina

SOMMAIRE

Sommaire

SOMMAIRE	I
Liste des Tableaux	IV
Liste des Figures	V
Liste des abréviations.....	VI
Introduction générale	1
Références	3
Chapitre I : GENERALITES ET SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE	
I.1. Notions sur les matériaux composites.....	4
I.1.1. Définition.....	4
I.1.2. Avantages et inconvénients des matériaux composites	4
I.1.3. Composants d'un matériau composite.....	5
I.1.3.a. Matrice.....	5
I.1.3.b. Renfort (charges).....	8
I.1.3.c. Additifs	8
I.2. Généralités sur le bois rouge	8
I.2.1. Composition chimique du bois	9
I.2.2. Ultra structure du bois	9
I.2.2.a. Présentation de la fibre végétale.....	9
I.2.2.b. la structure d'une fibre.....	10
I.2.2.c. Composition chimique des fibres végétales	11
• La cellulose.....	11
• Les hémicelluloses	12
• Les lignines	12
I.2.2.d. Avantages et inconvénients des fibres naturelles	13
I.3. Le polyéthylène	13
I.3.1. Définition.....	13
I.3.2. Classification	14
I.3.3. Synthèse du polyéthylène	15
I.3.4. Modes de synthèse	15
I.3.5. Caractéristiques générales des polyéthylènes	15
I.4. Les composites bois/polymères	16

I.4.1. Définition.....	16
I.4.2. Utilisation	17
I.4.3. Classification	18
I.4.4. Interface bois /polymère	18
I.4.5. Méthodes de modification chimique	19
I.4.5.a. Estérification	19
I.4.5.b. Traitement par la soude (NaOH).....	19
I.4.5.c. Oxydation.....	20
I.4.5.d. Le couplage Les agents de couplage	20
I.4.6. Méthodes de modification physique.....	20
➤ Traitement corona	20
➤ Traitement laser	21
Références	22
Chapitre II: MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET CARACTERISATIONS	
II.1. MATERIAUX UTILISES	27
II.1.1. Polyéthylène	27
II.1.2. L'hydroxyde de sodium	28
II.1.3. L'acide chlorhydrique	28
II.2. TECHNIQUES EXPERIMENTALES	28
II.2.1. Préparation de fibre de bois	28
II.2.2. Modification chimique des fibres de bois par mercerisation (la soude caustique)	28
II.2.2.1. Préparation des fibres traitées (FT _{1h} et FT _{24h}).....	28
II.2.2.2. Broyage et Tamisage.....	29
II.2.3. ELABORATION DES COMPOSITES PE/ FIBRES DE BOIS	30
II.2.3.1. Préparation des composites	30
II.2.3.2. Extrusion	31
II.2.3.3. Moulage des composites	31
II.2.3.4 Préparation des éprouvettes de type H	32
II.3. TECHNIQUES DE CARACTERISATION	33
II.3.1. Analyse spectrale par IRTF	33
II.3.2. Analyses morphologiques par MEB	33
II.3.3. Essai de traction	34
II.3.4. Test d'absorption d'eau.....	34
II.3.5. Essai de micro-dureté.....	35
Chapitre III: RESULTATS ET DISCUSION	
III.1. CARACTERISATION DES FIBRES DU BOIS DE PIN	37

III.1.1. Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier FTIR.....	37
III.2. CARACTERISATION DES COMPOSITE ELABORES	41
III.2.1.Caractérisation Morphologique (MEB)	41
III.2.2.Caractérisation mécanique	42
III.2.2.1. Essai de traction.....	42
III.2.2.1.a. Contrainte à la rupture.....	42
III.2.2.1.b. Module d'Young.....	44
III.2.2.1.c. Allongement à la rupture	44
III.2.3.Caractérisation physique	45
III.2.3.1. Essai de dureté Vickers	45
III.2.3.2. Test d'absorption d'eau.....	46
Conclusion	52
Résumés	53

Liste des Tableaux

Tableau .I. 1 . Structure moléculaire de quelques polymères industriels [9].....	7
Tableau. I. 2. Résumé des avantages et inconvénients des fibres et charges végétales [28].	13
Tableau. I. 3. Caractéristiques majeurs des différentes familles des polyéthylènes. [37].	16
Tableau .II. 1. Caractéristiques de polyéthylène PE-BD.....	27
Tableau .II. 2. Caractéristiques de l'hydroxyde de sodium.	28
Tableau .II. 3. Les caractéristiques de L'acide chlorhydrique.	28
Tableau .II. 4. Composition des différentes formulations.....	30
Tableau .III. 1.Principales bandes infrarouges observées dans les fibres lignocellulosiques [1].	38

Liste des Figures

Figure .I. 1 . Représentation d'un matériau composite. [2].....	4
Figure .I. 2 . Principe d'un matériau composite [4].	5
Figure .I. 3 . Types de matrices [6]	6
Figure .I. 4. Types de renforts [6]	8
Figure .I. 5. Arbre du pin d'Alep [15]......	9
Figure .I. 6. Classification des fibres naturelles [19]	10
Figure .I. 7. Représentation schématique des différentes couches de la paroi cellulaire [21].	10
Figure .I. 8. Représentation de l'unité monomère de la cellulose répétée n fois [27].	12
Figure .I. 9. Structure d'un type de xyloglucane [28].	12
Figure .I. 10. Polymérisation du polyéthylène.....	14
Figure .I. 11. Présentation d'un sphérolite de polyéthylène.	14
Figure .I. 12. Schémas de principe de composites, selon la forme des fibres employées. [38].	17
Figure .I. 13. Classification des composites bois polymères. [41]	18
Figure .II. 1. Polyéthylène base densité PE-BD	27
Figure .II. 2. Les étapes de préparation des fibres traitées avec NaOH pendant 1h.....	29
Figure .II. 3. Tamiseuse électromagnétique et numérique BA-200N	30
Figure .II. 4. Extrudeuse de type PolyLab OC	31
Figure .II. 5. Presse "SWHWABENTHAN POLYSTAT 300S"	32
Figure .II. 6. Images des plaques avant et après passage à la presse.....	32
Figure .II. 7. Le découpage des plaques sous forme d'haltères par la découpeuse.....	32
Figure .II. 8. Spectrophotomètre SHIMADZU – FTIR 8400S.....	33
Figure .II. 9. Un microscope électronique à balayage de type TESCAN VEGA3	33
Figure .II. 10. Machine de traction type INSTRON modèle 5969.....	34
Figure .II. 11. Test d'absorption d'eau pour les composites PEBD/ Fibres de bois	35
Figure .II. 12. Micro-duremètre Vickers INNOVATESTVERZUS 750.	36
Figure .III. 1. Spectres IRTF des fibres du bois de pin traitées et non traitées	37
Figure .III. 2. Réaction entre la cellulose et la soude (NaOH)	40
Figure .III. 3. Micrographes MEB du polyéthylène et ces composites non traités ; (a) PE vierge, (b) PE/FNT15, (c) PE/FNT25.....	41
Figure .III. 4 . Micrographes MEB des composites de polyéthylène / fibre de bois traités par la soude pendant 1h et 24h ; (a) PE/FT1h ₁₅ , (b) PE/FT1h ₂₅ , (c) PE/FT24h ₁₅ et PE/FT24h ₂₅	42
Figure .III. 5. Evolution de la contrainte à la rupture des composites en fonction du taux des fibres de bois traitées et non traitées.	43
Figure .III. 6. Evolution du module d'Young des composites en fonction du taux des fibres de bois traitées et non traitées.....	44
Figure .III. 7. Evolution de l'allongement à la rupture des composites en fonction du taux des fibres de bois traitées et non traitées.....	45
Figure .III. 8. Evolution de la dureté Shore Vickers de PE vierge et des composites en fonction de taux des fibres traitées et non traitées.	46
Figure .III. 9. Evolution de taux d'absorption d'eau de PE et ces composites non traités en fonction du temps d'immersion.	47
Figure .III. 10. Evolution de taux d'absorption d'eau de PE et ces composites traités et non traités à 15% de charge en fonction du temps d'immersion.....	48

Figure .III. 11. Evolution de taux d'absorption d'eau de PE et ces composites traités et non traités à 25% de charge en fonction du temps d'immersion.....48

Liste des abréviations

MC :	Matériau Composite
CMP :	Composites à Matrice Polymérique
CMO :	Composites à Matrices Organiques
CMC :	Composites à Matrices Céramiques
CMM :	Composites à Matrices Métalliques
TD :	Polymères Thermodurcissables
TP :	Polymères Thermoplastiques
PE :	Polyéthylène
PP :	Polypropylène
PE- HD :	Polyéthylène Haute Densité
PE-BD :	Polyéthylène Basse Densité
PE-BDL :	Polyéthylène Basse Densité Linéaire
PE-BDR :	Polyéthylène Basse Densité Ramifié
PE-MD :	Polyéthylène Moyenne Densité
WPC :	Composite Polymère / Fibres de bois
CBP :	Composites Bois- <i>Polymère</i>
EEC:	Egyptian European Company
FTIR :	Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier
PE-UHPM :	polyéthylène à masse molaire élevée
PE-R :	polyéthylène réticulé
PE-RHD :	polyéthylène réticulé à haute densité

PE-MD :	polyéthylène à moyenne densité
PE-TBD :	polyéthylène à très basse densité
PE/FNT :	Formulation du composite à matrice de PE et fibres non traitées
PE/FT 1h :	Formulation du composite à matrice de PE et fibres traitées pendant 1h.
PE/FT 24h :	Formulation du composite à matrice de PE et fibres traitées pendant 24h.

Introduction générale

Dans les dernières décennies, les matériaux polymères ont partiellement remplacé les matériaux traditionnels tel que le papier, le métal, le verre et le bois dans les domaines de l'habillement, l'électricité, l'électroniques, l'automobile, l'aéronautique, le loisir, l'emballage de la nourriture, les produits sportifs, etc.

L'idée d'utiliser des fibres végétales naturelles comme renfort dans une matrice de polymère n'est pas tout à fait nouvelle, mais dans un contexte où le recours à des ressources renouvelables tend à devenir une priorité, elle est désormais considérée comme une voie prometteuse et doit poursuivre sa contribution aux objectifs de développement durable tout en continuant à répondre aux préoccupations environnementales. D'autant que des industriels ont déjà mis au point la production de composites renforcés de fibres végétales pour des applications ciblées. Ils s'efforcent donc d'élargir leurs marchés qui sont encore modestes [1].

Afin de pallier ces inconvénients, de nombreux composites bois-polymère ont été mis au point depuis le début des années 60. Un grand nombre de travaux ont été réalisés concernant le choix des essences à traiter, les monomères d'imprégnation employés et les techniques catalytiques permettant la polymérisation in situ du monomère. C'est ainsi que le développement de tels procédés a abouti à la commercialisation de produits rassemblés sous le sigle de "WPC" - Wood Plastic Composites [2].

Ces dernières années, les composites bois/ thermoplastique ont suscité une attention considérable des industries du bois et du plastique à cause des nombreux avantages qu'ils présentent. Ces composites peuvent être fabriqués par différents procédés déjà utilisés dans l'industrie du plastique, ce qui présente un avantage au niveau de la formabilité, de la production et des couts de fabrication [3].

Parmi la diversité des matériaux composites, notre étude se focalisera sur les matériaux composites polymère / charge végétale et plus précisément sur l'incorporation des fibres de bois rouge dans une matrice polyéthylène basse densité. Cet intérêt pour les matériaux composites s'explique aussi par une amélioration des propriétés, comparées à celles des composites conventionnels, telles que les propriétés mécaniques, thermiques.

Pour une étude détaillée et approfondie de cette problématique, ce manuscrit est subdivisé en trois chapitres :

Le premier chapitre sera consacré aux généralités et notions théoriques sur les matériaux composites.

Le deuxième chapitre constitue la partie expérimentale qui présente les matériaux utilisés, le protocole expérimental de la modification chimique par la soude et les procédés de mise en œuvre pour l'élaboration des composites PE/fibres de bois. Ainsi que les différentes techniques utilisées pour caractériser ces composites.

Le dernier chapitre sera consacré à la discussion de l'ensemble des résultats obtenus à partir des différents tests effectués sur l'élaboration et la caractérisation des composites PE/fibres de bois traitées et non traitée.

Enfin, une conclusion générale permet de résumer les résultats essentiels obtenus lors de la réalisation de ce travail et d'ouvrir de nouvelles perspectives de développement.

Références

- [1] K.BOURAI, Étude du comportement thermique d'un composite bois-polymère pour une application en rotomoulage, Mémoire de maîtrise, Université Laval, Canada, 2010.
- [2] IVANA NEBESAROVA, Étude d'un procédé de traitement pour l'association bois-polymère, Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure des mines de Saint-Étienne, France, 1996.
- [3] R. H. Falk, D. Vos, S. M. Cramer, « the comparative performance of wood fiber plastic and wood-based panels », Proceedings of the fifth international conference on wood fiber plastic composites. Madison, WI, Etats-Unis, 26-27 mai, 269-274, 1999.

Chapitre I : GENERALITES ET SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. Notions sur les matériaux composites

I.1.1. Définition

Un matériau composite est défini comme étant une combinaison d'au moins deux matériaux différents à l'échelle macroscopique, ou plusieurs matériaux non miscibles, mais ayant une forte capacité d'adhésion ; l'assemblage final permet d'obtenir un matériau qui possède des propriétés supérieures aux propriétés de chacun des matériaux constitutifs, les nouveaux matériaux ainsi obtenus sont très hétérogènes et anisotropes [1].

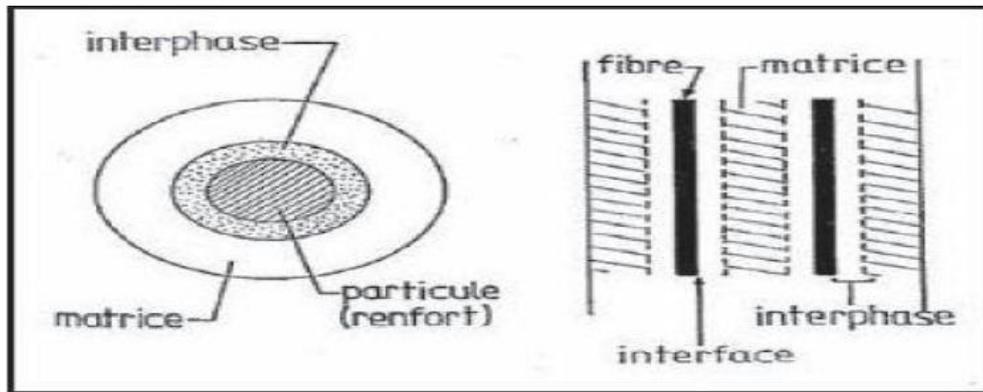


Figure .I. 1 . Représentation d'un matériau composite. [2]

I.1.2. Avantages et inconvénients des matériaux composites

Les composites sont préférés à d'autres matériaux parce qu'ils offrent des atouts liés à :

- Leur légèreté.
- Leur résistance à la corrosion et aussi à la fatigue.
- Leur insensibilité aux produits comme les graisses, les liquides hydrauliques, les peintures et les solvants.
- Leur possibilité de prendre plusieurs formes, d'intégrer des accessoires et permettre la réduction de bruit.

Inconvénients qui freinent leur diffusion :

- Les coûts des matières premières et des procédés de fabrication.

- La gestion des déchets engendrés et la réglementation de plus en plus stricte.

L'industrie des matériaux composites doit donc aujourd'hui relever certains défis tels que :

- La maîtrise des émanations de produits organiques volatiles, par exemple le styrène.
- La maîtrise des procédés de transformations et des performances des matériaux qui sous entend une très bonne connaissance des constituants mis en place.
- La mise en place de technologies et des filières pour la gestion des déchets en fin de vie qui est la partie la plus difficile à satisfaire en raison du caractère thermostable de la plupart des composites. [3]

I.1.3.Composants d'un matériau composite

Au sein d'un matériau composite, nous avons donc toujours l'association de deux constituants de base, le renfort et la matrice.

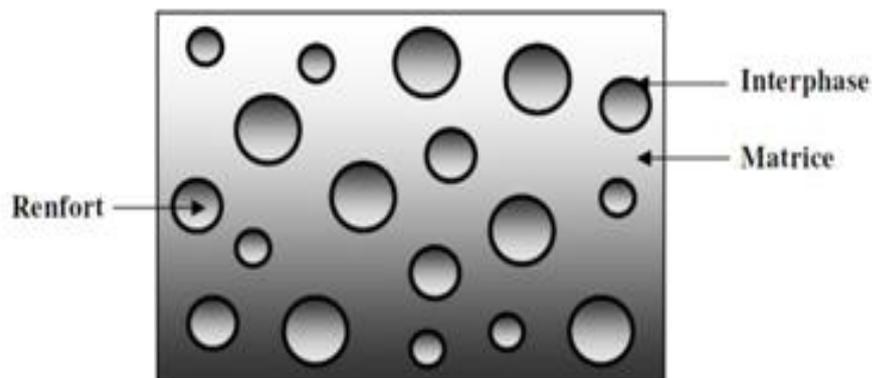


Figure .I. 2 . Principe d'un matériau composite [4].

I.1.3.a. Matrice

Dans un matériau composite, le terme matrice désigne la matière solide qui entoure les renforts pour former une masse compacte. Le premier rôle de la matrice est de maintenir les renforts dans une forme compacte et de donner la forme voulue au produit final. Elle sert également à protéger les fibres contre l'abrasion et un environnement agressif, contrôler le fini de surface et assurer le transfert de charges entre les fibres. Le solide formant la matrice peut être d'origine métallique, céramique ou polymère [5].

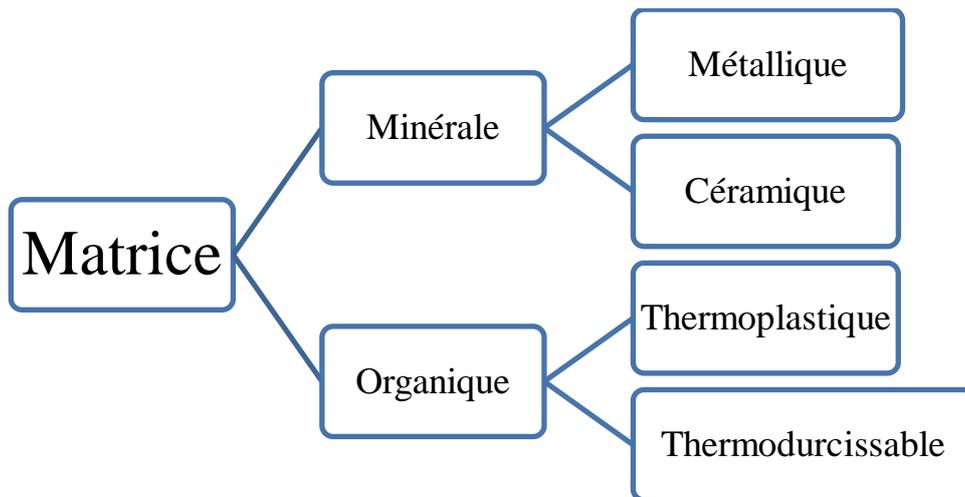


Figure .I. 3 . Types de matrices [6]

➤ **Composites à Matrice Métallique (CMM)**

Les composites à matrice métallique (CMM) possèdent une bonne tenue en température ainsi que de bonnes propriétés électrique et thermique. Par rapport aux métaux, ils ont une meilleure stabilité dimensionnelle, ainsi qu'une meilleure résistance à l'usure [7].

➤ **Composites à Matrice Céramique (CMC)**

Les composites à matrice céramique (CMC) sont réalisés dans le but de remédier au caractère fragile de la céramique et d'améliorer ainsi la ténacité du matériau. Les CMC (Al_2O_3 , SiO_2 , Cr_2O_3 , MgO , ...) peuvent être obtenus par imprégnation de préformes de fibres (métaux, verres, aramides, carbone, céramique) soit par des suspensions liquides, ensuite frittées en température sous haute pression, soit par des gaz réactifs permettant un dépôt entre les fibres . [7]

➤ **Composites à Matrice Organique (CMO)**

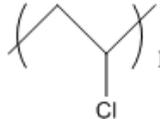
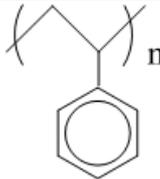
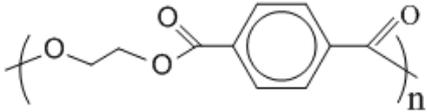
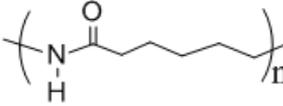
Les composites à matrice organique (CMO), ou composites à matrice polymérique (CMP), offrent de hautes propriétés mécaniques, une grande résistance à la corrosion et à l'oxydation, de bonnes propriétés électriques et diélectriques. L'inconvénient de ces matrices est leur tenue limitée en température et au feu. Leur vieillissement est également un inconvénient. [6].

- i. **Les thermoplastiques** : Les thermoplastiques sont généralement des dérivés de monomères linéaires ou légèrement ramifiés. Ces monomères constituant le motif de base qui est répété plusieurs fois pour au final former la chaîne polymère [8].
- ii. **Les thermodurcissables** : Un matériau thermodurcissable est un polymère de structure tridimensionnelle, qui ne peut pas revenir à son état solide d'origine après le chauffage en raison des grandes liaisons chimiques fortes entre les macromolécules [8].

Parmi les principales résines thermodurcissables utilisées dans la mise en œuvre des matériaux composites : les polyesters insaturés, les époxydes, les vinyle-esters, les phénolique et les uréthanes [9,10].

Le tableau ci-dessous présente les structures moléculaires des principaux polymères industriels.

Tableau .I. 1 . Structure moléculaire de quelques polymères industriels [9]

Sigle	Structure moléculaire	Désignation courante
PE		Polyéthylène
PP		Polypropène
PVC		Poly(chlorure de vinyle)
PS		Polystyrène
PET		Poly(téréphtalate d'éthylène)
PA-6		Polycarolactame

- iii. **Les élastomères :** Les élastomères sont des matières réticulées d'une manière incomplète. Le degré de réticulation est faible à la différence des thermodurcissables. Les pontages permettent aux macromolécules de revenir en place plus ou moins rapidement après une déformation sous contraintes. C'est la propriété fondamentale des élastomères. [11]

I.1.3.b. Renfort (charges)

Le renfort apporte au MC ses performances mécaniques élevées, tandis que la matrice a pour rôle de transmettre les sollicitations mécaniques extérieur et de protéger les fibres vis-à-vis des agressions extérieures. [1]

Les caractéristiques recherchées pour les renforts sont :

- Des propriétés mécaniques élevées,
- Une masse volumique faible,
- Une bonne compatibilité avec les résines,
- Une facilité de mise en œuvre,
- Un faible coût. [12]

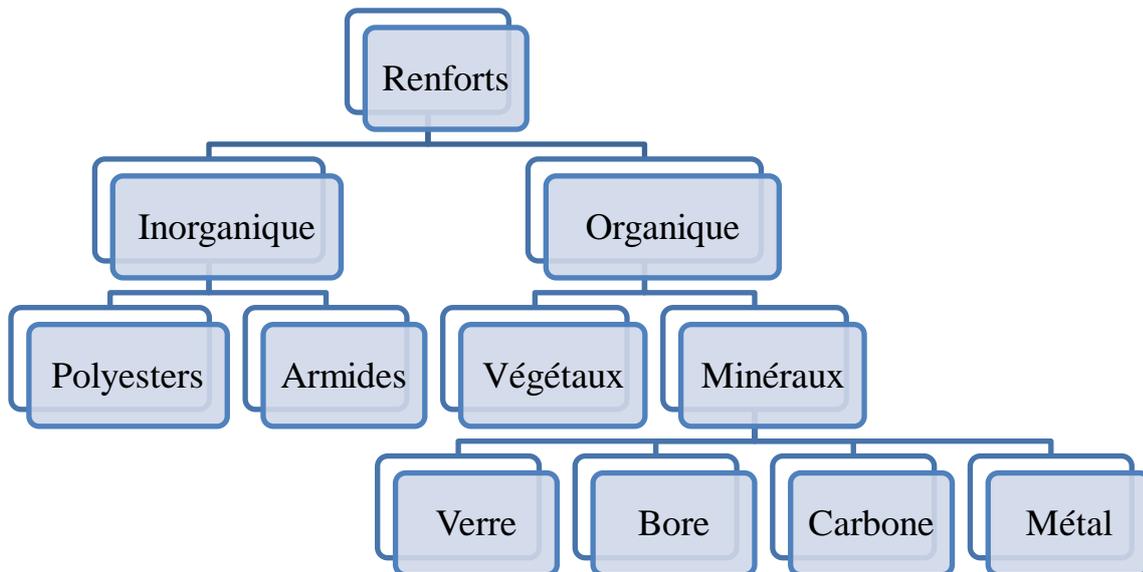


Figure. I. 4. Types de renforts [6]

I.1.3.c. Additifs

Introduit en faible quantité et incorporé comme : lubrifiants et agent de démoulage, pigments et colorants, agents anti-retrait et agent anti- ultraviolet...etc. [1]

I.2. Généralités sur le bois rouge

Bois rouge généralement appelé Sapin rouge, le Pin Sylvestre est un conifère résineux présent en Europe du Nord et en Sibérie ; il résiste bien au froid intense ainsi qu'à la sécheresse. Cet arbre au long tronc se reconnaît notamment à la couleur orangée de son écorce, à ses aiguilles et ses cônes

pointus. Son bois très résineux en fait naturellement un bois tendre qui se laisse facilement travailler; il est particulièrement apprécié par les menuisiers pour réaliser des portes, des placards, du mobilier d'intérieur et peut être employé en extérieur lorsqu'il est traité thermiquement [13].

Avec 35% de couverture, le pin d'Alep occupe la première place de la surface forestière de l'Algérie. Il existe dans toutes les variantes bioclimatiques avec une prédominance dans l'étage semi-aride. Il est présent partout, d'Est en Ouest, allant du niveau de la mer aux grands massifs montagneux du Tell littoral et de l'Atlas saharien. Sa plasticité et sa rusticité lui ont conféré un tempérament d'essence possédant un grand pouvoir d'expansion formant ainsi de vastes massifs forestiers [14].



Figure. I. 5. Arbre du pin d'Alep [15].

I.2.1.Composition chimique du bois

Chimiquement, le bois se compose presque toujours de 50% de carbone, 42% d'oxygène, 6% d'hydrogène, 1% d'azote et 1% de matières minérales (qui se trouvent dans les cendres).

La matière principale constitutive du bois est la cellulose $(C_6H_{10}O_5)_n$, qui entre 50% dans la composition et 20 à 30 % de lignine. [16]

Au niveau moléculaire, le bois est constitué principalement de bio polymères : la cellulose (40-50%), la lignine (15-35%) et les hémicelluloses (20% environ). A ces trois constituants, viennent s'ajouter des substances extractibles de nature organique et des substances minérales (cendres) [17].

I.2.2.Ultra structure du bois

I.2.2.a. Présentation de la fibre végétale

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

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

Les fibres animales: elles peuvent émaner des poils (toison animale) ou encore des sécrétions (soie).

Les fibres minérales (amiante). [18]

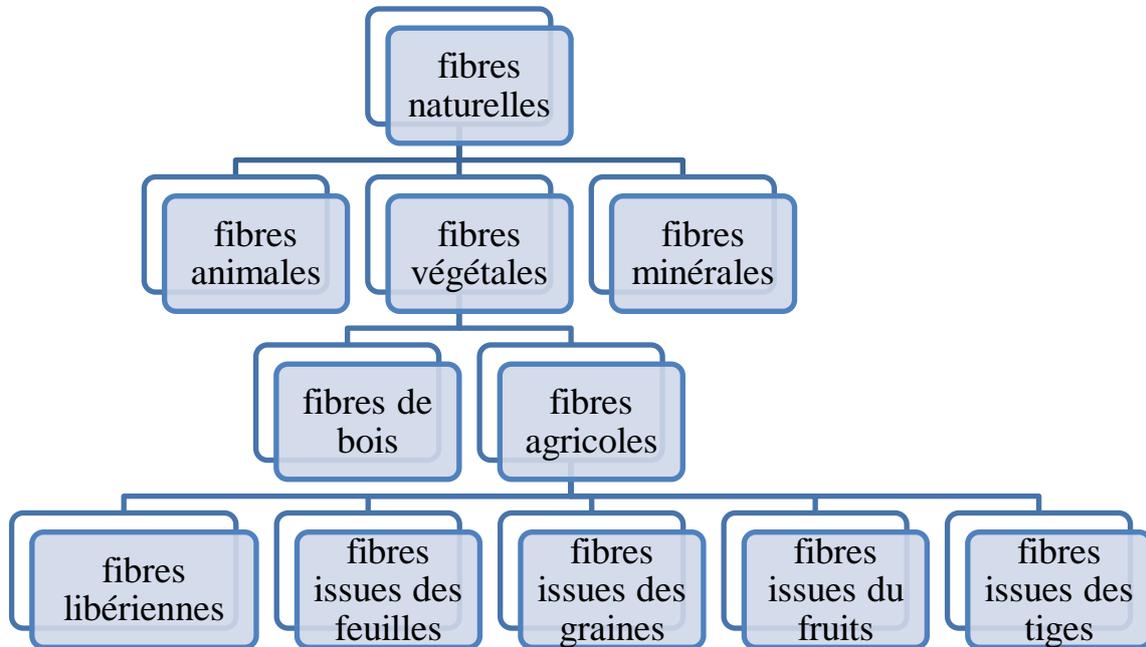


Figure .I. 6. Classification des fibres naturelles [19]

I.2.2.b.la structure d'une fibre

La morphologie des fibres végétales peut constituer une donnée importante pour bien appréhender les transferts de contrainte aux interfaces fibre-matrice. [20].

La fibre végétale est composée de plusieurs parois parallèles à l'axe de la fibre et disposée en couche superposée dans le sens radiale. Ces différentes couches qui forment la lamelle mitoyenne, la paroi primaire et la paroi secondaire. Ces dernières bordent un lumen de diamètre variable suivant l'espèce. La paroi secondaire est composée de trois couches de micro fibrilles (S1, S2, S3) [21].

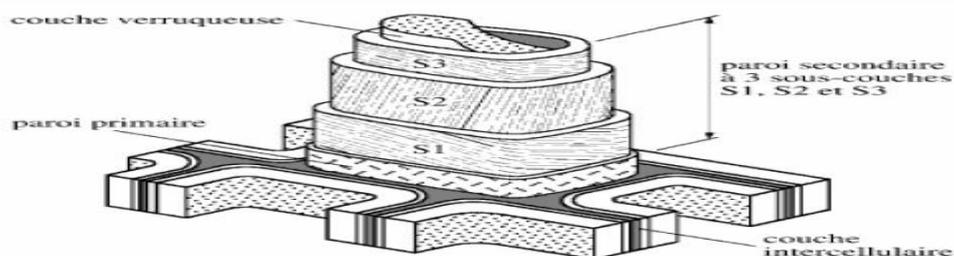


Figure .I. 7. Représentation schématique des différentes couches de la paroi cellulaire [21].

La paroi cellulaire du bois est multicouche et constituée d'une couche intercellulaire et de deux parois, primaire et secondaire, elle-même contient trois couche : S1, S2, S3.

- **La couche intercellulaire** : La couche intercellulaire apparaît après la division de la cellule mère. Son épaisseur varie entre 0,5 et 1,5 μm . Cette couche permet de lier les cellules les unes aux autres, elle possède une importante quantité de lignine.
- **La paroi primaire** : Cette paroi très mince mesure environ 0,1 μm d'épaisseur, elle contient une grande quantité de lignine.
- **La paroi secondaire** : Elle est constituée de trois sous-couches:

La couche **S1** est constituée de micro fibrilles croisées, avec un angle compris entre 60° et 80° par rapport à l'axe de la cellule.

La couche **S2** constitue la partie la plus volumineuse de la paroi. Elle est composée de micro fibrilles en hélice formant un angle de 5° à 50° par rapport à l'axe de la cellule.

La couche **S3** est relativement mince. Son épaisseur varie entre 0,5 et 1,1 μm . Elle est constituée de micro fibrilles dont l'orientation varie entre 60° et 90° par rapport à l'axe de la cellule. Chacune de ces trois couches contient également de la lignine et des hémicelluloses [21].

I.2.2.c. Composition chimique des fibres végétales

Les fibres végétales sont des fibres ligno-cellulosiques composées de cellulose, d'hémicelluloses et de lignine [22], et en proportions relativement faibles d'extractibles non azotés, de matière protéique brute, de lipide et de matière minérale [23, 24]. Les proportions de ces différents constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante [23].

- **La cellulose**

La cellulose est la forme la plus abondante de la biomasse vivante terrestre. Il se trouve dans des applications de plusieurs domaines industriels. L'existence de la cellulose comme un matériau commun dans les parois cellulaires des plantes a été découvertes pour la première fois par Anselme Payen en 1838 [25].

La cellulose est un bio polymère linéaire de très haut degré de polymérisation supérieur à 1500. Elle est constituée d'unités anhydroglucopyranose reliées par des liaisons β (1-4) glucosidiques [26].

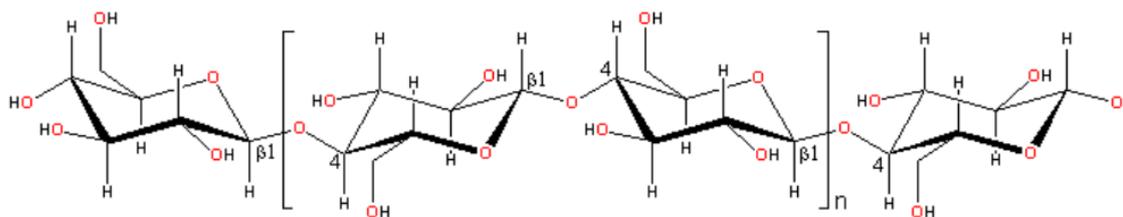


Figure .I. 8. Représentation de l'unité monomère de la cellulose répétée n fois [27].

- **Les hémicelluloses**

Les hémicelluloses sont par définition les polysaccharides solubles dans l'eau et pouvant être extraites de la paroi des cellules végétales par des solutions alcalines. Ce sont des polysaccharides de masse moléculaire plus faible que celle de la cellulose. Elles sont composées de sucres neutres : xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose, et d'acides uroniques [28].

.la structure de l'hémicellulose est représentée sur la figure I.9 :

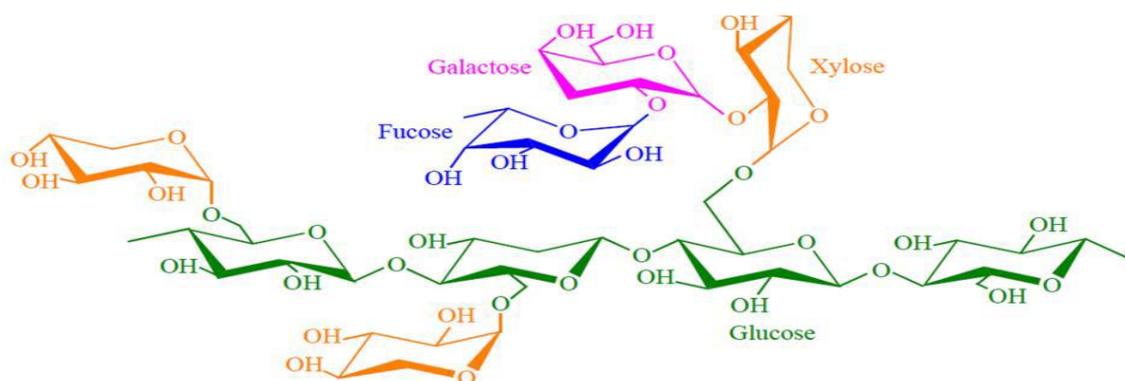


Figure .I. 9. Structure d'un type de xyloglucane [48].

- **Les lignines**

La lignine est l'un des polymères bio-sources les plus abondants sur terre après les polysaccharides, elle constitue de 15 à 40% de la matière sèche des arbres et de 5 à 20% des tiges des plantes annuelles. C'est également le polymère aromatique naturel le plus abondant [29].

Elle est responsable de la rigidité et de la dureté des bois et des plantes. Aussi, elle contribue à la résistance mécanique des parois des cellules de la plante et confère une résistance et une protection naturelle des végétaux. De plus elles possèdent une fonction protectrice vis-à-vis des polysaccharides contre la dégradation biologique et atmosphérique et en termes de résistance à l'humidité. Enfin grâce à son caractère plutôt hydrophobe, la lignine entraîne une résistance à l'eau et contrôle aussi le transport des solutions, ainsi que la teneur en eau des plantes [28, 30, 31].

I.2.2.d. Avantages et inconvénients des fibres naturelles

Si la production des composites bois-polymère trouve de plus en plus de place dans l'industrie, c'est parce que la fibre utilisée présente plusieurs avantages et peu d'inconvénients récapitulés dans le tableau suivant :

Tableau. I. 2. Résumé des avantages et inconvénients des fibres et charges végétales [28].

Avantages	inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> • Faible densité • Biodégradabilité • Propriétés mécaniques élevés (résistance et rigidité) • Demande peu d'énergie • Matière première renouvelable avec un caractère écologique • Pas d'irritation lors de la manipulation • Séparation plus facile 	<ul style="list-style-type: none"> • A cause de leur caractère hydrophile et polaire, elles sont incompatibles avec les polymères apolaires • Leur température de dégradation (200°C) rend ça transformation difficile • Absorption de l'eau • Nécessite de traitement à certains risques (moisissures par exemple) • Peu d'adhérence fibre-matrice

I.3.Le polyéthylène

I.3.1.Définition

Le polyéthylène est une matière plastique synthétique la plus répandue au monde et un matériau thermoplastique semi-cristallin de la famille polyoléfine. [32]

Le polyéthylène (PE) est très largement utilisé comme matériau d'isolation à cause de ses propriétés diélectriques combinées à son faible cout, sa facilité de mise en œuvre et sa bonne résistance aux agressions chimiques [33].

Le PE est une polyoléfine linéaire issue de la polymérisation radicalaire de l'éthylène (CH₂=CH₂). Il est obtenu par polymérisation de l'éthylène.

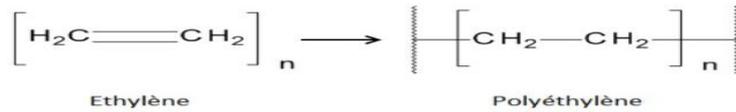


Figure .I. 10. Polymérisation du polyéthylène

Le polyéthylène est Partiellement cristallin, il contient deux phases:

- Une zone amorphe dans laquelle les chaînes sont disposées de manière désordonnée.
- Une zone cristalline dans laquelle les chaînes sont disposées de manière ordonnée; formant ainsi des cristallites. Les chaînes dans les zones cristallines se regroupent sous forme de lamelles (fibrilles lamellaires) de quelques centaines d'Angströms. Ces lamelles sont typiquement arrangées comme des sphérolites .[49.50]

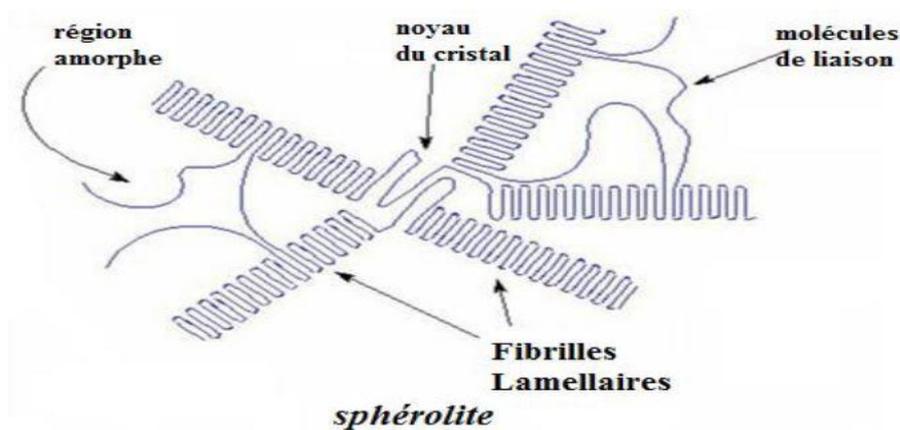


Figure .I .11. Présentation d'un sphérolite de polyéthylène.

I.3.2. Classification

Les polyéthylènes sont classés en fonction de leur densité qui dépend du nombre et de la longueur des ramifications présentes sur les chaînes moléculaires.

- PE-BD, polyéthylène basse densité (en anglais LDPE, low-density polyethylene)
- PE-BDL, polyéthylène à basse densité linéaire (en anglais LLDPE, linear low-density polyethylene)
- PE-HD, polyéthylène haute densité (en anglais HDPE, high-density polyethylene)
- PE-UHPM, polyéthylène à masse molaire élevée (en anglais UHMWPE, ultra-high-molecular-weight polyethylene (**en**))
- PE-R, polyéthylène réticulé (en anglais PEX, cross-linked polyethylene)

- PE-RHD, polyéthylène réticulé à haute densité (en anglais HDXLPE, high density cross-linked polyethylene)
- PE-MD, polyéthylène à moyenne densité (en anglais MDPE, medium density polyethylene (en))
- PE-TBD, polyéthylène à très basse densité (en anglais VLDPE, very low density polyethylene)

Le polyéthylène basse densité a été inventé en 1933 par les ingénieurs anglais E.W Fawcett et R.O Gibson. Le polyéthylène haute densité a été synthétisé en 1953 par le chimiste allemand Karl Ziegler et son équipe. Le polyéthylène à basse densité linéaire a été inventé pour remplacer le PE-BD en 1979.[51]

I.3.3.Synthèse du polyéthylène

Il est issu de la polymérisation du monomère éthylène seul pour former un homopolymère, ou en présence d'un Co monomère de type 1-alcène pour former un copolymère. Les deux voies essentielles pour fabriquer des polyéthylènes hauts densité sont des réactions de polymérisation catalysée par des systèmes à base d'oxyde de chrome ou des composés organométalliques de type Ziegler Natta. La polymérisation effectuée en suspension continue, utilise un procédé de catalyse à basse pression. Depuis quelques années est apparue une voie de synthèse catalytique à base d'espèces dites métallo cènes, permettant d'accéder à des PE plus homogènes [35]

I.3.4.Modes de synthèse

- **Polymérisation catalysée par un oxyde métallique**

Ce type de polymérisation a lieu dans des conditions de température et de pression moyenne, la méthode la plus couramment employée vient du procédé Phillips.

- **Polymérisation de type Ziegler-Natta**

Cette voie de synthèse a lieu dans des conditions de températures et de pressions relativement faibles, légèrement inférieures aux conditions précédentes.

- **Polymérisation par voie métallocène**

La polymérisation métallocène a lieu dans des conditions opératrices douces, similaires aux conditions Ziegler-Natta [36].

I.3.5. Caractéristiques générales des polyéthylènes

Le polyéthylène basse densité (PE-LD) est un polymère thermoplastique de grande consommation qui est obtenu par polymérisation radicalaire de l'éthylène (ou éthène) en opérant sous très haute pression (1 800 à 3 000 bar) à environ 200 °C. Le PE-LD est non-réactif aux températures ambiantes, à l'exception dans la présence d'agents fortement oxydants; un nombre de solvants le font

gonfler. Il résiste à des températures continues supérieures à 80°C et à une température de 95°C pendant une période brève. Fabriqué en des variations transparentes ou opaques, il est relativement flexible et robuste. Le PE-LD est utilisé à grande échelle dans la fabrication de plusieurs conteneurs, des flacons de distribution, des flacons laveurs, des tubes, des sacs en plastiques pour des pièces d'ordinateur et de plusieurs équipements labo. L'usage la plus répandu est le sac en plastique.

Tableau. I. 3. Caractéristiques majeurs des différentes familles des polyéthylènes. [37].

Type de polyéthylène	Masse volumique (g/cm ³)	Taux de cristallinité(%)	Température de fusion (°C)	Température de transition vitreuse (°C)	Module d'Young en traction (MPa)
PEBD	0.915-0.935	41-58	95-117	-133 à -103	120-135
PEMD	0.930-0.945	55-65	125-130	-	350-800
PEHD	0.945-0.970	65-80	130-138	-120	800-1300

I.4.Les composites bois/polymères

I.4.1.Définition

Les composites bois-polymère, ou encore bois-plastique, notés WPC (Wood Polymer Composites), résultent d'un mélange de fibres de bois et d'un ou plusieurs polymères thermoplastiques. Ils possèdent ainsi certaines caractéristiques tirées de ces deux ressources à savoir, l'apparence du bois et la performance du plastique en milieu humide. Ils sont souvent fabriqués à partir de matières recyclées, offrant ainsi la valorisation des résidus du bois et des plastiques de postes consommation.

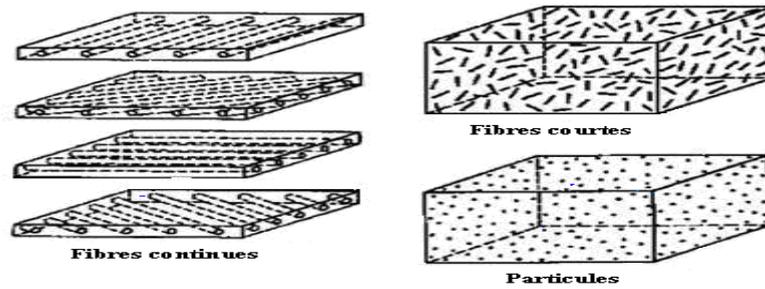


Figure .I. 12. Schémas de principe de composites, selon la forme des fibres employées. [37].

Un matériau composite renforcé de fibres naturelles se distingue, par rapport à un autre renforcé de fibres synthétiques ou autre, par un faible coût, une absence de toxicité, une faible densité, une absence d'abrasion sur les équipements et bien d'autres avantages du point De vue du développement durable [37].

L'adhésion entre la matrice et les renforts constitue l'un des principaux facteurs de succès à l'obtention de matériaux composites aux propriétés mécaniques améliorées. Dans le cas du composite bois-polymère, le bois étant un matériau hydrophile et le plastique le plus souvent hydrophobe, on peut utiliser des liants chimiques pour améliorer la qualité de l'interface et donc l'adhésion. En général, le recours aux composites s'explique par :

- La diminution du coût de la matière première ;
- Leur résistance à la corrosion et à la fatigue ;
- Et leurs propriétés mécaniques accrues par rapport à l'utilisation de la matrice vierge

I.4.2. Utilisation

Les bois-polymères sont utilisés dans quatre secteurs :

- Les matériaux de construction comptent pour 75 % de la production. Les produits concernés sont principalement les patios, mais on utilise également les bois-polymères pour la fabrication de rampes, de clôtures, de portes et fenêtres et de moulures décoratives.
- Les produits industriels et de consommation représentent 10 % de ce marché. Les bois-polymères servent à la fabrication de meubles, d'armoires, de planchers, de palettes de manutention, de tasseaux, de caisses et de contenants.
- Les véhicules automobiles occupent 8 % de ce secteur. On y retrouve des composants d'intérieur de véhicules comme les panneaux de portes, les composants de coffres arrière, les vide-poches, les couvre-bagages, etc.

Les autres applications concernent principalement les infrastructures municipales, les applications marines, etc. Elles comptent pour 7 % de la production. Parmi les produits fabriqués : Les

équipements des parcs, soit les tables de pique –niques, les modules de jeux, etc ainsi que les matériaux pour installations portuaires [38].

I.4.3. Classification

Les composites bois polymère peuvent être classés en plusieurs catégories en fonctions du type de renfort et de la méthode de fabrication. La figure au-dessous présente une vision claire des différentes possibilités. [39]

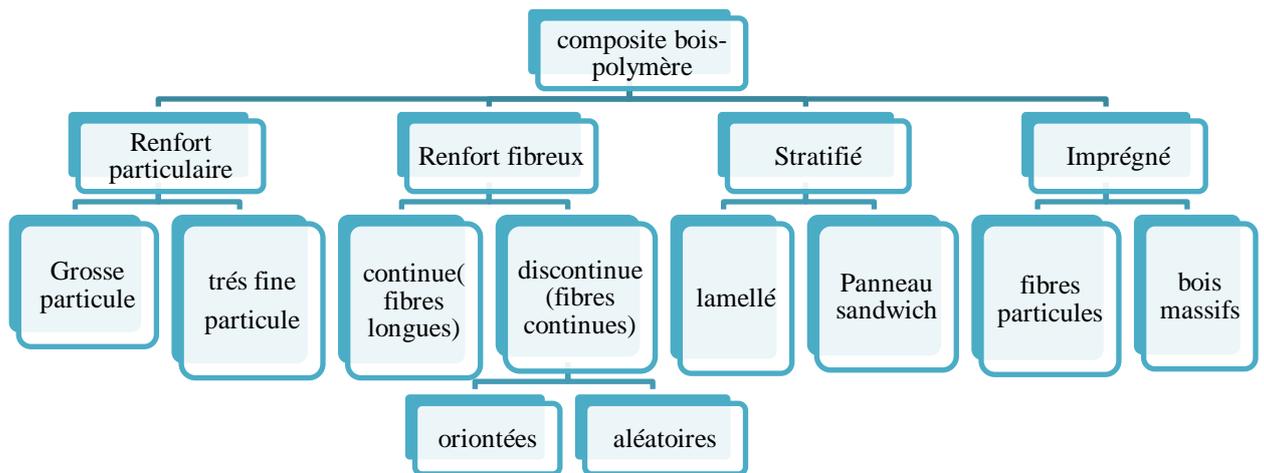


Figure .I. 13. Classification des composites bois polymères. [39]

I.4.4. Interface bois /polymère

Le bois et le plastique sont deux matières non miscibles (comme l'eau et l'huile), ils ne peuvent pas être mélangés. La majeure partie des thermoplastiques sont hydrophobes car composés de substances non polaires, qui ne sont pas compatibles avec les fibres De bois hydrophiles (substances polaires).

L'interface est le lieu du transfert des contraintes, censé assurer une bonne cohésion entre la fibre cellulosique et la matrice. A l'interface bois/polymère il est possible d'avoir des liaisons physiques et des liaisons chimiques de type liaisons hydrogènes, de Van Der Walls ou encore des liaisons acide/base [40].

Lorsque les polymères qui sont mis en jeu sont polaires, les liaisons à l'interface se trouvent renforcées. Dans le cas de matrices non polaires tel que le polyéthylène (PE) et le polypropylène (PP), les liaisons à l'interface avec le bois sont faibles. Cependant de façon naturelle il reste un lien

mécanique entre la fibre et le polymère. De nombreux travaux de recherches ont été et sont toujours consacrés à l'amélioration de la compatibilité entre le renfort fibreux et la matrice. Les traitements « comptabilisant » peuvent être d'origine physique ou chimique.[41]

I.4.5.Méthodes de modification chimique

Le principe des modifications chimiques est l'introduction d'un troisième matériau aux propriétés intermédiaires afin de rendre compatibles les deux matériaux de base. Le couplage réalisé permet l'association des fibres cellulosiques fortement hydrophiles avec des polymères hydrophobes. Dans cette partie, on va citer quelques méthodes courantes de traitement chimique des fibres de bois à fin d'améliorer l'adhérence [44].

I.4.5.a. Estérification

L'estérification de la cellulose est plus souvent réalisée dans un milieu acide avec des anhydrides correspondant à l'acide dans la plupart des cas. Elle permet d'obtenir les sulfates, phosphates, carbamates et acétates de cellulose et d'autres types d'esters de cellulose.

Les modifications chimiques en profondeur permettent de rendre la cellulose thermoplastique. Néanmoins, il existe des traitements de surface de la cellulose nécessitant soit une étape d'activation par une réaction d'estérification suivie du traitement de surface, soit une estérification (correspondant dans ce cas au traitement de surface). La réaction est limitée à la surface en choisissant les conditions de greffage appropriées (solvant non gonflant, température et pression modérées, force ionique faible, etc.) [46]

I.4.5.b. Traitement par la soude (NaOH)

La mercerisation a été découverte par John Mercer, qui a fait un brevet sur le processus en 1850. Elle a été utilisée pour améliorer des propriétés telles que l'affinité pour les colorants, la réactivité chimique, la stabilité dimensionnelle, la résistance à la traction et la brillance des tissus de coton [43]. La mercerisation est un traitement alcalin. Elle dépend de la concentration de la solution alcaline, de la température et du temps de traitement [44].

Paul et al. [45] ont étudié l'effet du taux de fibres et leurs traitements chimiques sur les propriétés thermo-physiques (conductivité et diffusivité thermique) des matériaux composites fibres de banane/polypropylène. Parmi les traitements utilisés, ils ont immergés les fibres dans une solution alcaline à des concentrations différentes (2% et 10%) pendant 1h, après les fibres ont été lavées complètement avec de l'eau pour enlever l'excès de NaOH.

Le lavage final a été fait avec de l'eau contenant peu d'acide acétique. Les fibres ont été séchées à 70°C pendant 3h. Les résultats ont montré que la concentration en NaOH a une influence sur les propriétés thermo-physiques des composites.

Les composites à base de fibre traitées par NaOH à 10% présentent les meilleures propriétés thermo-physiques que celles à base des fibres traitées par NaOH à 2%. La réaction se produisant au cours du traitement alcalin est schématisée par l'équation.



I.4.5.c. Oxydation

Les oxycelluloses sont les produits de l'oxydation de la cellulose. Cette oxydation réduit sa taille. C'est l'un des problèmes rencontrés lors du blanchiment du coton et des fibres lignocellulosiques. En milieu acide ou neutre, l'oxydation de la cellulose donne des celluloses oxydées de type réducteur. En milieu alcalin, un nombre important de groupes acide se forme.

La réaction se fait par une attaque des hydroxyles en position C₂, C₃ et C₆ et il s'en suit une formation de groupes carbonyles. L'aldéhyde en C₆ peut être oxydé une seconde fois pour former un groupe carboxylique. Ce processus peut se poursuivre sur les aldéhydes en C₂ et/ou en C₃ pour aboutir à la formation de cétone. Ceci conduit, si le processus se poursuit à une dépolymérisation de la cellulose et donc à une réduction des masses molaires. Par exemple, la cellulose microcristalline est obtenue par oxydation acide suivie d'une dégradation alcaline [47].

I.4.5.d. Le couplage Les agents de couplage

Ils permettent d'avoir un collage parfait à l'interface par l'amélioration du degré de réticulation. Le type Silane est parmi les agents de couplage les plus efficaces dans la modification de la nature d'interface fibre-matrice. Le silane porte des groupes de terminaisons réactives capables de réagir avec la matrice, sur une extrémité, et avec les groupes hydroxyles de la fibre à l'autre extrémité. L'efficacité du traitement au silane est plus grande si les fibres sont prétraitées avec du NaOH, car dans ce cas plus de sites réactifs sont aussi générés pour la réaction avec le silane. [48]

I.4.6. Méthodes de modification physique

Les méthodes physiques ont pour but d'introduire un changement des propriétés structurales et surfaciques des fibres cellulosiques ou de la matrice thermoplastique, sans entraîner des modifications chimiques. Dans ce paragraphe, on va introduire quelques méthodes de traitements physiques.

➤ Traitement corona

Le traitement Corona (traitement couronne) est l'un des procédés les plus utilisés dans le traitement des surfaces. Il consiste à appliquer un champ électrique très puissant (haute tension 1300 à 1500 Volts) et à haute fréquence à travers un espace d'air situé entre deux électrodes. Le support à traiter défile et ses particules en surface sont ionisées par l'accélération des électrons présents

naturellement dans l'espace. Ainsi des radicaux libres sont créés sur la surface du support. En fait, ce sont des peroxydes qui se forment par ce traitement mais qui se décomposent rapidement. Il y a aussi formation au niveau de la surface d'époxydes, de carbonyles, d'hydroxyles et de carboxyles [46]

➤ **Traitement laser**

Les techniques lasers ont été, tardivement, utilisées en traitement de surface. Initialement, on les retrouvait dans la découpe des matériaux, puis dans la soudure. C'est une technique très pointue car elle permet de travailler sur des parties très spécifiques d'une surface. Les traitements au laser se retrouvent le plus souvent dans les métaux pour faire des dépôts (de diamant, de supraconducteur, etc.), pour diminuer ou augmenter la rugosité des surfaces, etc. ; mais il n'empêche qu'ils peuvent également être utilisés dans les fibres [46].

Références

- [1] J. M. Berthelot, « Matériaux composites comportement mécanique et analyse des structures », 3^{ème} Edition, Ed. Masson, Paris, 1992, pages multiples.
- [2] N. KADRI, « Etude des propriétés des composites PEHD/fibres R-PET et PEHD/SEBS-g-MA/fibres R-PET : Effets du taux et du traitement de surface des fibres », mémoire de magister, université de Sétif 1,Algérie 2014.
- [3] K.ROUAM, « Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles », Mémoire de Magister, université de Boumerdes, Algérie ,2014.
- [4] L.SOCCALINGAME, « Etude Des Scenarios De Fin De Vie Des Bio-composites Vieillesissement Et Retransformation De Bio-composites PP/Farine De Bois Et PLA/Fibres De Lin », Thèse De Doctorat, Université De Montpellier, 2014.
- [5] H.DJEMAI, « Contribution A L'étude De L'endommagement Dans Les Matériaux Composites Sandwiches », Thèse De Doctorat, Université de Biskra, Algérie ,2017.
- [6] L.GORNET, « Généralités sur les matériaux composites », version 1 ,2010.
- [7] M. LE TROEDEC, « Caractérisation des interactions physico-chimiques dans un matériau composite à base de phyllosilicates, de chaux et de fibres cellulosiques », Thèse de doctorat, Université de Limoges, France, 2009.
- [8] Z .BELOUADAH. « Contribution à l'étude d'endommagement et du comportement mécanique des matériaux composites renforcés par des fibres végétales existantes dans la région du Hodna ». Thèse de doctorat. Université de Tizi Ouzou ,Algérie,2017.
- [9] T ,BEN'MBAREK. « Utilisation d'une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique de composites bois/plastique 'WPC' ». Thèse de doctorat de l'université de Pau et des pays de l'Adour. Ecole doctorale des sciences exactes et de leurs

applications 2011.

- [10] C.BATHIAS, Matériaux composites. Technique et ingénierie. Dunod, 2^{ème} édition, Paris, France, 2013.
- [11] F.Lkhdari. , « synthèse de polymères photorésistants », Mémoire de magister, Université d’Oran, Algérie,2008.
- [12] Berreur. B. Maillard. D, and Nosperger, « L’industrie française des matériaux composites », Ministère de L’économie des finances et de l’industrie,2002.
- [13] O .Moali, H.Ali , « Elaboration et caractérisation d’un nouveau matériau composite à base de PVC et farine de bois rouge et chêne zeen », Mémoire de master ,Université de Tizi Ouzou, Algérie, 2017.
- [14] A.Bentouati, B.Oudjehih&D.Alatou. « Croissance en hauteur dominante et classes de fertilité du pin d'Alep dans le massif de Ouled Yakoub et des Beni Oudjana (Khenchela- Aurès) ». Sci. Tech,2005.
- [15] B. GUIT. « Croissance et état sanitaire des peuplements de pin d’alep (Pinus Halepensis Mill) dans le massif forestier de senalba (région de Djelfa) ». Thèse En vue de l'obtention du Diplôme de Doctorat En Sciences Agronomiques.
- [16] F.Ghomari, Science des materiaux de construction,Université de Tlemcen , Algérie,2004.
- [17] L.AUGIER. « Etude de l’élaboration de matériaux composites PVC/bois à partir de déchets de menuiserie : formulation, caractérisation, durabilité et recyclabilité ». Thèse doctorat de l’institut National Polytechnique de Toulouse. Toulouse. 2007.
- [18] C. Baley. « Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites ». Technique de l’ingénieur, traité génie des procédés, 2004, pp. 130.
- [19]- D.THI VI VI, « Matériaux Composites A Fibres Naturelles / Polymère Biodégradables Ou Non », Thèse de doctorat, Université de Hô-Chi-Minh en Vietnamien, 2011.
- [20] L ,YAHIAOUI. « caractérisation d’un composite à la rupture à base des fibres végétales » mémoire de magister. Université de Sétif UFAS (Algérie).2011.
- [21] B,TALEL. « Utilisation d’une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique de composites bois/plastique ‘WPC’ ». Mémoire de doctorat de l’Université de Pau et des Pays de l’Adour. 2011.
- [22] A.K.Bledzki, J.Gassan. “Composites reinforced with cellulose based fibres”. Prog. Polym. Sci. 24, 1999, 221-274.

- [23] A.Y. Nenonene. « Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bioadhésifs a base de colle d’os, de tannin ou de mucilage ». Thèse doctorat, Université de Toulouse, 2009.
- [24] R.M.Rowell, R.A.Young, J.K.Rowell. “Paper and composites from agro-based resources”. Ed Rowell R.M, Lewis publishers, Boca Raton, USA, 1997.
- [25] H.P.S. ABDUL KHALIL, A.H. BHAT, A. ABU BAKAR, P. M. TAHIR, I.S.M. ZAIDUL, M. JAWAID, Cellulosic Nanocomposites from Natural Fibers for Medical Applications, Springer, Polymer Nanocomposites of Cellulose Nanoparticles, 2015.
- [26] R. NTENGA, « Modélisation Multi-Échelles Et Caractérisation De L’anisotropie Élastique De Fibres Végétales Pour Le Renforcement De Matériaux Composites ».thèse de doctorat, Université Blaise Pascal (UBP)-Clermont II, France, 2008.
- [27] D,SEDAN.« Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite ». Thèse de Doctorat de l’université de limoges ,2007.
- [28] P.Edwige. « Matériaux ligno–cellulosiques ‘‘élaboration et caractérisation’’ ». Ecole nationale supérieure des mines de Paris, France, 2013.
- [29] M.RAGOUBI .« Contribution à l’amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne ». Thèse de doctorat. L’université Henri Poincaré Nancy 2010.
- [30] A.FADEL « Influence des diverses modifications du genêt d’Espagne sur les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermiques de composites à matrice thermoplastique ».Mémoire de magister. Université Sétif Algérie 2014.
- [31] M. Carrega et Coll : matériaux polymère. Dunod , Paris, France,2007.
- [32] Gulmine,J.V, et al., “Degradation profile of polyethylene after artificial accelerated weathering”. Polymer degradation and stability, 2003.
- [33] M.IBRAHIM, A.DUFRESNE, W.K.EL-ZAWAWY, F.A.AGBLEVOR, ‘‘Banana fibers and microfibrils as lignocellulosic reinforcements in polymer composites’’, Carbohydrate Polymers,2010.
- [34] J. CAZENAVE. « le comportement rigidité/durabilité du polyéthylène haute densité en relation avec la structure de chaine, la microstructure et la topologie moléculaire issues de la cristallisation », Thèse de Doctorat, Ecole doctorale matériaux de Lyon, 2005.

- [35] J.P. Trtignon, J. Verdu, A. Dobraczynski, M. Piperaud, « Livre de Matières plastiques ». ENSAM, Paris, France, 1997.
- [36] M.FONTANILLE., Y.GNANOU., « Chimie et Physico-chimie Des Polymères(cours) », 2^{ème} et 3^{ème} cycles ., Ecoles d'ingénieurs., Nouvelle présentation 2005. Dunod, Paris, France, 2002.
- [37] K.BOURAI, Étude du comportement thermique d'un composite bois-polymère pour une application en rotomoulage, Mémoire de maîtrise, Université Laval,Canada, 2010.
- [38] PROFIL DES PRODUITS FORESTIERS DEUXIÈME TRANSFORMATION -Produits composites Bois-polymère- Rapport présenté au Ministère des Ressources naturelles par le Centre de recherche industrielle du Québec.
- [39] D.Osso, O.Tillement, P.Fleurentin et J-L.Guichard, "Physico-chimie de l'interface bois polymère", CAP, Éd., Dombasle: Sciences & Techniques, 1999.
- [40] C.J. Van Oss, "Acid-base interfacial interactions in aqueous media", Colloids and Surfaces A:Physicochemical and Engineering Aspects", 1993.
- [41] W. J. Dilsiz N, "Effect of acid-base properties of unsized and sized carbon fibers on fiber/epoxy matrix adhesion", Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 2000, pp. 325-336.
- [42] M.A.LAHMAR, « Caractérisation d'un composite bois polymère pour utilisation en plaques de bardage par l'extérieur », Thèse de doctorat , L'université De Lyon,2016.
- [43] S. K. Batra. "Other long Vegetable fibers : Abaca, Banana, Sisal, Henequen, Flax, Ramie, Hemp, Sunn, and Coir". In: Menachem Lewin. Handbook of fiber chemistry. 3^{ème} ed. Taylor & Francis, 2007, pp. 476-477
- [44] M. Abdelmouleh, S. Boufi, M.N. Belgacem, A. Dufresne, "Short natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites: Effect of silane coupling agents and fibres loading". Compos. Sci. Technol., 2007, Vol. 67, pp.1627–1639.
- [45] S. A. Paul, A. Boudenne, L. Ibos, Y. Candau, K. Joseph et S. Thomas, "Effect of fiber loading and chemical treatments on thermophysical properties of banana fiber/polypropylene commingled composite materials". Compos. Part A: Appl. Sci. Manuf., Vol.39, 2008, pp. 1582-1588.
- [46] J. Simonsen, Z. Hong, T.G. Rials. "The Properties of the Wood-Polystyrene Interphase

- Determined by Inverse Gas Chromatography". Wood and Fiber Science, Vol. 29, n° 1, 1997, pp. 75-84.
- [47]** R. D. Gilbert, J.F. Kadla. "Cellulose Structure: A Review". Cellulose Chemistry and Technology, Vol. 34, n° 3, 2000, pp. 197-216.
- [48]** P.A. Sreekumar et al. «Effect of fiber surface modification on the mechanical and water absorption characteristics of sisal/polyester composites fabricated by resin transfer molding.», Composites Part A: Applied Science and Manufacturing., Vol.40, 2009, pp. 1777–1784.

Chapitre II: MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET CARACTERISATIONS

II.1. MATERIAUX UTILISES

II.1.1. Polyéthylène

Le polymère utilisé est le polyéthylène basse densité (PE-BD), sous forme de poudre blanche. Il est fabriqué par la société « EEC: Egyptian European Company », Alexandria - Egypt. Ses caractéristiques sont résumées dans le tableau II.1.

Tableau .II. 1. Caractéristiques de polyéthylène PE-BD

Propriétés	Valeur	Unité
Densité	935	Kg/m ³
Déformation de traction à la rupture	18	MPa
Allongement à la rupture	700	%
Module de flexion	700	MPa
Indice de fluidité à chaud	5	g/10min
Taille moyenne des particules	500	Micron
Résistance à l'impact Charpy	30	KJ/M ²
Densité apparente	0.37	g/cm ³
Fluidité	26	secondes



Figure .II. 1. Polyéthylène basse densité PE-BD

II.1.2. L'hydroxyde de sodium

L'hydroxyde de sodium utilisée a été produite par la société «BIOCHEM Chermopharma», ses caractéristiques sont représentées dans le tableau II.2.

Tableau .II. 2. Caractéristiques de l'hydroxyde de sodium.

Formule chimique	Masse moléculaire	Pureté
NaOH	40 g/mol	99%

II.1.3. L'acide chlorhydrique

L'acide chlorhydrique utilisé est produit par la société «BIOCHEM Chermopharma», ses caractéristiques sont données dans le tableau II.3.

Tableau .II. 3. Les caractéristiques de L'acide chlorhydrique.

Formule chimique	Masse moléculaire	Densité	Pureté
HCl	36.46 g/mol	1.18	35-38%

II.2. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

II.2.1. Préparation de fibre de bois

- Lavage avec de l'eau froide afin d'éliminer les impuretés solubles dans l'eau froide.
- Lavage avec de l'eau chaude pour éliminer les impuretés solubles dans l'eau chaude.
- Séchage à l'air libre pendant 24 heures.

II.2.2. Modification chimique des fibres de bois par mercerisation (la soude caustique)

II.2.2.1. Préparation des fibres traitées (FT_{1h} et FT_{24h})

- Dans un bécher, on introduit 200g des fibres de bois et on les immerge dans une solution de soude (NaOH à 10%).
- Pour FT1h : On place le bécher dans une plaque chauffante pour l'augmentation de température à 70°C et on agite pendant 1h.
- Pour FT24h : On laisse le mélange à l'air libre pendant 24h.
- À la fin de l'opération, on effectue une filtration suivie de plusieurs lavages avec de l'eau distillée contenant d'acide chlorhydrique HCl afin de neutraliser l'excès de soude.
- Les fibres sont enfin lavées avec de l'eau distillée jusqu'à pH neutre.
- Les fibres sont ensuite placées dans une étuve à 80°C pendant 24h.

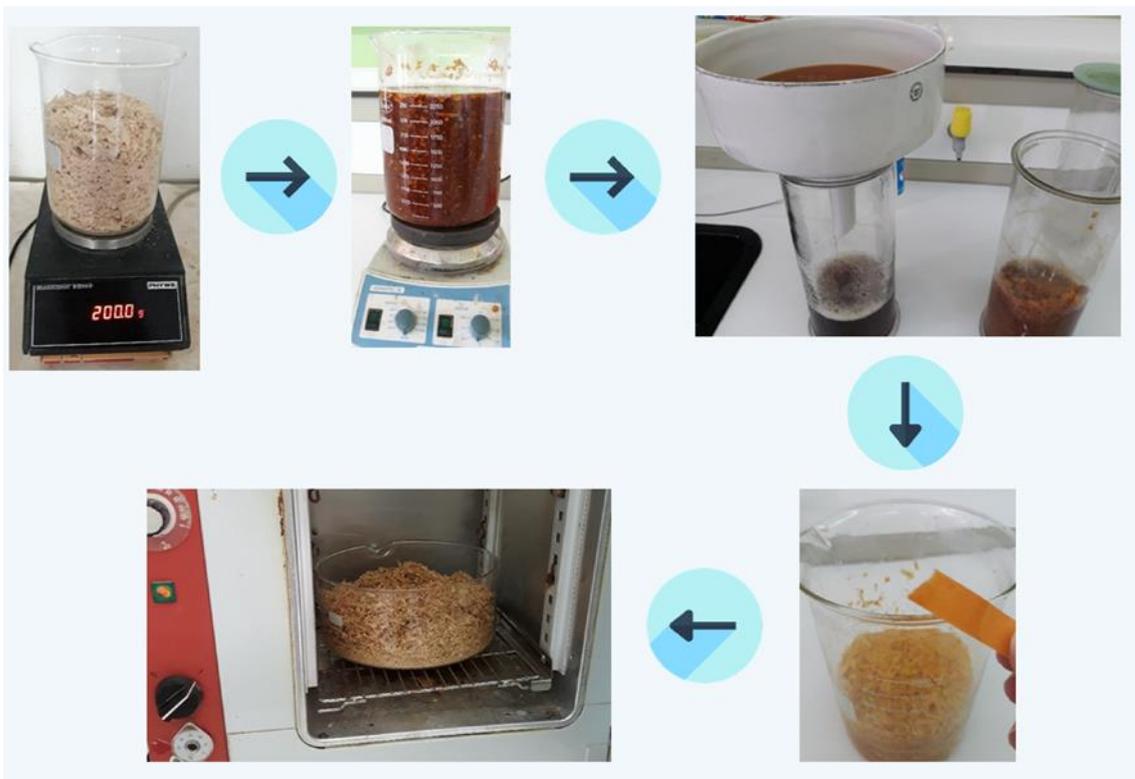


Figure .II. 2. Les étapes de préparation des fibres traitées avec NaOH pendant 1h

II.2.2.2. Broyage et Tamisage

- La sciure de bois est réduite en poudre fine en utilisant un moulin à café domestique.
- Après broyage, la farine est calibrée à travers plusieurs tamis de différents diamètres (180,125,112,90 et 63 μ m).



Figure .II. 3. Tamiseuse électromagnétique et numérique BA-200N

Alors à la fin de toutes ces opérations on obtient 3 types des fibres qui sont :

- Fibres non traités (FNT).
- Fibres traitées avec NaOH pendant 1h (FT_{1h}).
- Fibres traitées avec NaOH pendant 24h (FT_{24h}).

II.2.3. ELABORATION DES COMPOSITES PE/ FIBRES DE BOIS

II.2.3.1. Préparation des composites

Les différentes formulations choisies pour la préparation de nos échantillons sont données dans le tableau Suivant :

Tableau .II. 4. Composition des différentes formulations

	PE	Fibre	
		15%	25%
PE	100%	0	0
PE/FNT_{15%}	75%	0	25%
PE/FNT_{25%}	85%	15%	0
PE/FT_{1h}_{15%}	75%	0	25%
PE/FT_{1h}_{25%}	85%	15%	0
PE/FT_{24h}_{15%}	75%	0	25%

PE/FT24h _{25%}	85%	15%	0
-------------------------	-----	-----	---

- PE : La formulation du PE non chargée.
- PE/FNT_{15%} et PE/FNT_{25%} : Les formulations du PE chargées avec les fibres de palmier non traite à 15 et 25% massique respectivement.
- PE/FT1h_{15%} et PE/FT1h_{25%} : Les formulations du PE chargées avec les fibres de bois traitées par la soude NaOH pendant 24 heures à 15 et 25% massique respectivement.
- PE/FT24h_{15%} et PE/FT24h_{25%} : Les formulations du PE chargées avec les fibres de bois traitées par la soude NaOH pendant 1 heure à 15 et 25% massique respectivement.

II.2.3.2. Extrusion

Les mélanges précédents vont alimenter une extrudeuse de type PolyLab OC au niveau du laboratoire de génie mécanique LGM de l'université de Biskra. Les températures maximales sont été maintenues entre 160 et 180°C.



Figure .II. 4. Extrudeuse de type PolyLab OC

II.2.3.3. Moulage des composites

La presse que nous avons utilisée est une presse hydraulique à chauffage électrique de type : SCHWABENTHAN POLYSTAT 300S



Figure .II. 5. Presse "SCHWABENTHAN POLYSTAT 300S"



Figure .II. 6. Images des plaques avant et après passage à la presse.

II.2.3.4 Préparation des éprouvettes de type H

Nous avons découpé les plaques préparées en éprouvettes de type H à l'aide d'un appareil mécanique qui est représenté dans la figure II. , pour chaque échantillon dix éprouvettes ont été découpées pour servir dans les différents tests de caractérisation.



Figure .II. 7. Le découpage des plaques sous forme d'haltères par la découpeuse

II.3. TECHNIQUES DE CARACTERISATION

II.3.1. Analyse spectrale par IRTF

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse chimique basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau à analyser. La spectroscopie IR est fondée sur le principe que les molécules absorbent des fréquences qui sont caractéristiques de leur structure. Ces absorptions sont des fréquences résonantes, c.à.d. la fréquence de la radiation absorbée correspond à l'énergie de transition de la liaison vibrante. Le spectre IR qui en résulte permet d'identifier les liaisons. L'analyse des fibres non traitées et traitées par mercerisation est faite par l'appareil SHIMADZU FTIR – 8400 S dans la plage comprise entre 400 et 4000 cm^{-1} :



Figure .II. 8. Spectrophotomètre SHIMADZU – FTIR 8400S.

II.3.2. Analyses morphologiques par MEB

Pour l'étude morphologique des échantillons nous avons utilisé un microscope électronique à balayage au niveau de laboratoire de LPCMA Biskra, de type TESCAN VEGA3, équipé d'un système d'analyse EDX, dont l'interface est pilotée par un logiciel. Une analyse EDX a été utilisée pour confirmer la composition des plaques.

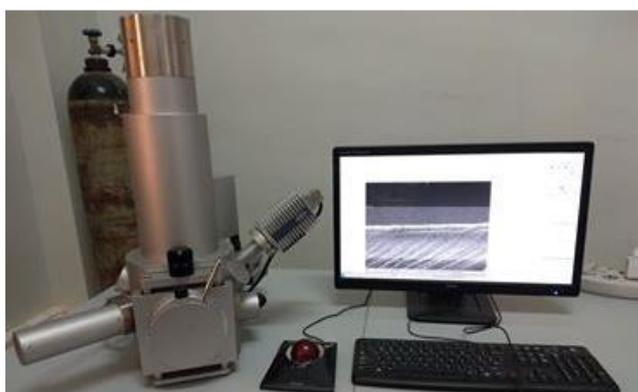


Figure .II. 9. Un microscope électronique à balayage de type TESCAN VEGA3

II.3.3. Essai de traction

L'essai de traction est la méthode expérimentale qui est utilisée couramment pour la détermination des comportements mécaniques des matériaux. Ces comportements sont décrits par un ensemble de relations entre les contraintes, les déformations et leur évolution au cours du temps. On exerce une force de traction sur un cylindre de longueur qu'on a déterminé, car les résultats d'essai sont influencés par la précision de mesure des dimensions de l'éprouvette, Jusqu'à sa rupture. En enregistrant la force F appliquée à l'éprouvette par la machine de traction et son allongement progressif, on remarque que l'effort fourni augmente avec l'allongement puis atteint un maximum et commence à décroître.

Les essais de traction sont effectués à l'aide d'une machine de traction universelle INSTRON 5969.

- La vitesse de traction utilisée est égale à 5 mm/min.
- L'essai se fait à la température ambiante (laboratoire).

Pour chaque mélange on utilise trois éprouvettes et on prend les valeurs moyennes de l'allongement à la rupture et de la résistance à la traction.

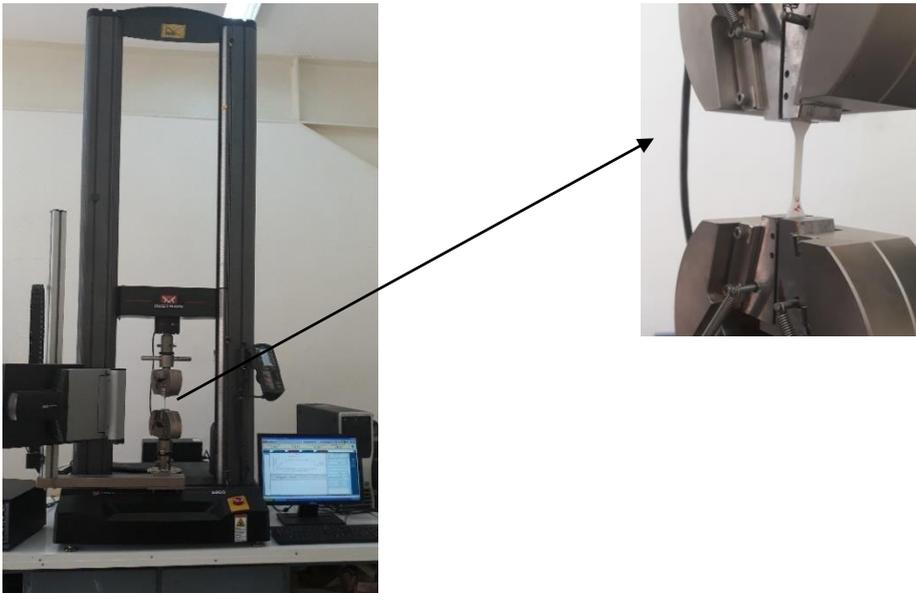


Figure .II. 10. Machine de traction type INSTRON modèle 5969.

II.3.4. Test d'absorption d'eau

L'essai d'absorption d'eau a été effectué conformément à la procédure décrite dans la norme ASTM D570. Les échantillons requis pour les essais sont découpés de chaque mélange puis émerger dans l'eau distillée à la température ambiante, Chaque 24h, on fait un prélèvement, on enlève toute l'eau superficielle avec du papier absorbant. On pèse de nouveau la masse des échantillons (m_t), l'opération

continue jusqu'à le poids des échantillons se stabilise. Le taux d'absorption d'eau a été calculé suivant la formule :

$$\Delta m(\%) = \frac{m_t - m_0}{m_0} \cdot 100$$



Figure .II. 11. Test d'absorption d'eau pour les composites PEBD/ Fibres de bois

II.3.5.Essai de micro-dureté

Les essais de micro duretés Vickers consistent à estimer la valeur de la micro dureté HV, à partir de la longueur de la diagonale d'une empreinte (ou indentation) laissée, par le pénétrateur sur la surface de l'échantillon. Équipé d'un oculaire pour permettre de positionner l'empreinte, qui est nécessaire pour déterminer HV à partir d'un double clic sur le bouton de HV de l'appareil, où bien à l'aide de la formule suivante :

$$H_v = 1854.4 \frac{p}{d^2}$$

p : charge appliquée.

d : longueur moyenne des diagonales de l'empreinte (μm).

Pour cela, nous avons opté pour la dureté Vickers, avec un micro-duremètre de type INNOVATEST VERZUS 750.

Les mesures de dureté ont été effectuées par la méthode de Vickers et sous une charge de 1Kgf.

Chaque mesure correspond à une moyenne de 2 points.



Figure .II. 12. Micro-duremètre Vickers INNOVATESTVERZUS 750.

Chapitre III: RESULTATS ET DISCUSSION

Les résultats obtenus des différents tests effectués, sont présentés et discutés dans ce chapitre. Nous avons étudié les caractérisations structurales par IRTF et MEB, l'évolution des propriétés mécaniques Essai de traction, La micro dureté , et physique propriétés (test d'absorption d'eau), en fonction du taux de fibre non traitée et traitée par NaOH .

III.1. CARACTERISATION DES FIBRES DU BOIS DE PIN

III.1.1. Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier FTIR

Les spectres infrarouge des fibres du bois de pin non traités (FNT) et modifiées par mercerisation à différents temps d'émersion pendant une heure (FT1h) et 24 heures (FT24h) sont donnés dans la figure III.1.

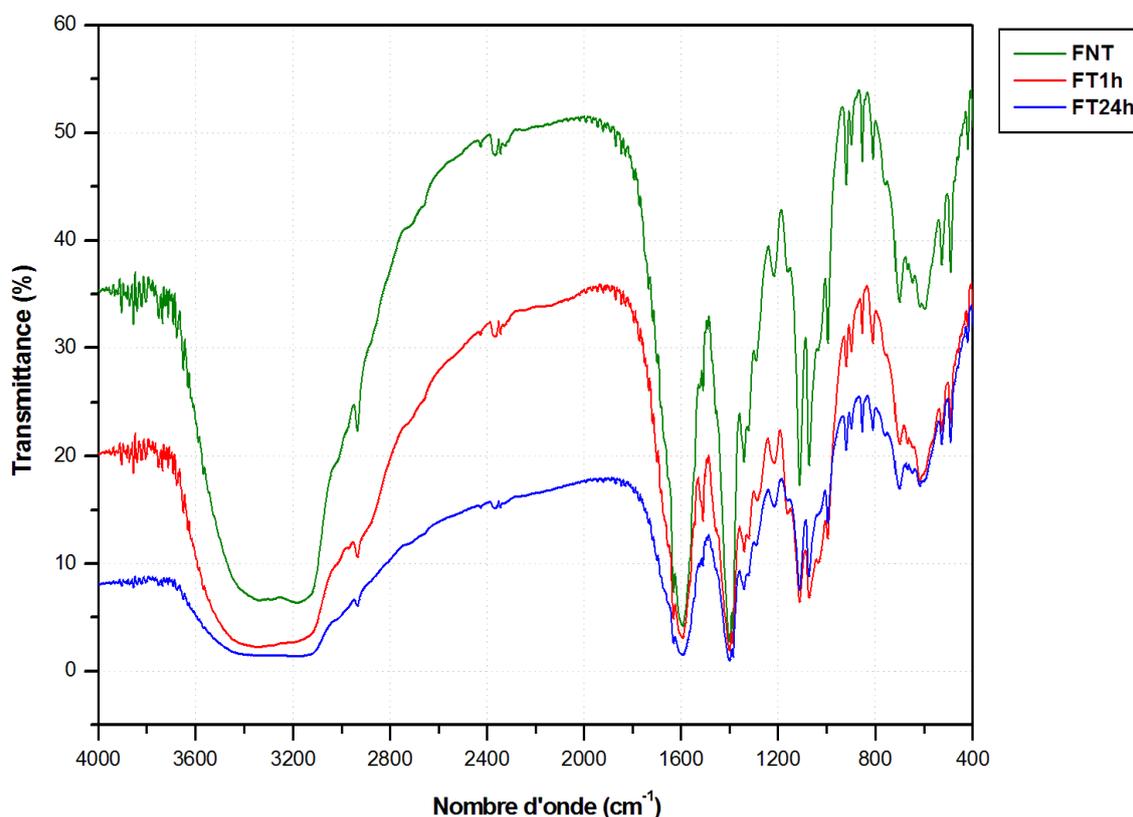


Figure .III. 1. Spectres IRTF des fibres du bois de pin traitées et non traitées

L'attribution des fonctions chimiques pour chaque bande d'absorption montrée dans le tableau III.1 a été réalisée à partir des travaux d'El Oudiani et Al [1].

- A 3369 cm^{-1} une large bande correspond à la vibration d'élongation de la liaison O-H intramoléculaire de la cellulose et hémicellulose.
- A 2939 cm^{-1} une bande fine correspond à la vibration d'élongation symétrique et asymétrique de la liaison C-H de groupement méthyle et méthylène de chaînes latérales de la cellulose et hémicellulose [2].

Tableau .III. 1.Principales bandes infrarouges observées dans les fibres lignocellulosiques [1].

Nombre d'onde (cm-1)	Bandes
3375–3340	Vibration d'élongation de la liaison OH intramoléculaire
3310–3230	Vibration d'élongation de la liaison OH intermoléculaire
2938–2920	Vibration d'élongation symétrique de la liaison C-H
2840–2835	Vibration d'élongation asymétrique de la liaison C-H
1770–1760	Vibration d'élongation de la liaison C=O conjuguée de cétone
1740–1720	Vibration d'élongation de la liaison C=O non conjugué de cétone.
1650–1640	O-H flexion de l'eau absorbée
1610–1590	Vibration d'élongation de la liaison C=C aromatique
1515–1505	
1470–1455	Vibration déformation de la liaison C-H asymétrique de
1430–1422	groupements OCH ₃ , CH ₂ .
1375–1365	Vibration en mode de flexion de la liaison C-H dans le plan
1330–1350	Vibration en mode de flexion de la liaison O-H dans le plan
1315	Vibration de rotation de CH ₂ dans le C ₆
1282–1277	Vibration déformation de la liaison C-H
1268	Vibration d'élongation du cycle de Guaiacyle
1235–1230	Vibration d'élongation C-C plus C-O plus C=O
1162–1125	Vibration d'élongation de la liaison C-O-C asymétrique
1140	Vibration déformation de la liaison C-H Aromatique dans le plan

1128–1110

1086–1075	Vibration déformation de la liaison C-H d'alcool secondaire et éther aliphatique
1047–1004	Vibration d'élongation de la liaison C-O
996–985	Vibration d'élongation de la liaison C-O
895 894	Vibration d'élongation et déformation des liaisons C-O-C, C-C-O et C-C-H
662 663	Vibration en mode flexion en dehors du plan de la liaison COH

- On observe à 1736 cm^{-1} une bande fine de faible intensité correspondent à la vibration d'élongation des groupements carbonyles C=O présentent dans les hémicelluloses et lignine extractives [3].
- On observe à 1630 cm^{-1} une bande fine de moyenne intensité correspond à la vibration en mode de flexion de la liaison O-H de l'eau absorbée par la fibre de bois.
- A $1596\text{-}1511\text{ cm}^{-1}$ deux bandes fines correspondent à la vibration élongation de la liaison C=C de groupement aromatique de la lignine.
- On observe à 1402 cm^{-1} une bande fine correspond à la vibration de déformation de la liaison C-H asymétrique des groupements OCH_3 , CH_2 de la lignine et l'hémicellulose.
- On observe à $1342\text{ -}1320\text{ cm}^{-1}$ deux bandes fines correspond à la vibration de flexion de la liaison O-H dans le plan de la cellulose et hémicellulose.
- On observe à 1290 cm^{-1} une bande fine correspond à la vibration de déformation de la liaison C-H groupement méthyle et méthylène de chaînes latérales de la cellulose et hémicellulose.
- On observe à 1217 cm^{-1} une bande fine de faible intensité correspond à la Vibration d'élongation C-C plus C-O plus C=O de la cellulose et hémicellulose [4].
- On observe à 1111 cm^{-1} une bande fine correspond à la Vibration déformation de la liaison C-H aromatique dans le plan de la cellulose et hémicellulose.
- On observe à 1072 cm^{-1} une bande fine de moyenne intensité qui correspond à la Vibration déformation de la liaison C-H d'alcool secondaire et éther aliphatique de la cellulose et de l'hémicellulose.
- On observe à 1032 et à 996 cm^{-1} deux bandes fines de moyennes intensités qui correspondent à la vibration d'élongation de la liaison C-O de la cellulose et de l'hémicellulose [5].

- On observe à 917 cm^{-1} une bande fine de faible intensité correspond à la vibration d'élongation et déformation des liaisons C-O-C, C-C-O et C-C-H de la cellulose et de l'hémicellulose.
- On observe à 896 cm^{-1} une bande fine de faible intensité correspond à la Vibration d'élongation et déformation des liaisons C-O-C, C-C-O et C-C-H de la cellulose et de l'hémicellulose [6].
- On observe à 760 cm^{-1} une bande fine de très faible intensité correspond à la vibration de déformation des hydroxyles O-H.
- A 650 cm^{-1} une bande fine de moyenne intensité correspond à la vibration de flexion en dehors du plan de la liaison C-O-H.

Après la modification chimique avec NaOH pendant 1h et 24h, on observe la diminution du pic située vers 3369 cm^{-1} qui correspond aux groupements hydroxyles -OH. Cette diminution de l'intensité a été attribuée à la diminution des groupements hydroxyles -OH et la solubilisation de lignine. Ainsi la disparition de la bande à 1736 cm^{-1} dans le spectre de FT_{1h} et aussi pour FT_{24h}, ces bandes sont associées à la vibration d'élongation des groupements carbonyles C=O des esters ou des groupes acétyles des hémicelluloses, des pectines et des cires du fibre de bois . Par comparaison, on note que l'intensité de la bande à 1402 cm^{-1} de la liaison C-H asymétrique des groupements OCH₃, CH₂ de la lignine et l'hémicellulose est diminuée après le traitement [7, 8]

Les spectre obtenus montre aussi un abaissement du pic à 917 cm^{-1} assigné à l'élongation des groupements éthers C-O-C de la lignine, cette diminution essentiellement dues à la solubilisation de la lignine, des cires et des pectines dans l'hydroxyde de sodium et aussi on observe que cette traitement est influée sur les bandes de la liaison O-H dans le plan ; la liaison C-O-C asymétrique et sur les vibrations d'élongation et déformation des liaisons C-O-C, C-C-O et C-C-H de la cellulose et de l'hémicellulose [9, 10].

D'après Kumar et al [11], la réaction entre la cellulose et la soude est décrite Par :

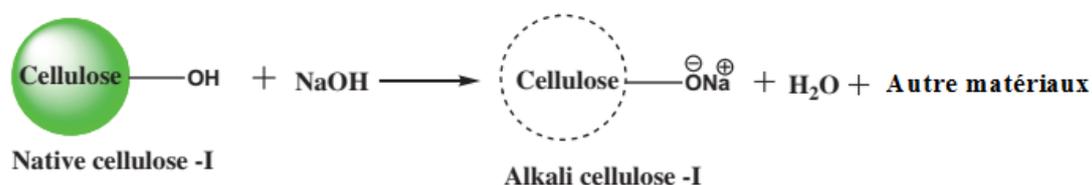
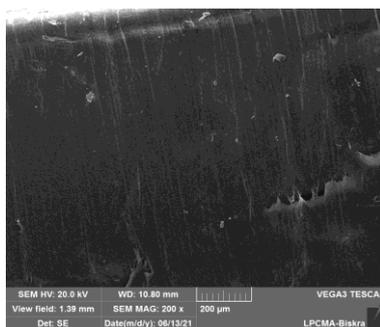


Figure .III. 2. Réaction entre la cellulose et la soude (NaOH)

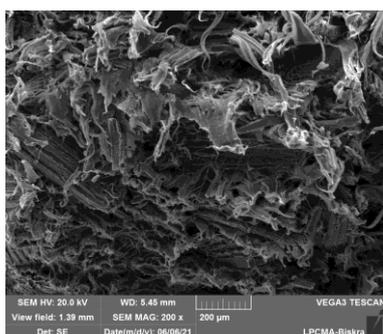
III.2. CARACTERISATION DES COMPOSITE ELABORES

III.2.1. Caractérisation Morphologique (MEB)

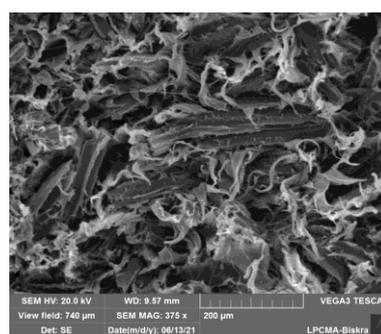
L'effet de la charge non traitée sur l'interface des composites PE/FNT a été étudié en examinant les surfaces fracturées des formulations PE, PE/FNT₁₅, PE/FNT₂₅ avec le microscope électronique à balayage (MEB) et les images observées sont illustrées sur les figures III.3 (a), (b) et (c).



(a)



(b)



(c)

**Figure .III. 3. Micrographes MEB du polyéthylène et ces composites non traités ;
(a) PE vierge, (b) PE/FNT15, (c) PE/FNT25.**

La matrice du polyéthylène vierge (Figure III.3.a) montre une surface très lisse et très homogène, par contre pour les composites non traités (Figures III.3.b et c), on observe une surface rugueuse, irrégulière et hétérogène ainsi que la présence des microvides et des cavités sur la surface. Ces microvides s'accroissent au fur et à mesure que le taux de la charge augmente dus au déchaussement de la charge de la matrice PE lors de la fracture, mettant en évidence l'incompatibilité des deux phases en raison de la mauvaise adhésion interfaciale et de la différence dans les énergies (ou polarités) de la surface libre de la charge à caractère hydrophile et du polymère à caractère hydrophobe [12, 13].

Les figures III.3, a, b, c et d, représentent les images MEB des composites avec les fibres du bois de pin traités par la soude pendant 1h et 24h, montrent une surface plus homogène par

rapport aux composites non traités avec moins de vides et de cavités et que les particules des fibres adhèrent bien avec la matrice de PE. Cette adhésion est due au bon mouillage entre les particules de la fibre à la matrice PE.

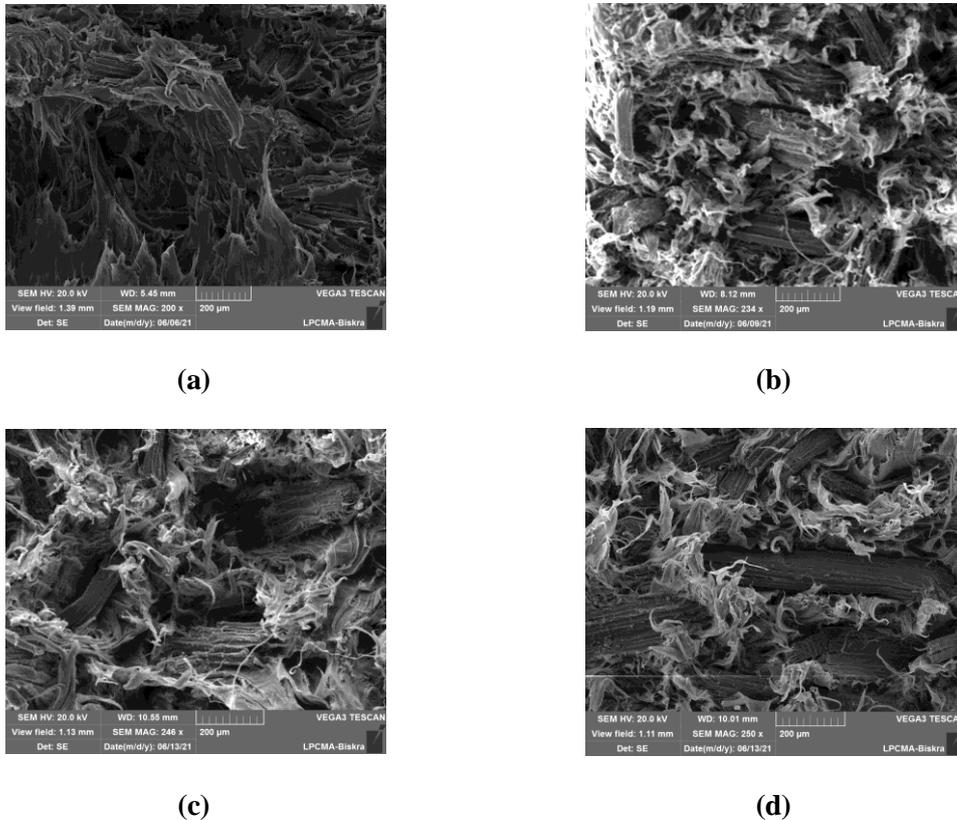


Figure .III. 4 . Micrographes MEB des composites de polyéthylène / fibre de bois traités par la soude pendant 1h et 24h ; (a) PE/FT1h₁₅, (b) PE/FT1h₂₅, (c) PE/FT24h₁₅ et PE/FT24h₂₅

III.2.2.Caractérisation mécanique

Les propriétés mécaniques des matériaux composites PE-fibres du bois de pin traitées et non traitées sont déterminées en fonction du taux de charge.

III.2.2.1. Essai de traction

III.2.2.1.a. Contrainte à la rupture

L'évolution de la contrainte à la rupture des composites élaborés en fonction du taux des fibres de bois est illustrée sur la figure III.5. On constate une diminution de la contrainte à la rupture pour les composites avec l'augmentation du taux de la charge des fibres non traitée comparé au PE vierge. Cet abaissement est attribué à la diminution de la force de liaison entre les fibres et la matrice qui obstrue la propagation d'effort [14]. Cela peut être expliquer par la tendance des particules des fibres à se regrouper en formant des agglomérats qui induisent des hétérogénéités et un transfert de contrainte non uniforme au sein de la matrice, par conséquent il se produit une fragilisation au matériau

composite. Il s'ajoute à cela une faible adhésion interfaciale des composites (PE/FNT) à cause du caractère hydrophobe de la matrice de polyéthylène et le caractère hydrophile de la charge [15]. Un tel phénomène est bien observé dans le cas des composites renforcés par des fibres naturelles à base de cellulose, riche en groupement hydroxyle (OH) qui absorbent l'humidité et induire un gonflement dans la matrice polymère, en créant une pression importante au sein de la matrice polymère. Ce qui induit à la dégradation de la contrainte à la rupture [16].

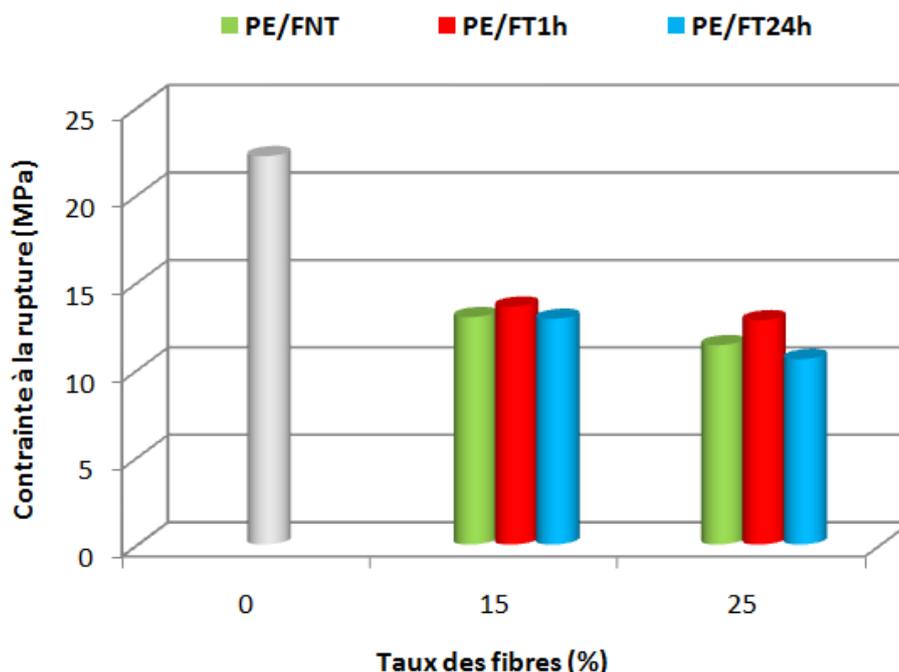


Figure .III. 5. Evolution de la contrainte à la rupture des composites en fonction du taux des fibres de bois traitées et non traitées.

Le traitement alcalin des fibres du bois de pin conduit à l'amélioration de la contrainte à la rupture des composites (PE/FT1h) par rapport aux composites renforcés par des fibres non traitées (PE/FNT) et même les composites renforcés par des fibres traitées (PE/FT24h). Ceci est attribué à la bonne adhésion entre les fibres traitées et la matrice polymérique. Il est important de noter que le traitement alcalin permet la diminution de la taille des fibres, ce phénomène a été observé dans d'autres fibres naturelles telles que la fibre de chanvre [17], le lin [18], coir [19], ce qui améliore plus la dispersion des fibres dans la matrice. Le traitement alcalin permet d'extraire les impuretés et d'éliminer des constituants pariétaux tels que les lignines, les pectines et les substances cireuses qui recouvrent la surface externe des parois cellulaires de la fibre. Ce qui favorise la formation de fibrilles et donne une surface rugueuse à la fibre pour faciliter les interactions physico-chimiques à l'interface charge-polymère [20].

III.2.2.1.b. Module d'Young

La figure III.6 met en évidence l'évolution du module d'Young des composites PE/fibre du bois de pin en fonction du taux des fibres de bois traitées et non traitées. D'une manière générale, on peut voir clairement que les composites renforcés par les fibres de bois traitées et non traitées enregistrent des modules d'Young plus important que celui du polyéthylène. En effet, l'incorporation de la charge dans la matrice PE augmente la rigidité des composites. Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés par Rocha et al [21] et Arrakhiz et al [22]. D'autre part, on observe qu'il y a une augmentation du module d'élasticité pour les les composites renforcés par des fibres traitées pendant une heure (PE/FT1h), cela peut être expliqué par la bonne orientation des fibres de bois traités FT1h dans la matrice de PE [23]. En comparant des composites traitées pendant une heure et 244 heures, les modules d'Young diminuent, ces résultats pourraient être liés à la forme et les dimensions des fibres obtenues après modification chimique de la fibre. La diminution de la rigidité peut être expliquée par le changement du mécanisme de déformation car le changement d'interaction ne justifie pas la diminution du module [24].

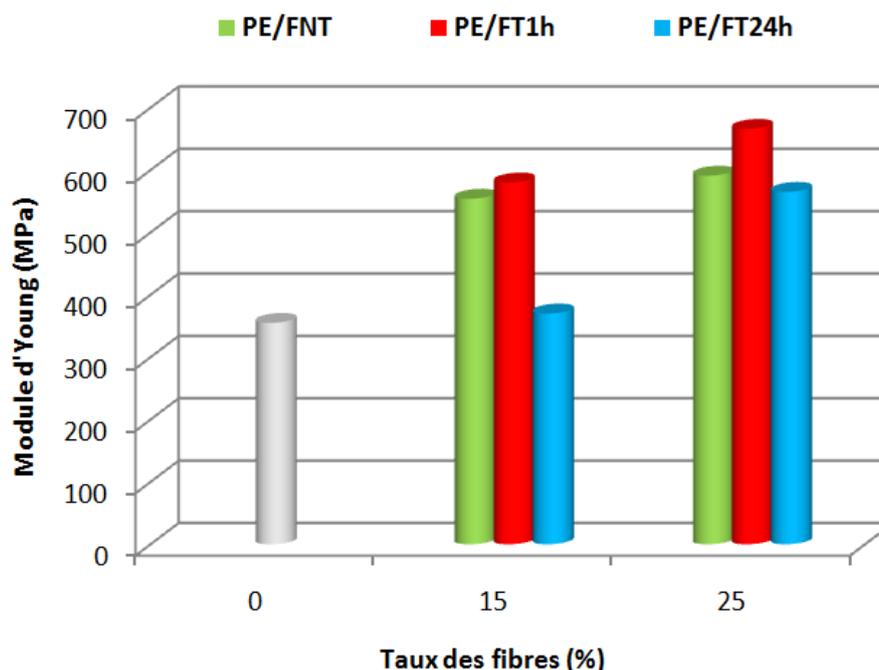


Figure .III. 6. Evolution du module d'Young des composites en fonction du taux des fibres de bois traitées et non traitées.

III.2.2.1.c. Allongement à la rupture

L'évolution de l'allongement à la rupture des composites traités et non traités en fonction du taux des fibres du bois de pin est illustrée sur la figure III.7. On peut constater que l'allongement à la rupture des biocomposites non traités a chuté de façon spectaculaire à une teneur plus élevée en FNT. La fragilité et la rigidité des biocomposites PE/FNT ont augmenté avec l'augmentation de la teneur en FNT et ont réduit la mobilité de la chaîne polymère. Toutefois, les biocomposites PE/FT1h et PE/FT24h traités par NaOH présentent un allongement à la rupture supérieur à celui des biocomposites PE/FNT non traités. Le traitement de la surface de la charge avec NaOH a réduit la rigidité des biocomposites et renforcé la ductilité des composites [25]. En outre, il peut être le temps de mercerisation utilisés dans le traitement des fibres de palmier ont un effet sur l'allongement à la rupture des composites.

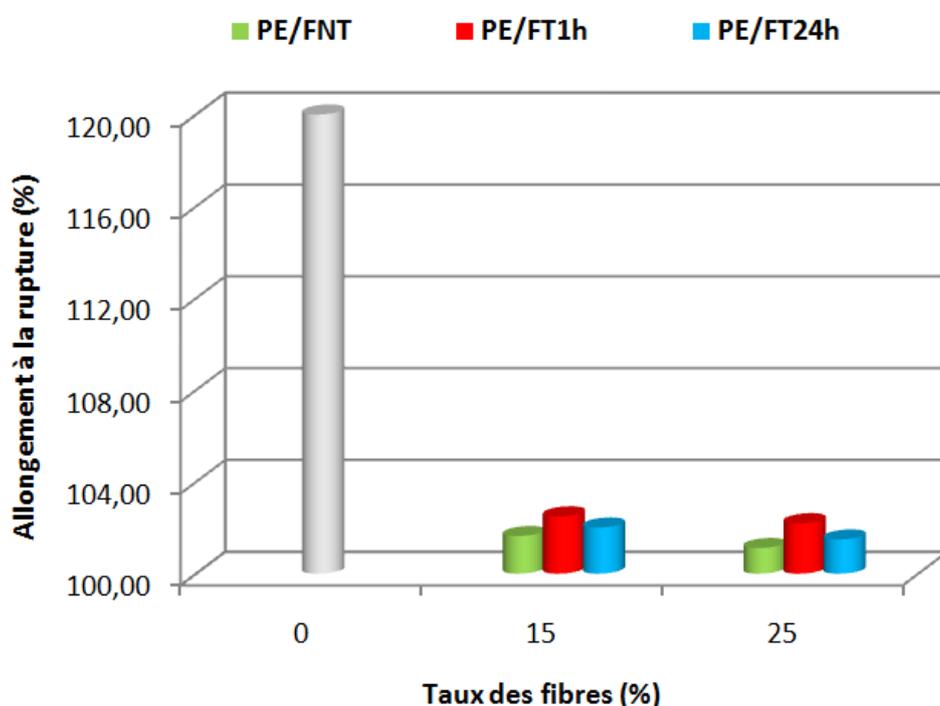


Figure .III. 7. Evolution de l'allongement à la rupture des composites en fonction du taux des fibres de bois traitées et non traitées.

III.2.3.Caractérisation physique

III.2.3.1. Essai de dureté Vickers

La dureté d'un matériau se rapporte à sa rigidité ou sa résistance à la rupture pour changer sa forme de manière permanente quand la charge est appliquée. C'est une indication de la résistance du matériau à la propagation des fissures une fois soumis à un impact. Pour les matériaux composites, la dureté dépend de la distribution du renfort dans la matrice Jamil et al [26].

La figure III.8, représente l'évolution de la dureté Vickers en fonction du taux des fibres du bois de pin traitées et non traitées. D'après cette figure, nous remarquons que la dureté accroît avec l'augmentation des fibres non traitées de caractère rigide. D'après la littérature [27], ce résultat indique la diminution de la flexibilité et l'augmentation de la rigidité. Ou les valeurs de dureté sont une mesure de la résistance à l'usure et à l'abrasion, puisque les matériaux durs résistent mieux aux frottements. Pour la dureté des composites traités par mercuration pendant une heure, on enregistre une augmentation. Cette augmentation est interprétée par la bonne dispersion de la fibre dans la matrice avec la diminution des vides et une plus forte adhésion interfaciale fibre-matrice [28,29]. Les valeurs inférieures vues pour les fibres traitées par la soude caustique pendant 24 heures par rapport aux fibres non traitées sont expliquées par l'élimination des constituants ayant un caractère dur par conséquent la diminution de la dureté des fibres.

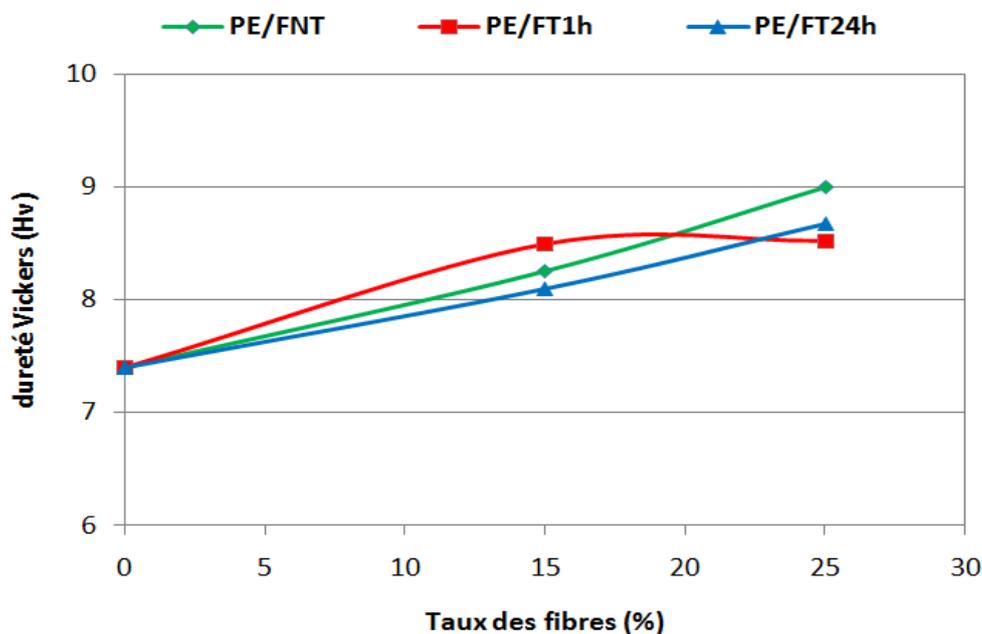


Figure .III. 8. Evolution de la dureté Shore Vickers de PE vierge et des composites en fonction de taux des fibres traitées et non traitées.

III.2.3.2. Test d'absorption d'eau

Le test d'absorption d'eau a été étudié pendant 45 jours et l'évolution correspondante à différents taux des fibres non traitées en fonction de temps est représentée dans la figure III.9. L'absorption dépend principalement de la porosité ouverte du matériau biocomposites ; ces pores sont générés en grands nombres lors de l'introduction des fibres végétales dans des matériaux composites [30].

Pour le PE vierge, on enregistre une très faible absorption d'eau due à la nature apolaire de ce polymère qui lui confère le caractère hydrophobe. Elle est d'environ 0,05% en premier jour, et ne dépasse pas 0.34% en 45 jours. Ces résultats sont confirmés par les travaux d'Ashori et al [31]. L'absorption des composite augmentent proportionnellement en fonction du taux des fibres, cette augmentation est expliqué par le fait que les fibres du bois de pin très hydrophile grâce aux groupements hydroxyles, donc plus la taille de la fibre est élevée, plus la concentration en OH s'accroît et par conséquent le taux d'absorption devient plus important [32].

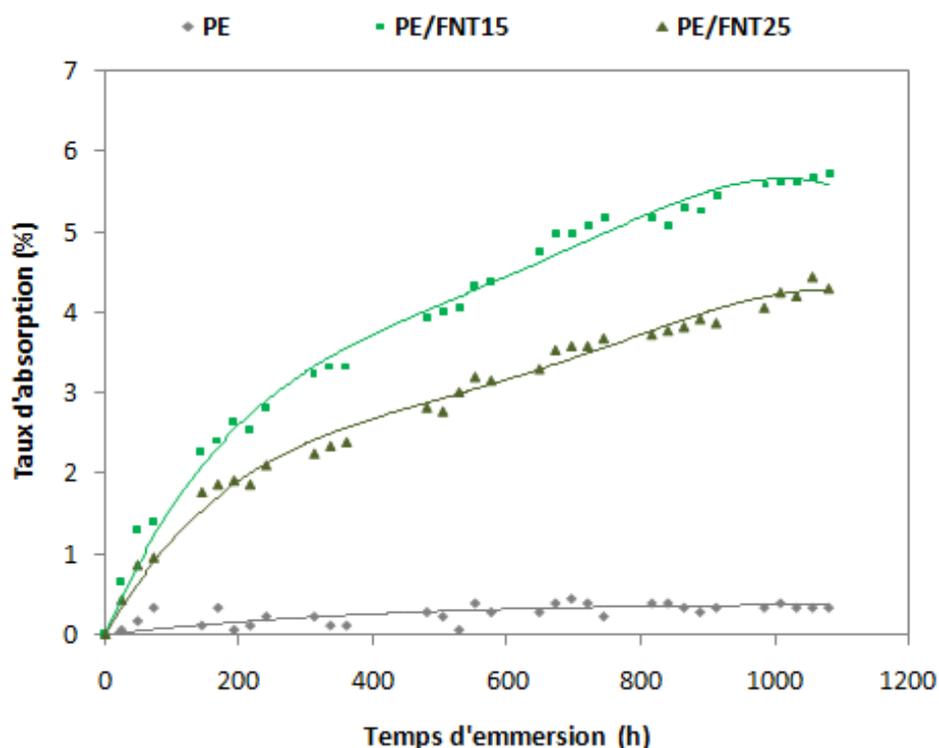


Figure .III. 9. Evolution de taux d'absorption d'eau de PE et ces composites non traités en fonction du temps d'immersion.

Les figures III.10 et III.11, représentent la variation du taux d'absorption d'eau des composites chargés à différents taux de fibres (15 et 25%) respectivement en fonction du temps d'immersion dans l'eau distillée. On voit clairement que les taux d'absorption d'eau des composites chargés avec les fibres du bois de pin traités par la soude pendant une heure et 24 heures à différent taux sont nettement inférieurs à ceux des composites chargés avec des fibres non traités. Ces résultats sont attribués à la diminution de la concentration des groupements OH de la fibre lors de la modification chimique. Ce traitement a donc amélioré la compatibilité entre le renfort et la matrice, ce qui a engendré une bonne adhésion interfaciale, se traduisant par une diminution des microvides interfaciales, et par voie de conséquence, une diminution du taux d'absorption d'eau [33, 34].

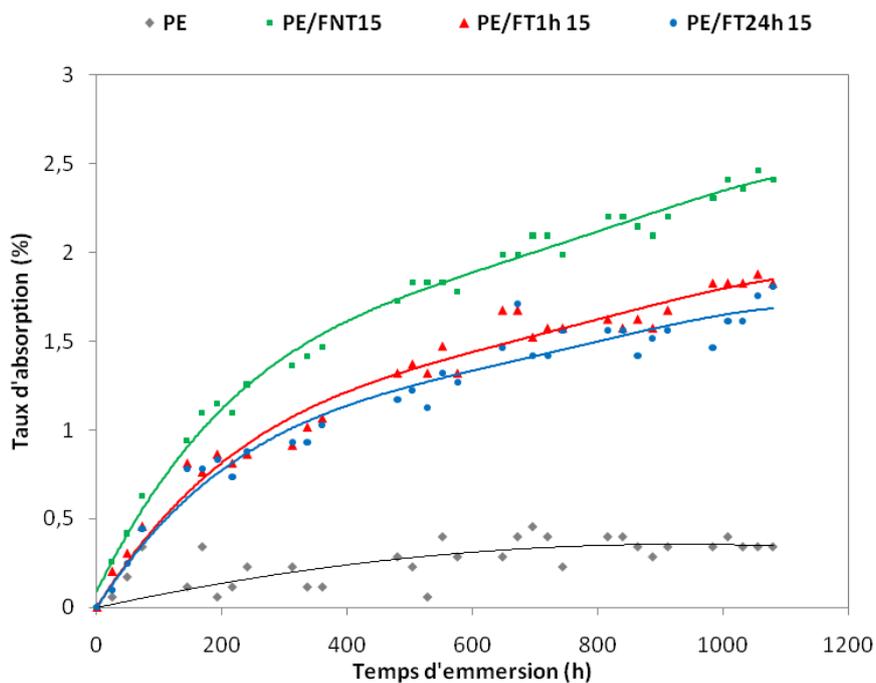


Figure .III. 10. Evolution de taux d'absorption d'eau de PE et ces composites traités et non traités à 15% de charge en fonction du temps d'immersion.

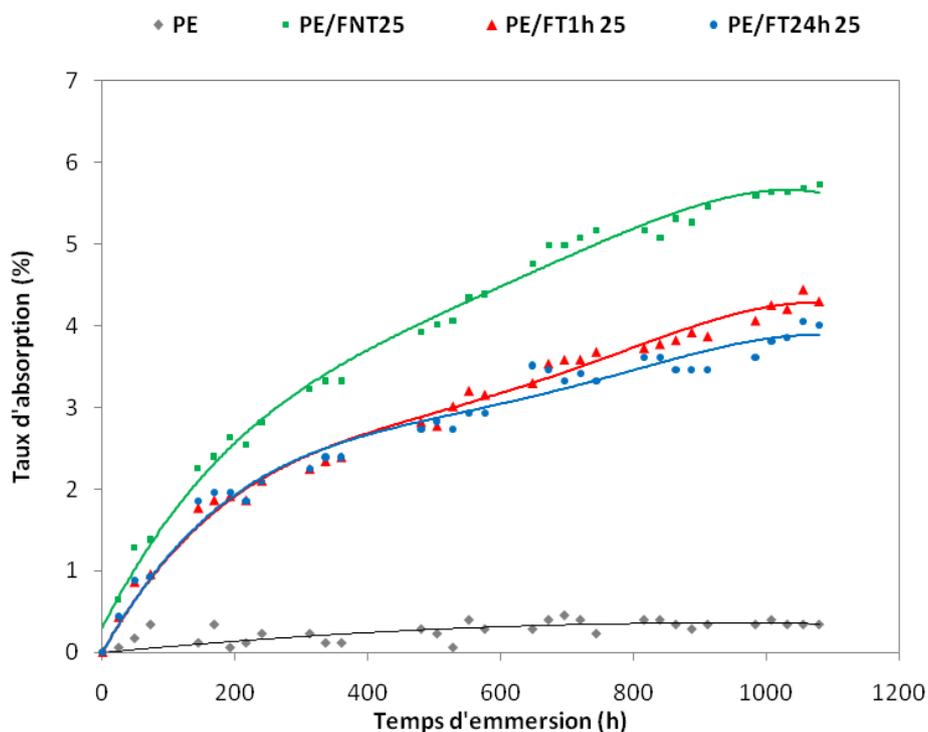


Figure .III. 11. Evolution de taux d'absorption d'eau de PE et ces composites traités et non traités à 25% de charge en fonction du temps d'immersion.

Références

- [1] A.El ouadiani , S. Msahli , F. Sakli , In-depth study of agave fiber structure using Fourier transform infrared spectroscopy, *Carbohydrate Polymers* 164, 242–248, 2017.
- [2] D.Dasong , F.Mizi , Investigation of the dislocation of natural fibres by Fourier transform infrared spectroscopy, *Vibrational Spectroscopy*, 55, 300–306, 2011.
- [3] MA. Almaadeed, R.Kahraman ,N. Khanam , S,AL-Maadeed . Characterization of untreated and treated male and female date palm leaves. *Mater Des* 2013;43:526–31
- [4] R.Bodirlau , C, A.Teaca, Fourier transform infrared spectroscopy and thermal analysis of lignocellulose fillers treated with organic anhydrides, *Journ. Phys*, 54, 93-104, 2009.
- [5] F.Z. Arrakhiz , M. EL Achaby, A.C. Kakou, S. Vaudreuil , K. Benmoussa, R. Bouhfid, O. Fassi-Ferhi, A. Qaiss, “ Mechanical properties of high density polyethylene reinforced with chemically modified coir fibers: Impact of chemical treatments ”. *Materials and Design*, (2012), Vol. 37, pp. 379–383
- [6] T. Yu, J. Ren , S. Li, H. YUAN, Y. LI, Effect of fiber surface-treatments on the properties of poly(lactic acid)/ramie composites, *Composites: Part A* 41 (2010) 499–505.
- [7] P, A.Sreekumar, P, T.Elvin, S.Jeanm, J.Kuruvilla, G.Unnikrishnan, T.Sabu, Effect of fiber surface modification on the mechanical and water absorption characteristics of sisal/polyester composites fabricated by resin transfer molding, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40, 1777, 2009
- [8] A.Espret, F.Vilaplana. and S.Skarlsson, Comparison of water absorption in natural cellulosic fibres from wood and one-year crops in polypropylene composites and its influence on their mechanical properties, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35, 1267–1276, 2004.
- [9] F. Zhou, G. Cheng, B. Jiang, Effect of silane treatment on microstructure of sisal fibers, *Applied Surface Science*, 292, 806- 812, 2014.
- [10] E, F. Marques, J, A. Mendez , M, A. Pelach, F. Vilaseca, J. Bayer ET P, Mutjé, Influence of coupling agents in the preparation of polypropylene composites reinforced with recycled fibers, *Chemical Engineering Journal*, 166, 1170–1178, 2011
- [11] S.M. Suresh Kumar, D. Duraibabu , K. Subramanian, Studies on mechanical, thermal and dynamic mechanical properties of untreated (raw) and treated coconut sheath fiber reinforced epoxy composites, *Materials and Design* 59, 63–690, 2014.
- [12] J,Rout , SS. Tripathy , SK, Nayak, M.Misra , AK, Mohanty. Scanning electron microscopy study of chemically modified coir fibers. *J Appl Polym Sci* 2000;79(7):1169–77.

- [13] M.A. NORUL IZANI, M.T. PARIDAH, U.M.K. ANWAR, M.Y. MOHD NOR, P.S. H'NG, Effects of fiber treatment on morphology, tensile and thermogravimetric analysis of oil palm empty fruit bunches fibers, *Composites: Part B* 45 (2013) 1251–1257.
- [14] V. K THAKUR, A. S ,SINGHA .Physicochemical and Mechanical Behavior of Cellulosic Pine Needle-Based Biocomposites, *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, 16: 390–398, 2011
- [15] E. G. MYERS, P. C. KOLOSICK, I. S. CHAHYADI, C. A. COBERLY, J.A. KOUTSKY, D. S. ERMER, Extruded Wood - Flour Polypropylene Composites: Effect of a Maleated Polypropylene Coupling Agent on Filler – Matrix Bonding and Properties, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc*, 97, 67-77, 1990.
- [16] H.DJIDJELLI, J. J.MARTINEZ, V.JEANFARENC, D.BENACHOUR Effect of Wood Flour Content on the Thermal, Mechanical and Dielectric Properties of Poly (vinyl chloride), *Macromol. Mater*, 287, 611-618, 2002.
- [17] V.PLACET, F.TRIVAUDEY, O.CISSE, V.GUCHERET-RETEL and M. L. BOUBAKAR, Diameter dependence of the apparent tensile modulus of hemp fibres: A morphological, structural or ultrastructural effect, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 43(2), 275-287, 2012.
- [18] J.ANDERSONS, E.SPARNINS, E. JOFFE, L. R. WALLSTROM, Strength distribution of elementary flax fibres, *Composites science and technology*, 65(3), 693-702, 2005.
- [19] R.CHOLLAKUP, W.SMITHIPONG, W.KONGTUD, and R.TANTATHERDTAM, Polyethylene green composites reinforced with cellulose fibers (coir and palm fibers): effect of fiber surface treatment and fiber content, *Journal of Adhesion Science and Technology*, 27(12), 1290-1300, 2013.
- [20] C. ALBANO, M. ICHAZO, J. GONZALEZ, M. DELGADO and R. POLEO, Effects of filler treatments on the mechanical and morphological behavior of PP+wood flour and PP+sisal fiber, *Materials Research Innovations*, 4, 284-293, 2001.
- [21] MD, N. ISLAM, MD, R. RAHMAN, MD, M. HAQUE, MD, M. HUQUE Physicomechanical properties of chemically treated coir reinforced polypropylene composites, *Composites: Part A* 41, 192-198, 2010.
- [22] F. Z. ARRAKHIZ, M. EL ACHABY, A. C. KAKOU, S. VAUDREUIL, K. BENMOUSSA, R. BOUHFID, O. FASSI-FEHRI et A. QAISS, Mechanical properties of high density polyethylene reinforced with chemically modified coir fibers: Impact of chemical treatments, *Materials and Design*, 37, 379–383, 2012.
- [23] NM. STARK, R. E. ROWLANDS, Effects of wood fiber characteristics on mechanical properties of wood/polypropylene composites, *Wood and fiber science*, 35, 167-174, 2003.

- [24] J. E.CRESPO, R.BALART, L.SANCHEZ, J.LOPEZ, Mechanical behaviour of vinyl plastisols with cellulosique fillers, Analysis of the interface between particules and matrices, *Int J Adhesion & Adhesives*, 27,422-428, 2007.
- [25] **H SALMAH, SC KOAY, O HAKIMAH**, Surface modification of coconut shell powder filled polylactic acid biocomposites, *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 2012, 26(6) 809–819.
- [26] S, M.JAMIL, I.AHMAD, I.ABDULLAH, Effect of rice husk filler on the mechanical and thermal properties of natural rubber compatibilized high density polyethylene/natural rubber blends, *J. Polym*, 13, 315-321, 2006.
- [27] M. N. ISLAM, M. R. RAHMAN, M. M. HAQUE, AND M. M. HUQUE, Physicomechanical properties of chemically treated coir reinforced polypropylene composites, *Composites Part A*, 41; 192–198, 2010.
- [28] M. R. RAHMAN, M. M. HUQUE, N. ISLAMA, AND M. HASAN, Mechanical properties of polypropylene composites reinforced with chemically treated abaca, *Composites Part A*, 40; 511–517, 2009.
- [29] B. WANG, S. PANIGRAHI, L. TABIL, W. CRERAR, T. POWELL, M. KOLYBABA, S. SOKHANSANJ, *CSAE/ASAE north-Central Intersectional Conference North Dakota, USA, Octobre 3-4, 2003.*
- [30] M. CHIK HI, B. AGOUDJIL, A. BOUDENNE, and A. GHERABLI, Experimental investigation of new biocomposite with low cost for thermal insulation, *Journal of Energy and Buildings*, 66, 267-273, 2013.
- [31] A. ASHORI, S. SHESHMANI, Hybrid composites made from recycled materials: Moisture absorption and thickness swelling behavior, *Journal of Bioresource Technology*, 101, 4717-4720, 2010
- [32] S. BOUFI, M.ABDELMOULEH, M.N.BELGACEM, A.DUFRESNE, *Journal of Composite Science and Technology*, 67, 1627-1639, 2007.
- [33] P. UPADHYAYA, M. GARG, V. KUMAR, A. K. NEMA, The Effect of Water Absorption on Mechanical Properties of Wood Flour/Wheat Husk Polypropylene Hybrid Composites, *Materials Sciences and Applications*, 3; 317-325, 2012.
- [34] L.R. GUILHERME, M. GANDARA, D.D. PINZÓN MORENO, S. CLODOALDO, Low-density polyethylene/sugarcane fiber composites from recycled polymer and treated fiber by steam explosion, *Journal of Natural Fibers*, 16(1); 13-24, 2019.

Conclusion

Les matériaux composites sont de plus en plus utilisés dans le monde grâce à leurs faibles couts, leurs biodégradabilités et surtout disponibilités qui facilitent leurs mises en œuvre.

L'objectif de ce travail est l'élaboration d'un composite biodégradable à base de PE chargé par les fibre de bois, tout en profitant des caractéristiques et propriétés qui revêtent cette fibre naturelle mais aussi qui caractérisent le thermoplastique employé.

Par ailleurs, l'une des modes de traitement a été choisie : le traitement alcalin par des solutions de NaOH avec une concentration de 10% pendant 24 heures et pendant 1heure .Au cours de cette étude, le PE a été chargé par de différentes teneurs en fibres, à savoir 15, 25% avec un diamètre (<180µm), pour élaborer des formulations à base de PE/farine de bois (traitées et non traitées).

Pour mettre en évidence l'efficacité de ce traitement, et l'effet de taux de charge des techniques d'analyse ; spectroscopie infrarouge (IRTF), tests de traction, micro-dureté, et l'absorption d'eau ,MEB, ont été utilisées.

L'analyse des résultats expérimentaux nous ont permis de tirer les principales conclusions suivantes :

- Les résultats donnée par l'analyse IRTF montre le changement structural des fibres après le traitement alcalin présenté par la réduction de l'intensité de la bande qui située vers 3369 cm^{-1} correspondant aux groupements hydroxyles -OH . Ainsi la disparition de la bande à 1736 cm^{-1} est associée à la vibration d'élongation des groupements carbonyles C=O à cause de la solubilisation de lignine et de l'hémicellulose.
- Les résultats du MEB des différents échantillons analysés indiquent clairement que les composites PE/FT_{15%} présentent une meilleure adhésion interfaciale par rapport aux composites PE/FNT.
- Le taux d'absorption d'eau dépend du temps d'immersion, du taux de charge, mais aussi du la taille de particules incorporées dans le PE.
- La dureté des composites PE/farine de bois augmente lorsque le taux et la taille de la fibre de bois augmente comparativement au PE vierge.

Résumés

L'utilisation croissante des matériaux composites engendre des problèmes de gestion des déchets qui en résultent. On s'oriente alors de plus en plus vers la mise en œuvre de produits biodégradables, soit en ayant recours à des polymères biodégradables, soit en incorporant des fibres biodégradables dans des matériaux polymériques. Cette dernière nécessite dans la plupart des cas une étape de comptabilisation par traitement chimique des constituants, afin d'améliorer l'adhésion entre la matrice et la charge.

L'objectif de ce travail est d'élaborer et de caractériser un matériau composite à matrice PE et à charge d'origine végétale, farine de bois. Cette dernière est obtenue par broyage de la sciure des bois et tamisage à une granulométrie de 180 μ m. Les échantillons sont préparés avec différents techniques et appareils, avec un simple mélangeur, ensuite moulés par compression. Utilisant des teneurs en bois allant jusqu'à 15% et 25% en poids afin de préparer le composite. L'optimisation des paramètres opératoires tels que le test d'absorption d'eau, les tests de traction, l'analyse IRTF ont été effectuées. Les résultats ont montré que le composite élaboré de fibre de 15% donne de meilleures propriétés mécaniques. Enfin, on déduit que l'ajout du bois améliore considérablement les caractéristiques mécaniques de ces composites.

Mots clés : farine de bois, Matériaux composites, traitement chimique, Polyéthylène basse densité, fibre ; propriétés mécaniques, élaboration.

The increasing use of composite materials generates problems of management of waste which results from it. One directs oneself then more and more towards the implementation of biodegradable products, either by having recourse to biodegradable polymers, or by incorporating biodegradable fibers in polymeric materials. The latter requires in the majority of the cases a stage of accounting by chemical treatment of the components, in order to improve adhesion between the matrix and the load.

The aim of this work is to develop and characterize a PE-matrix composite material with a vegetable origin, flour wood. The latter is obtained by grinding the sawdust and sieving to a particle size of 180 μ m. The samples are prepared with various techniques and apparatus, with a simple mixer, and then compression molded. Using wood up to 15% and 25% by weight in order to prepare the composite. The optimization of the operating parameters such as the water absorption test, the tensile tests, the FTIR analysis were carried out. The results showed that the elaborate fiber composite of 15% gives better mechanical properties. Finally, it can be deduced that the addition of wood greatly improves the mechanical properties of these composites.

Keys words: Flour, wood, Chemical modification, Composite materials, Low density polyethylene, elaborate, fiber, mechanical properties.