

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC EN ABITIBI-TÉMISCAMINGUE

ÉCOLE DE GÉNIE

EFFET DES NANOPARTICULES SUR LES CARACTÉRISTIQUES DES COMPOSITES
BOIS-POLYMÈRE

MÉMOIRE

PRÉSENTÉ

COMME EXIGENCE PARTIELLE
DE LA MAÎTRISE EN INGÉNIERIE

PAR

MOHAMED MOKHTAR HADIDANE

AVRIL 2015



BIBLIOTHÈQUE

Cégep de l'Abitibi-Témiscamingue
Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue

Mise en garde

La bibliothèque du Cégep de l'Abitibi-Témiscamingue et de l'Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue a obtenu l'autorisation de l'auteur de ce document afin de diffuser, dans un but non lucratif, une copie de son œuvre dans Depositum, site d'archives numériques, gratuit et accessible à tous.

L'auteur conserve néanmoins ses droits de propriété intellectuelle, dont son droit d'auteur, sur cette œuvre. Il est donc interdit de reproduire ou de publier en totalité ou en partie ce document sans l'autorisation de l'auteur.

Warning

The library of the Cégep de l'Abitibi-Témiscamingue and the Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue obtained the permission of the author to use a copy of this document for non-profit purposes in order to put it in the open archives Depositum, which is free and accessible to all.

The author retains ownership of the copyright on this document. Neither the whole document, nor substantial extracts from it, may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au **Laboratoire de Biomatériaux** de l'Université du Québec en **Abitibi Témiscamingue (UQAT)** dans le cadre des activités la **Chaire Recherche du Canada en Valorisation, Caractérisation et Transformation du bois**.

Je tiens tout d'abord à remercier **Monsieur Ahmed KOUBAA**, Professeur chercheur à l'Université du Québec en **Abitibi Témiscamingue** et Directeur scientifique du **Laboratoire de biomatériaux**, pour la confiance qu'il m'a accordée, pour son soutien et ses encouragements, et pour m'avoir donné l'opportunité de travailler dans le cadre de ce projet.

Je tiens à remercier sincèrement **Monsieur Sébastien MIGNEAULT**, Stagiaire postdoctoral au **Laboratoire de biomatériaux**, pour toute l'aide qui m'a apporté pour me familiariser avec l'équipement du laboratoire et pour son encadrement de ce projet.

Je tiens aussi à remercier tous mes collègues ayant contribué de près ou de loin au projet de maîtrise et plus spécifiquement mes parents, ma famille et mes amis pour leur respect et le support moral, qui contribuent grandement à ma réussite et mon épanouissement personnel.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS	ii
TABLE DES MATIÈRES	iv
LISTE DES FIGURES	vii
LISTE DES TABLEAUX	xi
RÉSUMÉ	xiii
ABSTRACT	xiv
LISTE DES ACRONYMES	xv
INTRODUCTION	1
CHAPITRE I	3
REVUE DE LITTÉRATURE	3
<i>1.1 Les composites bois-polymère</i>	3
1.1.1 Définition et caractéristiques générales :	3
1.1.2 Modes de mise en forme :	4
1.1.3 Domaines d'applications :	6
<i>1.2 Matière première</i> :	7
1.2.1 Matrice polymère :	7
1.2.2 Les fibres de bois :	9
1.2.3. Les nanoparticules :	10
1.2.4 Agents de couplage :	14
<i>1.3 Conséquence de quelques caractéristiques intrinsèques des fibres sur les propriétés des composites bois-polymère</i>	15

1.3.1 Effet de la nature et la composition chimique des fibres	15
1.3.2 Effet de la morphologie des fibres	18
1.3.3 Effet de la teneur en fibres	20
1.3.4 Effet de l'interface et des agents de couplage	22
1.3.5 Effet des nanoadditifs	26
CHAPITRE II :	29
MATÉRIEL ET MÉTHODES	29
2.1. Objectifs	29
2.2. Hypothèses de la recherche	29
2.3. Méthodologie	30
2.4. Matériel.....	30
2.4.1 Préparation des fibres :	30
2.4.2 Plastic et additifs	31
2.5 Méthodes	33
2.5.1 Caractérisation chimique et anatomique des fibres:	33
2.5.1.1 Caractérisation anatomique	33
2.5.1.2 Caractérisation chimique.....	33
2.5.2 Formation des granules et des éprouvettes :	34
2.5.3 Caractérisation des composites bois-polymère :	36
2.5.3.1 Étude des propriétés thermiques.....	37
2.5.3.2 Étude des propriétés rhéologiques.....	39
2.5.3.3 Étude des propriétés mécaniques	43
2.5.3.3.1 Essai de choc IZOD	43

2.5.3.3.2 Essai de traction et de flexion	44
2.5.3.4 Étude des propriétés physiques	47
2.5.3.4.1 Masse volumique	47
2.5.3.4.2 Densité	48
2.5.3.4.3 Teneur en humidité	49
2.5.3.4.4 Absorption d'eau.....	49
CHAPITRE III :	51
RÉSULTATS	51
3.1. Propriétés des fibres:	51
3.2. Propriétés thermiques :.....	52
3.3. Propriétés rhéologiques :	57
3.4. Propriétés physico-mécaniques:	62
3.4.1 Analyse de la variance.....	62
3.4.2 Propriétés mécaniques :.....	63
3.4.3 Propriétés physiques :.....	70
CHAPITRE IV :	73
DISCUSSION	73
4.1. Effet de la teneur en fibres	73
4.2. Effet des nanoparticules.....	75
4.3. Effet de la teneur en Alu C805	78
CONCLUSIONS	80
LISTE DES RÉFÉRENCES	83
ANNEXE A	93

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1:Schéma du principe de fonctionnement d'une extrudeuse (Corbet, 2001).....	4
Figure 1.2: Principe de fonctionnement d'une presse d'injection de plastique (Corbet, 2001).	5
Figure 1.3 : Application du bois-polymère (Kline, 2001).....	7
Figure 1.4:Directions principales d'un tronc d'arbre. (Cloutier, 2005).....	9
Figure 1.5: Différentes structures des composites à base de polymères et argiles (Schubel et al, 2006)	12
Figure 1.6: Structure chimique de la silice et de l'alumine nanométrique (adapté de Roux 2008).....	14
Figure 1.7: Schéma simplifié du PE-g-MA	15
Figure 1.8: Influence de l'espèce sur la résistance à la flexion de composite écorce – plastique (BSB=écorce de sapin noir, TAB= écorce de peuplier tremble) (Yemele et al, 2010).....	16
Figure 1.9 : La variation de la résistance à la traction et du module d'élasticité en traction avec la concentration des fibres de sisal dans le composite; M ₀ – sans fibres; 1–5 – avec 5, 10, 15, 20, et 25 % fibres de sisal sans traitement (Panaitescu et al, 2005).	21
Figure 1.10:Variation de l'élongation à la contrainte maximale (R _m) et à la rupture (R _B) en fonction du taux de fibres pour un composite de cèdre/PEHD (Bouafif et al 2009).....	21
Figure 1.11 : Variation de l'énergie de rupture en fonction du taux de fibres pour un composite cèdre/PEHD (Bouafif et al 2009).	22
Figure 1.12: Observations de fractures à l'interface fibre/polymère (Hugot et al, 2007).	23
Figure 1.13: Propriétés mécaniques de différents composites fibres de bois/PP avec et sans agent de couplage (Beldzki et al, 2003).	24

Figure 1.14: Variation de la résistance à la traction de composites à base de fibres de chanvre. Série M – sans agent de compatibilité; série C – avec agent de compatibilité PPMA (Panaitescu et al, 2007).	25
Figure 1.15 : Variation de la résistance à la traction de composites à base de fibres de chanvre. Série M – sans agent de compatibilité; série C – avec agent de compatibilité PPMA (Panaitescu et al, 2007).	25
Figure 2.1: Protocole expérimentale suivi	30
Figure 2.2: Broyeur à couteaux rotatifs du CTRI.	31
Figure 2.3 : Tamiseur M.S.Tyler et tamis (710 μm ; 150 μm).	31
Figure 2.4 : Extrudeuse bi-vis du laboratoire de biomatériaux de l'UQAT.....	35
Figure 2.5: Broyeur à couteaux rotatifs du laboratoire de biomatériaux de l'UQAT.	35
Figure 2.6: Appareil calorimétrique différentiel à balayage du laboratoire de biomatériaux de l'UQAT.	38
Figure 2.7: Schéma du rhéomètre à couple (Shramm, 1994).....	39
Figure 2.8: Courbe du couple en fonction du temps dans un rhéomètre à couple (Soucy et al, 2006).	40
Figure 2.9: Rhéomètre à couple du laboratoire de biomatériaux de l'UQAT.....	42
Figure 2.10: Dispositif d'essai de choc IZOD du laboratoire de biomatériaux (UQAT).	44
Figure 2.11: Formes des éprouvettes.	46
Figure 3.1: Proportions des quatre classes de longueur des fibres de peuplier mesurées avec la FQA après le broyage.	52
Figure 3.2: Température de fusion et de cristallisation des composites bois-polymère avec différents teneurs en fibres.	53
Figure 3.3 : Courbe du flux de chaleur en fonction de la température pour un composite à 20% de fibres et 1% d'alumine nanométrique.....	54
Figure 3.4: Taux de cristallinité des composites bois-polymère avec différents teneurs en fibres.	55

Figure 3.5: Température de fusion et de cristallisation des composites bois-polymère avec différents types de nanoparticules.....	55
Figure 3.6: Température de fusion et de cristallisation des composites bois-polymère avec différents types de nanoparticules.....	56
Figure 3.7: Température de fusion et de cristallisation des composites bois-polymère avec différentes teneurs en d'alumine (Alu C 805).	56
Figure 3.8: Taux de cristallinité des composites bois-polymère avec différentes teneurs d'alumine (ALU C 805).	57
Figure 3.9: Courbes du rhéomètre à couple pour les composites à différents taux de fibres.....	57
Figure 3.10: Courbes du rhéomètre à couple pour les composites à différents types de nanoparticules.	59
Figure 3.11: Courbes du rhéomètre à couple pour les composites à différents taux d'Alu C805.....	60
Figure 3.12 : Couple à la stabilisation et énergie de transformation des composites bois-polymère avec différents taux de fibres.	60
Figure 3.13 : Couple à la stabilisation des composites bois-polymère avec différents types de nanoparticules.	60
Figure 3.14: Énergie de transformation des composites bois-polymère avec différents types de nanoparticules.	61
Figure 3.15: Couple à la stabilisation et Énergie de transformation des composites bois-polymère avec différents taux d'alumine.	61
Figure 3.16: Modules d'élasticité en flexion et en traction des composites bois-polymère avec différents taux de fibres.	65
Figure 3.17: Module de rupture en flexion et contrainte maximale en traction des composites bois-polymère avec différents taux de fibres.	65
Figure 3.18: Déformations maximales en flexion et en traction et énergie d'impact IZOD des composites bois-polymère avec différents taux de fibres.	66

Figure 3.19: Modules d'élasticité en flexion et en traction des composites bois-polymère avec différents types de nanoparticules.	66
Figure 3.20: Module de rupture en flexion et contrainte maximale en traction des composites bois-polymère avec différents types de nanoparticules.	67
Figure 3.21: Déformations maximales en flexion et en traction et énergie d'impact IZOD des composites bois-polymère avec différents types de nanoparticules.....	67
Figure 3.22: Module d'élasticité en flexion et contrainte en traction des composites bois-polymère avec différentes teneurs de nanoparticules.....	68
Figure 3.23: Module de rupture en flexion et contrainte maximale en traction des composites bois-polymère avec différentes teneurs de nanoparticules.....	69
Figure 3.24 : Déformation maximale en flexion et en traction et énergie d'impact IZOD des composites bois-polymère avec différentes teneurs de nanoparticules.....	69
Figure 3.25: Gonflement massique des composites bois-polymère avec différents taux de fibres.	71
Figure 3.26: Gonflement massique des composites bois-polymère avec différents types de nanoparticules.	72
Figure 3.27: Gonflement massique des composites bois-polymère avec différentes teneurs de nanoparticules.	72

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1 : Avantage des composites bois-polymères.	3
Tableau 1.2: Caractéristiques des nanoparticules de silice et d'alumine	13
Tableau 1.3: Variation des propriétés mécaniques des CBP en fonction du polymère utilisé (Bledzki et al, 1998).	18
Tableau 1.4: Variation des propriétés mécaniques des CBP en fonction de la taille des particules de bois (Julson et al, 2004).	19
Tableau 2.1: les caractéristiques du copolymère PE-g-MA.....	32
Tableau 2.2: Pourcentages pondéraux des composants dans les mélanges élaborés.	34
Tableau 2.3: Paramètres d'extrusion des granules.....	36
Tableau 2.4: Essais normalisés utilisés pour la caractérisation des composites bois- polymère.....	36
Tableau 2.5: Protocole opératoire pour l'essai (DSC).	38
Tableau 2.6: Dimensions (en mm) des éprouvettes selon les normes.	46
Tableau 3.1 : Indices et propriétés chimiques des fibres de peuplier faux-tremble.....	52
Tableau 3.2: Résultats des études de la calorimétrie différentielle à balayage des composites bois-polymères avec des teneurs variables en fibres et différents taux et types de nanoparticules.	53
Tableau 3.3: Propriétés rhéologiques des composites bois-polymères avec des teneurs variables en fibres et différents taux et types de nanoparticules.	58
Tableau 3.4: Résultats des analyses de variance (ANOVA) pour les propriétés mécaniques et physiques.	62
Tableau 3.5: Propriétés en flexion 3 points des composites bois-polymère avec des teneurs variables en fibres et différents taux et types de nanoparticules.	63

Tableau 3.6: Propriétés en traction et énergie d'impact IZOD des composites bois-polymères avec des teneurs variables en fibres et différents taux et types de nanoparticules.	64
Tableau 3.7: Gonflement massique des composites bois-polymère avec des teneurs variables en fibres et différents taux et types de nanoparticules.	70

RÉSUMÉ

L'utilisation des nanoparticules est parmi les approches envisagées pour l'amélioration des propriétés et du comportement en service des composites bois-polymère (CBP). Cependant, l'addition des nanoparticules dans la formulation pourrait entraîner des changements aussi bien dans les paramètres de mise en forme que dans les caractéristiques mécaniques des CBP. Ainsi, l'objectif de cette étude est de cerner l'effet de l'incorporation des nanoparticules sur les propriétés rhéologiques, mécaniques, physiques et thermiques des composites à base de polyéthylène haute densité et fibres de bois. Les granules utilisées lors des essais sont le produit d'une opération d'extrusion réalisée sur des mélanges selon un dispositif factoriel 3^3 ou les facteurs sont la proportion de bois de peuplier faux-tremble (20 %, 30 %, 40 %), le type de nanoparticules (Alumine, Silice, Montmorillonite) et le taux massique de nanoparticules (1 %, 3 %, 5 %). Le polyéthylène greffé à l'anhydride maléique a été utilisé comme agent de couplage à raison de 3 % dans chaque formulation. Le rhéomètre à couple nous a permis d'étudier les propriétés de fusion des différentes granules élaborées. Les éprouvettes d'essais, obtenues par injection ont servi à étudier les propriétés physiques et mécaniques. Les propriétés thermiques des différentes granules ont été étudiées par calorimétrie différentielle à balayage. Les résultats ont montré, que contrairement aux fibres qui accroissent le couple à la stabilité ainsi que l'énergie de malaxage, les nanoparticules à eux réduisent considérablement ces paramètres. L'alumine s'est montrée la nanoparticule la plus active pour agir sur les propriétés rhéologiques et cela à raison de 5 %. Les nanoparticules hydrophobes (Alumine et silice) sont responsables de la dégradation, propriétés physiques et mécaniques. Quant à l'effet du taux de fibres et de nanoparticules sur les propriétés thermiques, les résultats ont montré qu'ils avaient un effet significatif, mais instable sur les composites bois-polymère.

ABSTRACT

The use of nanoparticles is among the proposed approaches for improving the properties and service behaviour of wood-polymer composites (CBP). However, the addition of nanoparticles in the formulation could result in changes in both shaping parameters and in the mechanical characteristics of CBP. Thus, the objective of this study was to determine the effect of the incorporation of nanoparticles on the rheological, mechanical, physical and thermal properties of high density / polyethylene wood fiber composites. The pellets used in the tests are produced by extrusion according to a 3³factorial experimental design where the factors are the proportion of wood fibers (20%, 30%, 40%), the type of nanoparticles (alumina, silica, montmorillonite) and the nanoparticles proportion (1%, 3%, 5%). For each formulation, 3% wt of polyethylene grafted with maleic anhydride was used as a coupling agent. The torque rheometer experiments were conducted to study the melting properties of the different studied formulations. The test specimens obtained by injection molding were used to study the composites physical and mechanical properties. The thermal properties of the composites were investigated by differential scanning calorimetry. The results showed that the nanoparticles decrease the torque stability and mixing energy. Alumina was the most active nanoparticle in influencing the rheological properties 5% rate. The hydrophobic nanoparticles are responsible for the degradation of the physical and mechanical properties. Fiber and nanoparticles proportions showed significant effect, but unstable on the thermal properties of WPC.

LISTE DES ACRONYMES

Aerosil R805 : Silice hydrophobe fumée et traité avec l'octylsilane

Aeroxide Alu C805 : Oxyde d'aluminium fumé et traité à l'octylsilane

Al : Aluminium

BSB : Composite d'écorce de sapin noir

C : Carbone

Ca : Calcium

CBP : Composite bois polymère

DSC : Calométrie différentielle à balayage

Fe : Fer

H₂O : Eau

MA : Anhydride maléique

MEB : Microscope électronique à balayage

Mg : Magnesium

Na : Sodium

O : Oxygène

O₂ : Dioxygène

OH : Hydroxyle

PE : Polyéthylène

PEHD : Polyéthylène haute densité

PEMA ou PEgMA : Polyéthylène greffé à l'anhydride maléique

PP : Polypropylène

PPMA ou PPgMA : Polypropylène greffé à l'anhydride maléique

PVC : Polychlorure de vinyle

Si : Silicium

TAB : Composite d'écorce de peuplier Tremble

WPC : Wood plastic composite

INTRODUCTION

L'incorporation des fibres végétales comme renfort dans une matrice de polymère ne représente pas une innovation, mais dans des conditions où le recours à des ressources renouvelables tend à devenir une priorité, celles-ci sont désormais considérées comme une voie prometteuse et encourageante. En effet, les composites renforcés par des fibres naturelles sont aujourd'hui une réalité dans l'industrie de la plasturgie. Les fibres naturelles sont mises en avant pour des raisons environnementales, économiques et esthétiques : elles sont issues de ressources renouvelables, elles réduisent l'abrasion des outillages (en comparaison avec les fibres minérales), elles sont moins irritantes pour la peau et le système respiratoire des personnes qui les manipulent. En outre, leur densité est plus faible que les fibres minérales.

Pour les diverses applications actuelles auxquelles ces matériaux sont destinés (matériaux de construction, véhicules automobiles, infrastructure et applications marines, produits industriels et de consommation, etc.), cela représente une réduction de poids et un gain d'argent et par conséquent un allègement qui doit être pris en considération dans la promotion et le développement de ce type de composites dans les divers secteurs d'activités. Cela dit, l'addition du bois entraîne quelques effets secondaires. Le bois augmente le caractère hydrophile du mélange et rend ainsi le matériau final un peu vulnérable à l'humidité, mais également le pouvoir renforçant du bois rend le matériau beaucoup plus visqueux ce qui limite les techniques de sa mise en forme. Même si d'autres études ont montré que l'ajout des fibres augmente la rigidité dans le cas du bois-polymère, cela pourrait être optimisé si on arrive à combler les vides présents entre les fibres et les macromolécules du polymère. Finalement, malgré les nombreux avantages qu'offrent ces matériaux, on a remarqué que ces derniers sont exclus de quelques secteurs d'activités à cause de leur

température de fusion relativement basse. Toutefois, les effets de l'incorporation des nanoparticules, plus spécifiquement d'origine minérale, sur les CBP ont été négligés malgré les résultats intéressants qu'elles ont dévoilés lorsqu'on les mélange avec du polyéthylène haute densité (PEHD). En effet, celles-ci, lorsqu'elles sont incorporées à faibles quantités, affectent les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermiques du polymère. Ceci est bien évidemment dû à leur grand pouvoir de dispersion ainsi qu'à leur anisotropie. Dans le cas des composites bois-polymère, les nanoparticules permettent d'augmenter la rigidité qu'a perdue le matériau lors de l'ajout de la matrice polymère. C'est sur cette base que cette recherche a été fondée, celle-ci vise à combiner notre savoir sur les nanocharges minérales et les thermoplastiques afin d'aboutir à un composite qui réunit les avantages des deux matériaux à savoir une rigidité accrue et une ductilité amoindrie. Cette étude a également pour objectif d'estimer l'effet de ces nanoparticules sur les propriétés thermiques, rhéologiques et physiques sur les composites bois-polymère.

CHAPITRE I

REVUE DE LITTÉRATURE

1.1 Les composites bois-polymère

1.1.1 Définition et caractéristiques générales :

Un matériau composite est le produit d'au moins deux matériaux adhérents dont les qualités respectives forment un matériau avec des performances globales améliorées (Albouy, 2013). Les composites bois-polymère (CBP), aussi connus sous le nom de bois plastique ou « *Wood Plastic Composite* » (WPC), sont constitués d'une matrice polymère et de renfort généralement sous forme fibreuse, afin d'obtenir un assemblage ayant l'apparence du bois et les propriétés du plastique en milieu humide (Bourai, 2010). Cependant, l'émergence remarquable des produits à base de bois polymère tient son succès à partir des multiples avantages que celui-ci possède tel que résumés au Tableau 1.1.

Tableau 1.1 : Avantage des composites bois-polymères (CRIQ, 2003).

Avantages par rapport aux produits composés entièrement de polymère armé de fibre de verre ou de minéraux	Avantages par rapport au bois traité et non traité
<ul style="list-style-type: none">• Plus léger (moins dense)• Moins couteux• Meilleure résistance mécanique• Meilleure résistance à l'impact• Meilleure résistance au fluage• Coefficient d'expansion plus bas que les produits 100 % polymère• Possibilité d'extrusion en une phase.	<ul style="list-style-type: none">• Plus résistant à l'humidité• Plus résistant aux champignons et aux termites• Plus grande stabilité dimensionnelle• Pas de fendillement, pas de gauchissement et pas d'échardes• Produit vert (recyclé et recyclable)

1.1.2 Modes de mise en forme :

L'industrie du bois-plastique a développé plusieurs procédés pour la fabrication d'articles à base de ces matériaux composites. Parmi lesquels on peut citer :

❖ L'extrusion :

C'est une technique de transformation des thermoplastiques qui permet d'obtenir des objets finis ou semi-finis, par un processus technologique continu. Indépendamment du principe de fonctionnement, chaque extrudeuse accomplit trois actions principales :

- Transporte la matière le long du cylindre du point d'alimentation à la filière
- Plastifie la matière première grâce à un malaxage et/ou à la chaleur apportée de l'extérieur,
- Augmente progressivement la pression de la matière et la force à passer par une filière qui lui confère la forme désirée. La section est ensuite solidifiée par refroidissement (RECORD, 2003)

La figure 1.1 illustre le principe de fonctionnement d'une extrudeuse mono vis:

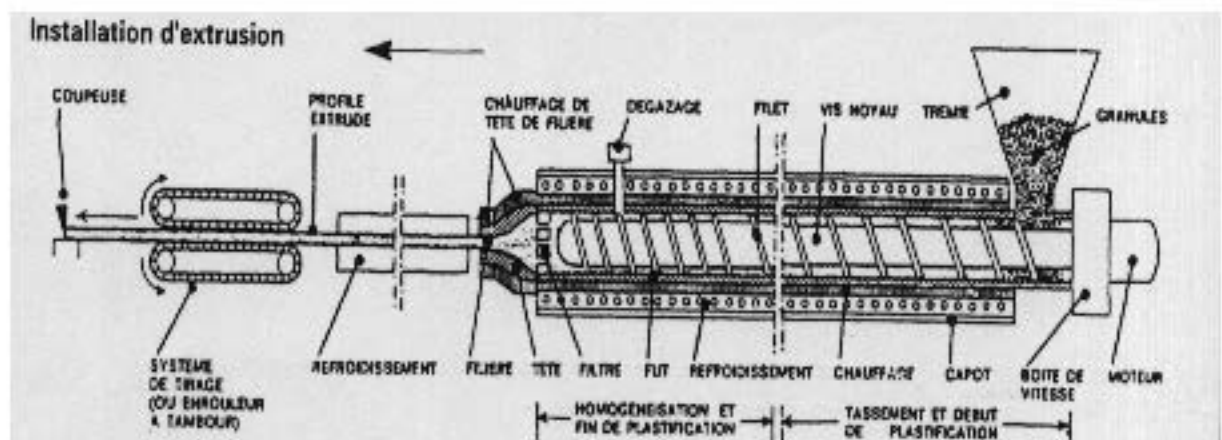


Figure 1.1: Schéma du principe de fonctionnement d'une extrudeuse (Corbet, 2001)

Ainsi, le choix du matériel concernant la vis, c'est-à-dire sa longueur, son rapport L/D , son profil et son taux de compression, le système d'alimentation, le type d'extrudeuse (mono vis, bi-vis), sa puissance, la tête de la filière, l'équipement de contrôle et l'équipement de réception influencent directement le type et la qualité du produit final (Choulak, 2002).

On utilise généralement ce procédé dans le cas du CBP pour extruder des granulés de diamètres moyens entre 2 mm et 5 mm (Trotignon et al, 1996) qui seront ensuite utilisés pour alimenter une presse à injection, une extrudeuse ou une presse de thermoconsolidation.

❖ L'injection

Le moulage par injection est une technique de fabrication semi-continue de pièces de grande ou très grande série. Celle-ci constitue le principal procédé de transformation des matières plastiques ainsi que des composites à matrice thermoplastique. Elle consiste à ramollir la résine généralement introduite sous forme de granulés puis les injecter sous forte pression à travers d'une buse dans la cavité du moule. Cette méthode sert essentiellement à produire des pièces finies et complexes. Le principe du procédé du moulage par injection est illustré dans la figure 1.2 (Corbet, 2001).

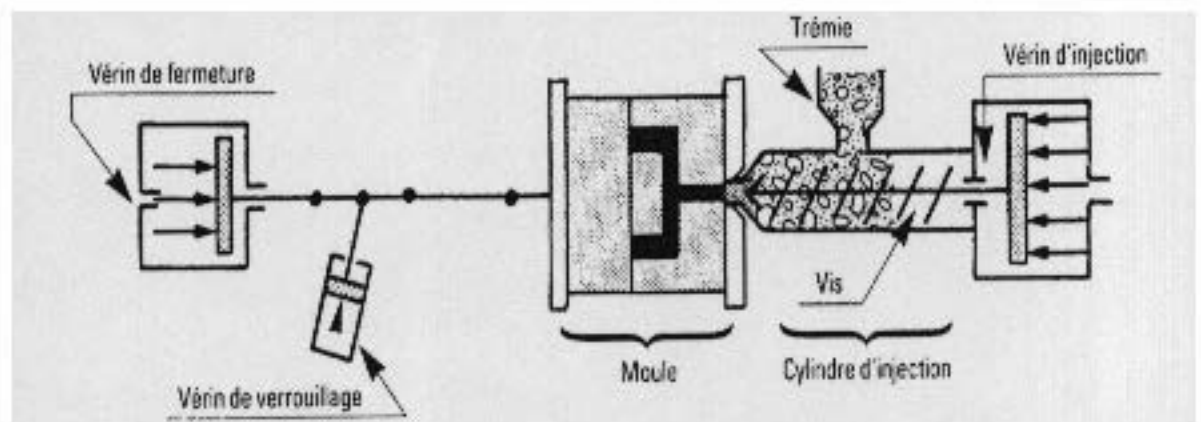


Figure 1.2 : Principe de fonctionnement d'une presse d'injection de plastique (Corbet, 2001).

On peut donc répartir le fonctionnement de la presse d'injection en 7 étapes :

- L'alimentation de la presse qui consiste à introduire les granulés dans la vis à travers la trémie.
- La plastification de la matière à l'état fondu sous l'effet de la température et du cisaillement.
- L'homogénéisation et dosage du mélange par recul de la vis.
- L'avance de la vis et injection du mélange dans le moule sous haute pression.
- Le refroidissement du moule.
- L'ouverture du moule et éjection de la pièce.
- La fermeture du moule et démarrage d'un nouveau cycle.

L'industrie du bois-polymère utilise aussi d'autres techniques pour la mise en forme de ces composites tels que :

- La thermoconsolidation
- L'imprégnation
- Le thermoformage
- Le calandrage
- La pultrusion
- Le rotomoulage
- Le moulage par compression

Ces différents procédés ne sont pas seulement conçus en fonction des propriétés physico-chimiques du polymère, mais aussi des caractéristiques recherchées pour le produit final (Agassant et al, 1996).

1.1.3 Domaines d'applications :

Le bois-polymère est essentiellement utilisé dans les quatre principaux secteurs suivants:

- Les matériaux de construction ;
- Les produits industriels et de consommation ;

- Les véhicules automobiles ;
- L'infrastructure et les applications marines.

On peut voir sur la figure 1.3 la proportion d'usage pour chaque domaine d'utilisation (Kline, 2001).

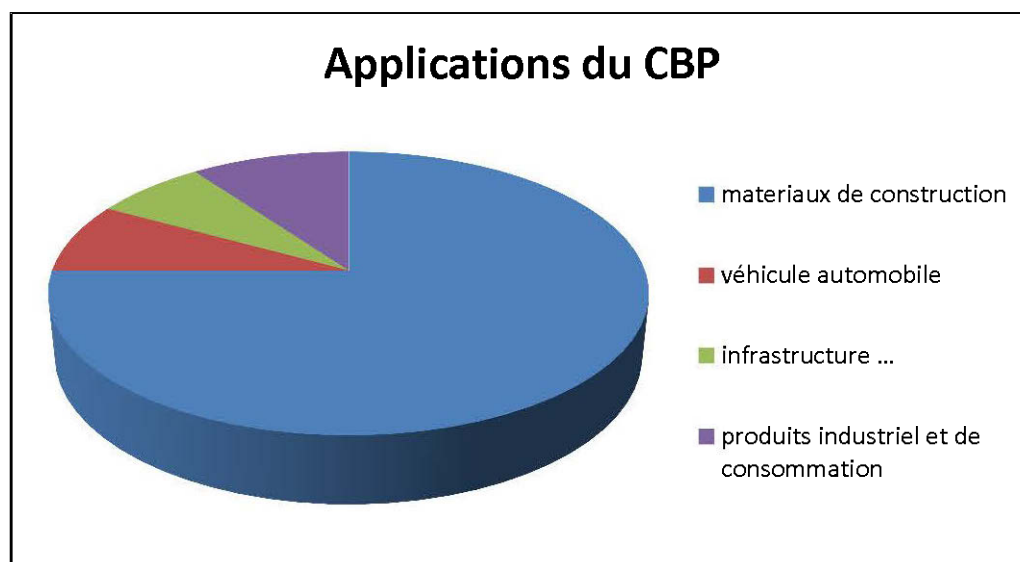


Figure 1.3 : Applications des composites bois-polymère (CBP) (Kline, 2001)

Cependant cette dernière décennie le marché américain des composites bois-polymères s'est plus dirigé vers les infrastructures d'extérieurs tels que les terrasses, les rampes et les meubles de jardins.

1.2. Matière première :

1.2.1 Matrice polymère :

Les polymères sont des matériaux constitués de molécules de grande dimension (macromolécules) construites par la répétition d'un motif nommé monomère. Un polymère peut être naturel ou obtenu par modification chimique d'un polymère naturel, mais il peut aussi être entièrement synthétisé par voie chimique par une réaction dite de « polymérisation ». Si l'on incorpore un produit à ce polymère, on

sera en présence d'un polymère dit « additif », dont la structure va se trouver modifiée avec le temps (Galez, 2011).

Les polymères sont souvent classés d'après leurs propriétés thermodynamiques en trois types (Fontanille et Vairon, 1994) :

Les thermoplastiques: ces matériaux ont le pouvoir de conserver leurs propriétés même après une opération de fusion et solidification, de plus leurs recyclages sont commodes. Le polymère est constitué par un ensemble de macromolécules linéaires reliées entre elles par de faibles liaisons susceptibles de se rompre sous l'effet de la chaleur ou de fortes contraintes, elles peuvent alors glisser les unes par rapport aux autres pour changer ainsi de répartition spatiale et prendre une forme différente.

Les thermodurcissables: ces matériaux dont les chaînes de départ sont moins longues et plus réactives que les chaînes du thermoplastique subissent une réaction chimique lors de leurs transformations donnant ainsi des structures tridimensionnelles assez rigides.

Les élastomères: dotée des mêmes propriétés élastiques que le caoutchouc, cette catégorie de polymères est constituée de chaînes moléculaires longues repliées sur elles-mêmes, capables de se déformer sous l'effet d'une contrainte.

Lors des expériences qu'on réalisera pour notre recherche, on aura recours au polyéthylène haute densité généralement utilisée sous cette notation « PEHD ». On appelle commercialement polyéthylène la famille des homopolymères de l'éthylène et des copolymères avec d'autres oléfines linéaires (butène, hexène, octène) et plus rarement avec le propylène et le 4- méthyle pentène-1 (Farhi et al, 2006). On peut classer les polyéthylènes en plusieurs familles dépendamment de leurs masses volumiques ou/et leurs systèmes de catalyse et de branchements. Sa facilité de recyclage; la non-toxicité de sa combustion et les propriétés acceptables qu'il garde après récupération font du polyéthylène le polymère le plus utilisé.

Cette polyoléfine est un polymère thermoplastique de grande diffusion et une structure semi-cristalline utilisée la plupart du temps sous forme de poudre ou de granules lors de l'élaboration des composites bois-polymère.

1.2.2 Les fibres de bois :

Le bois est un matériau anisotrope, hygroscopique et hétérogène qui ne dispose pas des mêmes propriétés mécaniques dans les trois directions à savoir : la direction longitudinale (L), la direction tangentielle (T) et la direction radiale (R) (Bowyer et Haygreen, 1982). Cela dit, celui-ci reste apprécié pour ses autres caractéristiques telles que son pouvoir calorifique, son abondance en produits chimiques et sa résistance importante dans le sens longitudinal (Prat, 2005). La figure 1.4 illustre les trois principales directions d'un tronc d'arbre.

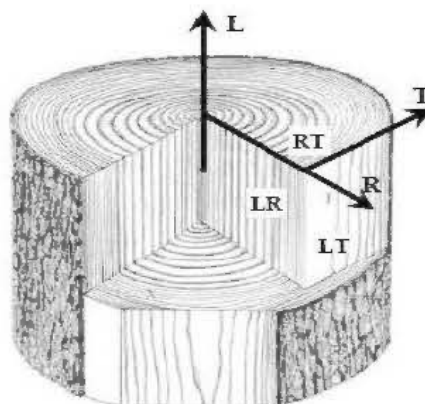


Figure 1.4: Directions principales d'un tronc d'arbre. (Cloutier, 2005)

En outre, la variabilité morphologique et chimique des différentes variétés de bois rend l'utilisation de celui-ci plus complexe. Effectivement, celui-ci comme tout être vivant est composé de cellules sauf que ceux de l'arbre sont repartis dans le sens longitudinal de sa croissance. On peut énumérer trois types de cellules : les fibres, qui représentent les cellules structurales du bois avec leurs ratios longueur/diamètre assez important; les vaisseaux, qui sont caractérisés par un grand diamètre dont la fonction

principale est de transporter l'eau et enfin les parenchymes qui servent essentiellement à emmagasiner les nutriments.

Le bois est généralement classé en deux sous-groupes, plus connu sous le nom de résineux et de feuillus. Les feuillus qui sont plus évolués que les résineux sont caractérisés par une structure plus complexe, des cellules plus spécialisées et des plans ligneux plus variés. Quant à la conduction de la sève et le support mécanique ceux-là sont assurés par les vaisseaux et les fibres ligneuses contrairement aux résineux dans lesquels les trachéides constituent 90 % du volume. Avec cette variété de bois, c'est eux qui fournissent le support mécanique nécessaire à l'arbre et contribuent également au transport des fluides (Bodig et Jayne, 1993).

Le bois est un matériau triphasé composé de trois polymères de base. Les proportions ainsi que la disposition de la cellulose, l'hémicellulose et la lignine au sein de la structure du bois font de lui le composite organique le plus primitif (Harrington, 1998). Ces macromolécules présentes dans les parois cellulaires du bois occupent 95 % du volume total réparti comme suit : 40 à 50 % pour la cellulose, 15 à 30 % pour la lignine et 10 à 30 % pour les hémicelluloses (Sjostrom, 1993).

1.2.3. Les nanoparticules :

On désigne par nanoparticules toute charge dont la dimension est inférieure à 100 nanomètres et qui vont, une fois introduites dans une matrice, apporter des propriétés particulières au matériau (Blake, 2001). Un nouveau regard est porté aujourd'hui envers ce genre de matériaux, car de nombreuses études ont démontré auparavant les liens très intimes entre la matrice et le renfort qui pourraient être engendré par l'incorporation de ces additifs.

Les nanoparticules sont surtout caractérisées par une surface interfaciale importante associée à des dimensions nanométriques. Ces surfaces spécifiques peuvent atteindre des valeurs comprises entre 500 et 1000 m²/g pour certaines particules ce qui leur permet un contact interfacial avec la quasi-totalité des chaînes macromoléculaires ainsi que des fibres présentes dans le mélange. C'est en opérant de cette manière

qu'elles limitent le nombre de conformations spatiales qui agissent ainsi sur la mobilité moléculaire et les transitions thermiques.

Lors des essais qu'on effectuera, on utilisera pour la préparation de nos mélanges 3 types de nanoparticules avec des proportions de 1 %, 3 % et 5 %.

a) **Garamite** : Montmorillonite modifiée avec l'ammonium quaternaire

Cette nanoparticule appartient à la famille des phyllosilicates et est constituée de 80 % de Sépiolite et de 20 % de Saponite caractérisée par la nomenclature suivante :

- Sépiolite : $Mg_4Si_6O_{15}(OH)_2 \cdot 6H_2O$
- Saponite : $Ca_{0.25}(Mg Fe)_3((Si Al)_4O_{10})(OH)_2 n(H_2O)$

Les phyllosilicates sont considérés comme étant des minéraux argileux, constitués le plus souvent d'un empilement de feuillets de silicates d'alumines hydratés dont la structure est formée par une superposition de couches tétraédriques et de couches octaédriques. Les couches tétraédriques sont générées par deux plans empilés: un plan, dit basal, constitué uniquement d'ions O_2 et un autre plan, dit compact, composé d'ions O_2 et OH^- disposés de manière jointive. Les tétraèdres sont formés par trois oxygènes appartenant au plan basal et par un oxygène du plan compact. Entre ces quatre oxygènes, il existe une cavité vide occupée par un petit cation, le plus souvent du silicium Si^{4+} . Les couches octaédriques sont formées par deux plans compacts d'ions oxygène et/ou hydroxyles. Dans les sites vacants, laissés entre six O_2 et/ou OH^- , se place un cation (le plus souvent Al^{3+}) (Mering and Pedro, 1969). Ces éléments s'organisent de façon à former un empilement de couches tétraédriques et octaédriques dont le nombre détermine l'épaisseur du feuillet. L'espace entre deux feuillets parallèles est appelé espace interfoliaire (Caillère et al, 1989). La substitution de l'ion Al^{3+} par l'ion Mg^{2+} donne lieu à un déficit de charge en surface du feuillet, d'où la présence de cations interfoliaires pour le compenser. En échangeant ces cations par des surfactants comportant un site ammonium quaternaire, il est possible

de modifier la distance interfoliaire et traiter la charge de façon à la rendre plus compatible avec le polymère.

La Cloisite® 10A est issue de la modification de la montmorillonite où l'ion sodium Na^+ a été remplacé par un ammonium quaternaire possédant des groupements méthyle benzyle dihydrogéné (Pinnavaia, 1983).

Lors de l'élaboration d'un composite à base de polymères et d'argiles on pourrait s'attendre à avoir les 3 structures suivantes (Figure 1.5) :

- composite conventionnel dans lequel on assiste à une non-insertion du polymère entre les feuillets et où ces derniers restent sous la forme d'agrégats dans la matrice (appelé aussi tactoïdes). Dans ce cas, l'ajout d'une charge argileuse joue un rôle négligeable.
- Nanocomposite intercalé, dans lequel la matrice polymère est enchevêtrée entre les feuillets ce qui se traduit par une augmentation de la distance interfoliaire tout en gardant la conformité de l'empilement des feuillets.
- Nanocomposite exfolié, dans lequel on assiste à une dispersion totale des feuillets de la charge argileuse au sein de la matrice polymère.

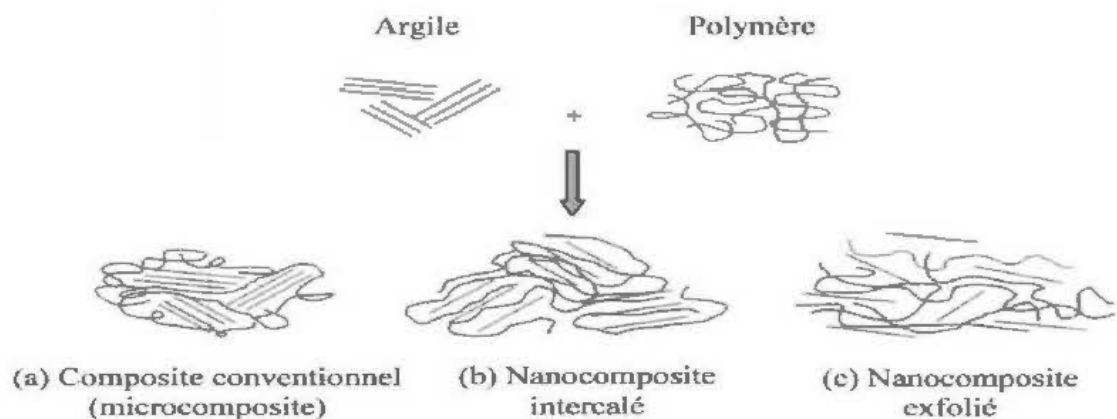


Figure 1.5: Différentes structures des composites à base de polymères et argiles (Schubel et al, 2006)

Or, en connaissant le caractère hydrophile de cette nanoargile, on pourrait s'attendre à ce qu'il existe une certaine incompatibilité des surfaces avec le polymère, d'où la

nécessité d'ajouter un compatibilisant. Dans cette thématique Reichert et al, (2000) ont démontré que le taux de greffage et la teneur de compatibilisant sont des éléments déterminants pour aboutir à l'exfoliation. Cette étude est venue soutenir la thèse de Kato et al, (1997) dans laquelle ils ont constaté que plus la teneur en compatibilisant augmente, plus on aura tendance à atteindre l'exfoliation, d'où une meilleure dispersion et moins d'agglomération.

b) Aerosil R805 et Aeroxide Alu C805

Ces deux types de nanoparticules d'origine minérale ont une forme sphérique contrairement à la garrinite qui, à l'échelle nanoscopique, se présente sous forme de feuillet. On utilise généralement des codes ou des abréviations pour identifier ce type de nanocharges, mais ceux-ci sont plus connus sous l'appellation suivante :

- Aerosil R805 : Silice nanométrique hydrophobe fumée et traité avec l'octylsilane.
- Aeroxide Alu C805 : Oxyde d'aluminium nanométrique fumé et traité à l'octylsilane.

Le tableau ci-dessous nous donne quelques caractéristiques sur les nanoparticules utilisées.

Tableau 1.2: Caractéristiques des nanoparticules de silice et d'alumine.

	Silice nanométrique	Alumine nanométrique
Taille primaire (nm)	12	13
Surface spécifique (m²/g)	150	100
pH	3,5-5,5	-
Teneur en carbone (% poids)	4,5-6,5	-

Le caractère hydrophobe réduit la tendance à former de gros agglomérats stables ce qui permettrait en d'autres termes une meilleure dispersion des nanoparticules dans le mélange. De même, ces nanocharges ne peuvent se lier au plastique ni au bois sans l'intervention d'un agent de couplage. À partir de la figure 1.6, nous pourrions avoir

un aperçu sur la structure des nanoparticules utilisées, mais aussi sur le rôle joué par l'agent de couplage afin d'assurer un pont entre la nanocharge et les fibres.

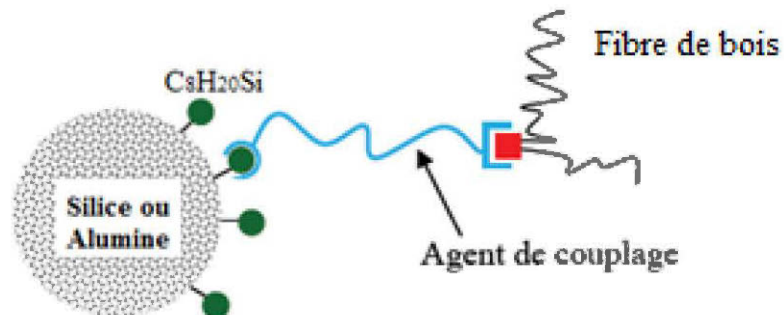


Figure 1.6: Structure chimique de la silice et de l'alumine nanométriques (adapté de Roux 2008)

1.2.4 Agents de couplage :

Les agents de couplage (promoteurs d'adhésion, agents interfaciaux, agents de pontage ou comptabilisant...) sont généralement utilisés dans les mélanges bois-polymère pour assurer l'adhésion entre les fibres hydrophiles et polaires du bois et les macromolécules hydrophobes et apolaires du polymère (Sreekala et al, 2001). Ils procurent aussi une dispersion homogène des fibres de bois dans la matrice polymère (Wolcott et al, 2001).

Les anhydrides possèdent deux groupes fonctionnels. Les deux groupes carboxyles (-COO-) peuvent se lier à la fibre de bois par estérification ou liaison hydrogène. L'anhydride maléique (MA), quant à lui, contient, en plus des carboxyles, une double liaison carbone-carbone (C=C). Ceci permet d'augmenter grandement la réactivité à la greffe de la liaison double carbone via un initiateur. La taille réduite de la chaîne moléculaire du MA atténue les améliorations d'adhésion et conduit à son utilisation dans des copolymères greffés (Michaud, 2003). De nos jours, le couplage grâce à l'anhydride maléique greffé au polymère est essentiellement utilisé dans les

composites à base de fibres. En effet, ce copolymère intermédiaire modifie non seulement la surface des fibres, mais aussi celle de la matrice polymère pour obtenir une meilleure liaison interfaciale qui améliorerait entre autres les propriétés mécaniques de ces composites (Faruk et al, 2012). La figure 1.7 présente une reproduction simplifiée du PE-g-MA (agent tensioactif aliphatique polaire, avec une tête hydrophile et une queue hydrophobe, contenant 1 % d'anhydride succinique).

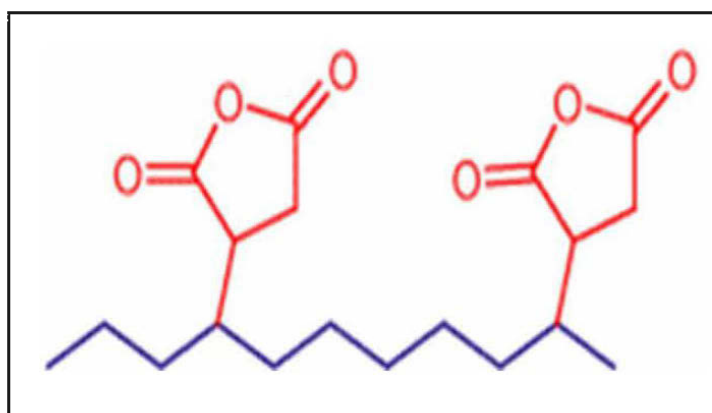


Figure 1.7: Schéma simplifié du PE-g-MA

Les recherches ont montré que le taux d'agents promoteurs d'adhésion doit être égal à 3 % de la concentration massique totale pour donner les performances optimales. Il existe néanmoins plusieurs autres traitements qu'on utilise de nos jours afin d'assurer la compatibilisation entre les fibres de bois et les différents types de polymères. On trouve parmi eux l'acétylation ainsi que le traitement aux Silanes ou aux alcalins ou même aux enzymes. Cependant, d'autres études sont en cours pour trouver de nouveaux types de compatibilisant plus performants et procurant une meilleure adhésion entre les deux matières premières.

1.3 Conséquence de quelques caractéristiques intrinsèques des fibres sur les propriétés des composites bois-polymère

1.3.1 Effet de la nature et la composition chimique des fibres

La nature des fibres indique leur origine (essence de bois, feuilles, écorces, branches, fibres recyclées) et les procédés de défibrage dont elles sont issues. Il fut démontré

dans plusieurs études que la nature des fibres influence les propriétés des CBP. Li et al (2004) ont rapporté d'après des études sur le comportement rhéologiques sur des composites (CBP) avec différentes espèces de bois que les caractéristiques de fusion du mélange à savoir le couple à la stabilité et la température de fusion ne dépendent pas de la nature de bois utilisé. Les propriétés mécaniques des composites bois/polymère sont étroitement liées à l'orientation, la taille, le taux et la nature des fibres et/ou des particules de bois. C'est dans ce contexte que Yemele et al, (2010) ont orienté leurs prospections afin d'étudier l'effet des fibres de bois et de l'écorce de l'épinette noire et du peuplier faux-tremble sur les propriétés mécaniques du composite bois-polymère. Ainsi, il a été démontré d'après la figure 1.8 illustrant les essais de traction et de flexion que le composite d'écorce de l'épinette noire (BSB) est plus rigide que celui du composite d'écorce de peuplier tremble (TAB). Malgré un comportement moins ductile, les courbes de la figure 1.8 dévoilent un domaine linéaire plus large du BSB par rapport à celui de TAB, ce qui permet d'affirmer que le BSB présente globalement des propriétés mécaniques plus élevées que celles du TAB.

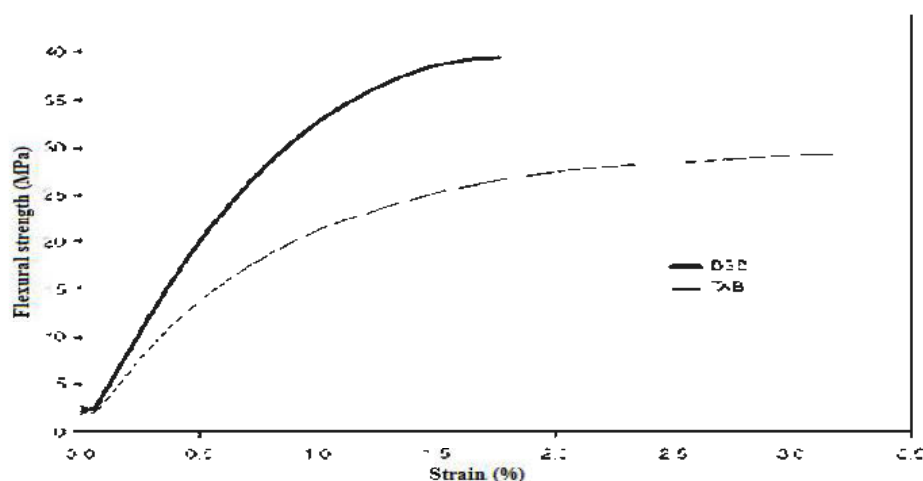


Figure 1.8: Influence de l'espèce sur la résistance à la flexion de composite écorce – plastique (BSB=écorce de sapin noir, TAB= écorce de peuplier tremble) (Yemele et al, 2010).

Bouafif et al (2008) ont trouvé une corrélation entre le taux de cellulose présent dans l'espèce du bois et la résistance mécanique du composite qu'elle engendre. Ils ont également expliqué ces résultats par le fait que la cellulose représente le composant structural de la paroi cellulaire du bois et que plus l'espèce contient de la cellulose plus elle détient des groupements hydroxyles à la surface, nécessaire à la réaction d'estérification avec l'agent de couplage (MAPE).

Migneault et al, (2014) ont comparé les propriétés des composites issues de différents types de fibres. Ils ont conclu que les composites provenant des boues de désencrages donnent les meilleurs mélanges en terme de résistance à l'impact. Cette étude vient confirmer celle de Dubnikova et al, (2004) qui mentionne que ces résultats sont dus aux taux élevés de contaminants à base de matière minérale présents dans les boues et que ce sont ces petites particules inorganiques qui procurent au mélange une pareille ténacité. Bouafif et al, (2009) ont élaboré des composites à base d'écorce qui étaient plus résistants à l'eau comparativement aux composites bois-polymère issus de fibres de bois. Ils ont aussi expliqué que ces résultats sont causés par l'ajout de l'écorce qui peut contenir différents composants tels que la lignine et les extractibles en quantités élevées ce qui augmente l'hydrophobicité du mélange. Même si on a montré précédemment que la nature des fibres lignocellulosiques avait un effet remarquable sur les propriétés du composite on ne peut pas nier d'autre part le rôle que joue le type de polymère. En effet, les propriétés des polymères couramment utilisés dans la production des CBP sont différentes, et par conséquent, la matrice n'apporte pas les mêmes performances, qu'il s'agisse de polyéthylène haute densité, basse densité, de polypropylène rigide ou souple ou de PVC, etc. Le tableau 1.3 donne une idée sur les variations des propriétés mécaniques dues à la matrice. Effectivement, le choix du polymère est important, car il influe sur les modifications d'interface et agit ainsi directement sur les propriétés du composite élaboré.

Tableau 1.3: Variation des propriétés mécaniques des CBP en fonction du polymère utilisé (Bledzki et al, 1998).

Composite	Proportions (%)	E_{Flexion} (GPa)	σ_{Flexion} (MPa)	E_{Traction} (GPa)	σ_{Traction} (MPa)
Bois/PP	55/45	2,3	41,2	2,6	21,4
Bois/PE	55/45	2,3	28,4	2,4	16,2
Bois/PVC souple	50/50	0,5	14,5	0,5	7,1
Bois/PVC souple/PVC rigide	50/25/25	2,7	40	2,6	21,9

1.3.2 Effet de la morphologie des fibres

Il est vrai que, pour une proportion massique identique de fibres, la variation de leur taille influencera les effets de surface par rapport aux effets de volume dans un produit composite. Dans ce contexte, plusieurs études ont été réalisées afin d'affirmer cette hypothèse. Li et Wolcott, (2005) ont suggéré suite à leurs études sur le rhéomètre capillaire que la taille des fibres n'influe pas significativement la viscosité. Cependant, Migneault et al (2008) sont venus confirmer que plus la taille des fibres est petite plus on aura une diminution du couple ainsi que de l'énergie mécanique par rapport aux fibres longues. Matuana et Kim, (2007) qui travaillaient sur les composites à base de bois/PVC ont également conclu que les fines particules (60 mesh) sont plus faciles à mélanger à la matrice que les particules grossières (20 mesh) lors d'un procédé d'extrusion. En effet, Stark (1999) a confirmé auparavant que la réduction de la taille des fibres favorise l'écoulement du mélange « bois-polymère » et augmente entre autres le retrait au moulage. Sauf que des recherches effectuées par Yam et al, (1990) ont conclu que les propriétés mécaniques des CBP en traction ne sont influencées ni par la dispersion ni par la taille des fibres. Mais qu'il y avait incontestablement une relation entre le procédé d'extrusion et la longueur des fibres, et particulièrement que la longueur finale des fibres dans le composite dépendait des paramètres d'extrusion. En effet, l'opération d'extrusion augmente considérablement la dispersion des fibres dans la matrice en les brisant et en réduisant le ratio L/D. D'un autre côté, Julson et al (2004) ont estimé les propriétés

mécaniques (flexion, traction, résilience) de CBP moulé par injection avec différentes proportions et tailles de farine de bois (40, 60, 80 mailles). Le tableau 1.4 montre que l'augmentation de la taille des fibres entraîne une diminution de la résilience. Cependant, cette étude n'a pas permis de faire des liens entre la taille des particules de bois et les propriétés en traction et en flexion des CBP comme le montre le tableau 1.4.

Tableau 1.4: Variation des propriétés mécaniques des CBP en fonction de la taille des particules de bois (Julson et al, 2004).

Type de charge	Granulométrie	Flexion		Traction		Résilience IZOD
		MOE (GPa)	MOR (MPa)	MOE (GPa)	MOR (MPa)	Non entaillé (J/m)
20 % Pins	40 Mesh	0,75	29,12	0,7	21,36	94,51
	60 Mesh	0,83	30,67	0,71	22,39	110,13
	80 Mesh	0,74	28,44	0,71	21,1	116,03
30 % Pins	40 Mesh	1,04	31,59	0,85	20,59	46,07
	60 Mesh	1,2	33,81	0,98	22,75	55,41
	80 Mesh	1,02	31,45	0,9	20,64	64,57

Bouafif et al, (2009) a ajouté que l'incorporation de particule de bois ayant un ratio L/D élevé augmente la rigidité du matériau au dépend de l'énergie de rupture. Cette étude vient appuyer celle réalisée par Migneault et al, (2008) qui suggère qu'en maintenant un diamètre constant, l'augmentation de la longueur des fibres nous procurerait des composites avec de meilleur module d'élasticité et contraintes à la rupture.

Quant aux propriétés physiques du composite, Steckel et al, (2006) ont pu constater que l'absorption et la diffusion d'eau étaient en effet influencées par la morphologie des fibres et que celle-ci augmente avec la taille des particules de bois. Contrairement à la farine du bois, les fibres avaient un pouvoir renforçant en améliorant la rigidité du matériau et son comportement au fluage.

1.3.3 Effet de la teneur en fibres

La proportion des fibres est sans aucun doute le paramètre sur lequel on a fait le plus de travaux de recherche. En termes de propriétés du mélange, les investigations réalisées par Li et Wolcott (2005), Li et al (2004), Migneault et al (2008) ont affirmé que l'ajout de fibres dans le composite tend à accroître le couple maximal et celui à la stabilisation et que ces résultats sont attribués à l'augmentation des contacts entre la matrice et le renfort. Soucy et al (2006) ont également ajouté qu'au-delà d'un chargement de 60 % en fibres le couple diminue et que cela serait dû au développement du phénomène de glissement suite au grand volume occupé par les fibres dans la chambre du rhéomètre. En effet, toutes les études qui ont traité de l'effet de la teneur en fibres sur les autres aspects du matériau s'accordent sur un fait que du moment où la teneur de renfort est inférieure à 60 %, celle-ci agit afin d'améliorer les caractéristiques du composite élaboré, à savoir la dureté, la résistance à l'abrasion, la résistance à la traction, à la flexion et aux chocs, la résistance aux solvants ou d'en modifier les caractéristiques électriques.

Panaiteescu et al, (2005) a étudié l'effet de la variation des taux des fibres de sisal sur les propriétés des composites. Ces auteurs rapportent que l'ajout de charge dans la matrice polymère procure un matériau avec des propriétés mécaniques plus élevées comparativement au polymère initial. La résistance à la traction et le module d'élasticité en traction augmentent avec le taux des fibres de sisal, ainsi que le module d'élasticité qui a doublé dans le domaine de concentration étudié (Figure 1.9).

Ces résultats sont en accord avec les études réalisées par Bouafif et al, (2009) sur le CBP. En effet, l'énergie nécessaire à la détérioration des éprouvettes de CBP diminue de 135 % en passant d'un échantillon renfermant 25 % de fibres à un contenant 45 % du même type de fibres. La même tendance est observée pour l'allongement à la rupture comme le montrent les figures 1.10 et 1.11. La réduction de ces paramètres est due au changement du comportement viscoélastique et au comportement fragile qu'entraîne l'ajout de fibres.

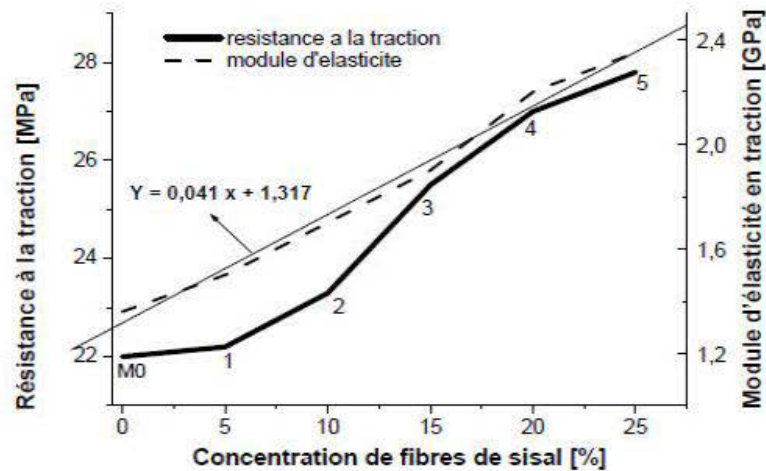


Figure 1.9 : La variation de la résistance à la traction et du module d'élasticité en traction avec la concentration des fibres de sisal dans le composite; M_0 – sans fibres; 1–5 – avec 5, 10, 15, 20, et 25 % fibres de sisal sans traitement (Panaitescu et al, 2005).

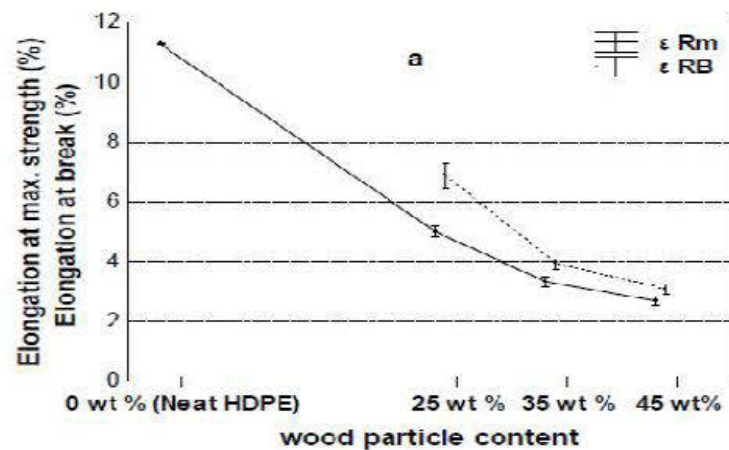


Figure 1.10: Variation de l'élongation à la contrainte maximale (R_m) et à la rupture (R_B) en fonction du taux de fibres pour un composite de cèdre/PEHD (Bouafif et al 2009).

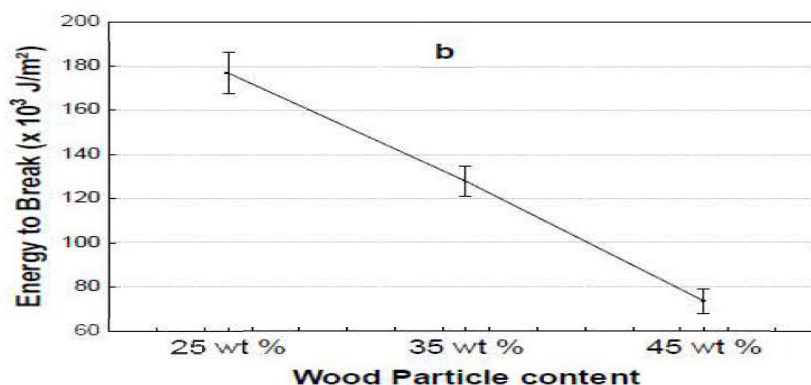


Figure 1.11 : Variation de l'énergie de rupture en fonction du taux de fibres pour un composite cèdre/PEHD (Bouafif et al 2009).

D'autres études ont aussi démontré qu'à partir d'un certain seuil de teneur en fibres les propriétés mécaniques du composite commencent à régresser (Simonsen et al, 2004). L'effet d'une forte proportion de fibres n'affecte pas seulement les caractéristiques mécaniques des composites, elle est également responsable de l'augmentation de l'absorption d'eau des composites (Koubaa et al, 2004) et leur vulnérabilité aux champignons et aux moisissures (Falk et al, 2001).

1.3.4 Effet de l'interface et des agents de couplage

L'utilisation des fibres ou de particules de bois ne garantit pas une bonne adhésion à l'interface fibre/polymère. En effet, il existe une incompatibilité entre les fibres hydrophiles et polaires du bois et les granules hydrophobes et apolaires du polymère. À partir de cette constatation, on pourrait affirmer que les propriétés physico-mécaniques du CBP ne dépendent pas seulement de l'orientation, le taux et la nature du renfort, mais également de la nature et la quantité de l'agent de couplage utilisé (Bledzki et Gassan, 1999).

Plusieurs méthodes ont été utilisées afin d'améliorer la compatibilité du composite (bois/polymère) et pour assurer une bonne adhésion entre la matrice (hydrophobe) et la fibre de bois (hydrophile). De ce fait, plusieurs études ont été réalisées pour mettre en évidence les aspects fondamentaux afin de réformer l'affinité fibre bois/polymère.

Cependant, d'après Demir et al (2006), qui ont étudié les propriétés de fusion des composites (CBP) dans un rhéomètre à couple à 190 °C avec une vitesse de rotation de 60 RPM, le couple à la stabilisation pour un composite sans agent de couplage est inférieur à celui contenant du MAPE. Ceux-ci expliquent que l'incorporation d'agent de pontage multiplie les interactions entre les fibres et le polymère et que ces liaisons chimiques augmentent le cisaillement entre le renfort et la matrice augmentant avec la viscosité du mélange. Nachtigall et al (2007) ont confirmé les résultats précédents, ils ont même ajouté que le type d'agent de couplage utilisé n'influe pas significativement sur le couple à la stabilité.

Adhikary et al, (2008) ont prouvé que la présence de l'agent de couplage à savoir le polyéthylène greffé à l'anhydride maléique (MAPE) entraîne un accroissement des propriétés mécaniques des composites à base de farine de bois. L'agent de liaison est également responsable de l'amélioration de la stabilité dimensionnelle en réduisant les porosités au niveau de l'interface matrice/renfort, procurant ainsi une bonne adhésion aux différents constituants du composite.

D'un autre côté les recherches effectuées par Hugot et al, (2007) au travers d'une série de tests de traction ont pu démontrer grâce à des observations au microscope optique que l'absence de MAPE conduit à un faible transfert de charge de la fibre à la matrice de PEHD et par conséquent, une pauvre adhérence à l'interface. La figure 1.12 illustre cette faible adhésion où on peut distinguer de fissures entre les fibres de bois et le polymère.



Figure 1.12: Observations de fractures à l'interface fibre/polymère (Hugot et al, 2007).

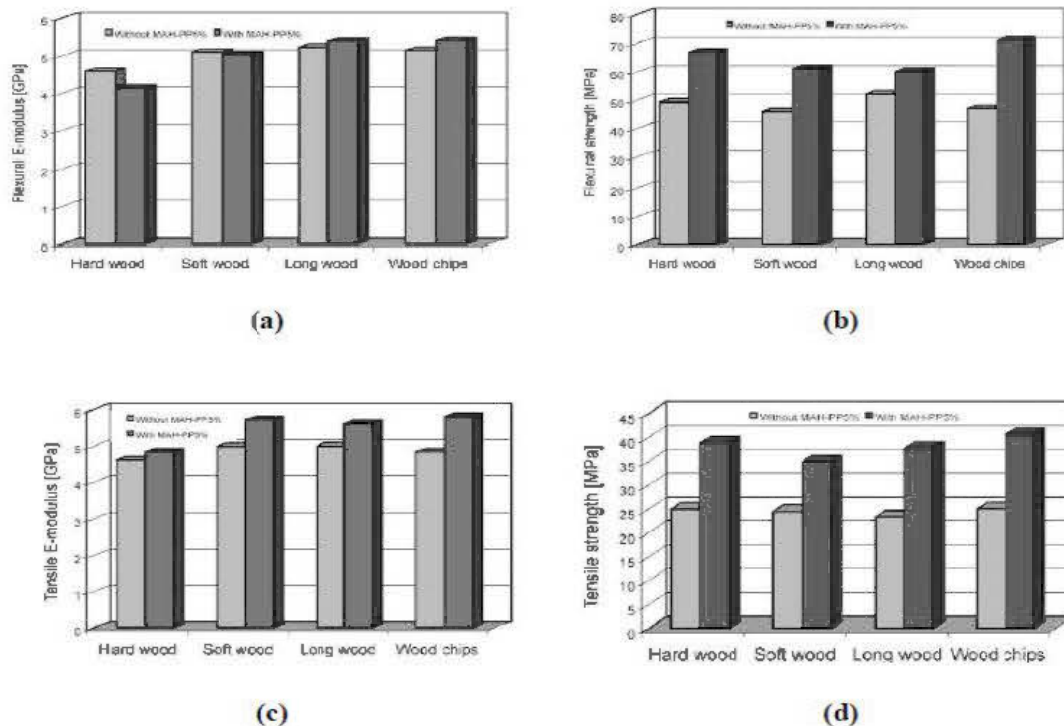


Figure 1.13: Propriétés mécaniques de différents composites fibres de bois/PP avec et sans agent de couplage (Beldzki et al, 2003).

Beldzki et al, (2003) ont étudié l'effet d'agent de couplage de type (MA-g-PP) à raison de 5 % sur les propriétés en traction et en flexion des CBP à base d'une matrice de polypropylène et 4 types de fibres de bois (dur, tendre, longue et copeaux de bois). Les résultats (Figure 1.13) indiquent que la présence d'agent de couplage permet d'améliorer les propriétés mécaniques du composite, quelque soient le type et la nature de bois utilisés. Ces conclusions ont été rectifiées par Saputra et al, (2004) et par Bouafif et al, (2009) qui ont montré que l'agent de couplage n'est efficace que lors de l'utilisation d'une espèce de bois qui contient une faible teneur en extractibles et en lignine.

D'autres études réalisées sur des composites à base du polypropylène (PP) et de cellulose de bois et des fibres de chanvre traitées avec des silanes et de l'anhydride acide montrent qu'un ajout d'un agent d'adhésion augmente la résistance et le module d'élasticité en traction pour les différentes teneurs en fibres (Pauaitescu et al, 2007).

Ainsi, les agents de couplage procurent des CBP avec de meilleures propriétés mécaniques. Les figures 1.14 et 1.15 illustrent la variation de la résistance et du module d'élasticité en traction pour des composites à base de fibres de chanvre en présence et en absence d'agent de couplage, respectivement.

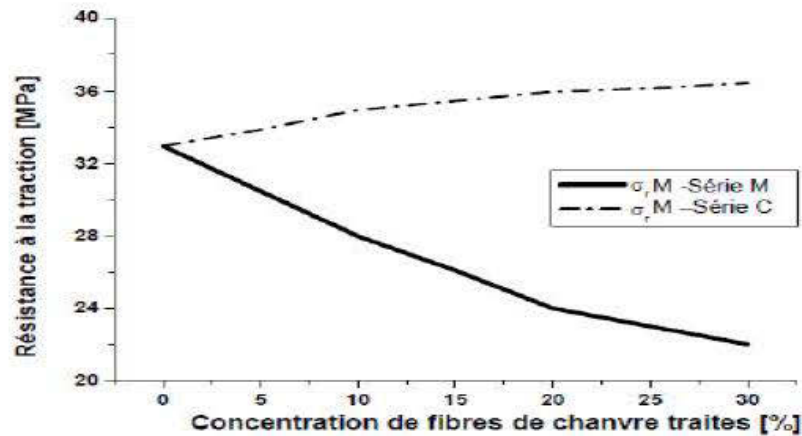


Figure 1.14: Variation de la résistance à la traction de composites à base de fibres de chanvre. Série M – sans agent de compatibilité; série C – avec agent de compatibilité PPMA (Panaitescu et al, 2007).

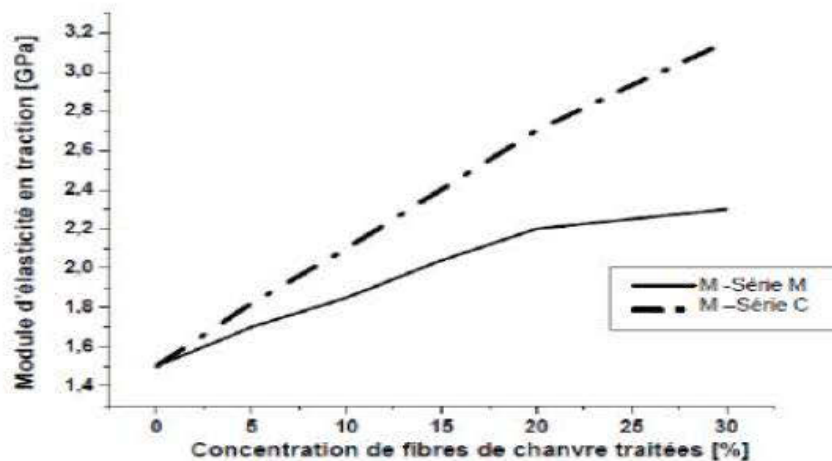


Figure 1.15 : Variation de la résistance à la traction de composites à base de fibres de chanvre. Série M – sans agent de compatibilité; série C – avec agent de compatibilité PPMA (Panaitescu et al, 2007).

1.3.5 Effet des nanoadditifs

L'utilisation des nanoparticules comme additifs dans les matériaux à matrice polymère a récemment été envisagée, notamment pour l'amélioration des propriétés de fusion du mélange. Ari et Iasmal (2010) qui traitent l'effet des macros et nano charges de CaCO_3 dans un rhéomètre à couple à $190\text{ }^\circ\text{C}$ avec une vitesse de rotation de 50 RPM ont suggéré que les nanoparticules accélèrent le transfert de chaleur au plastique et engendrent une diminution du temps d'alimentation et de fusion par rapport aux macroparticules. Ils ont également ajouté que le couple à la stabilisation tend à augmenter lorsqu'on réduit la taille des particules utilisées. Cependant, l'utilisation de particules très petites peut conduire à une agglomération et de ce fait décroître le couple à la stabilité. Cette étude vient appuyer celle de Chen et al (2006) qui mentionne que les nanoparticules de noir de carbone amoindrissent la viscosité du mélange en agissant comme un lubrifiant causant de ce fait la réduction de la friction entre la résine et la farine de bois.

Guo et al (2007) rapportent dans leurs études que l'incorporation des nanoparticules de montmorillonite diminue la propagation de la flamme. Ils affirment également que cette nanoparticule agit mieux sur les propriétés ignifugeantes du matériau lorsqu'elle est à l'état exfolié. En effet, celle-ci retarde le mécanisme en s'accumulant sur la surface du matériau pendant la combustion, entraînant ainsi l'isolation du composite et ralentissant le taux de perte produits par décomposition.

L'utilisation des nanoparticules dans les mélanges procure également d'autres avantages, en effet, lorsqu'elles sont bien dosées et bien dispersées, ces nanocharges agissent non seulement en améliorant les propriétés mécaniques du matériau, mais aussi le rendent plus stable thermiquement (Laachachi et al, 2005). À cause de leurs tailles nanoscopiques ainsi que de leurs grandes surfaces de contact, les nanocharges représentent une alternative intéressante pour renforcer et améliorer les propriétés des matériaux plastiques. Plusieurs recherches ont été réalisées à cet effet dont celles de Sheshmani et al, (2010). Ce dernier a étudié l'effet de la montmorillonite sur

l'absorption d'eau dans les CBP et a conclu que plus le taux de nanoargiles dans le matériau est important, plus celui-ci a une meilleure stabilité dimensionnelle. En effet, les nanoparticules agissent en remplissant les interstices dans le composite empêchant de cette manière l'eau de pénétrer dans les capillarités. Également, l'addition de nanoparticules argileuse procure un matériau avec une meilleure stabilité thermique et des propriétés mécaniques qui dépendent fortement des intercalations et des exfoliations des couches de charges inorganiques dans la matrice polymère (Ziaei Tabari et al, 2011). Cependant, même si les différents travaux qui ont eu dans ce domaine se sont mis d'accord sur l'efficacité des nanoparticules d'argile dans l'amélioration des propriétés des CBP, il persiste encore quelques différences quant au taux exact de nanocharges qu'il faudrait utiliser dans les mélanges. D'après les études de Viswanathan et al, (2006), il est évident que l'ajout d'une quantité massique d'argile entre 0,5 % et 7 % au polymère impliquerait une augmentation significative des propriétés mécaniques et une diminution considérable de la flammabilité du matériau final. Les travaux de Behzad (2012) suggèrent que le module de traction ainsi que la résistance à la rupture accroissent avec l'incorporation de 3 % de nanoargile. Au-delà de cette concentration, ces propriétés commencent à régresser. Zhong et al (2007) quant à eux affirment, que les propriétés mécaniques du matériau composite en présence de fibre de bois et de nanoargiles est fortement dépendante de la proportion d'agent compatibilisant, ils conseillent également d'incorporer un minimum de 7% d'agent de couplage. Même si la majorité des études ont utilisé la montmorillonite, certains chercheurs ont travaillé avec des nanoparticules sphériques telles que l'oxyde de Silicium modifié à l'octylsilane en raison de leur capacité à améliorer les propriétés mécaniques, thermiques et physiques des nanocomposites (Deka et Maji 2012). Finalement Les études impliquant l'incorporation de nanoparticules dans les composites bois-polymère ont utilisé deux procédés différents. Le premier consiste à extruder les nanocharges avec le polymère et ajouter les fibres de bois lors de la seconde étape. Quant au second, qui d'après Faruk et Matuana (2008) nous procure les meilleurs

propriétés, consiste en une addition directe des nanoargiles dans le composite pendant le processus de mélange.

CHAPITRE II :

MATÉRIEL ET MÉTHODES

2.1. Objectifs

L'objectif général de cette étude est de comprendre l'effet de l'incorporation des nanoparticules à savoir la garamite, la silice nanométrique et l'alumine nanométrique à différents pourcentages sur les composites fibre de peuplier faux-tremble/polyéthylène haute densité à teneurs variables en fibres.

Les objectifs spécifiques quant à eux résident dans l'étude de :

- L'impact de la teneur en fibre sur les propriétés des CBP;
- L'impact du type de nanoparticules sur les propriétés des CBP;
- L'impact de la teneur en nanoparticules sur les propriétés des CBP.

2.2. Hypothèses de la recherche

Cette étude se base sur les hypothèses suivantes :

- L'ajout des nanoparticules caractérisées par leur grand pouvoir de dispersion jouera le rôle d'un renfort au sein de la matrice polymère et va de ce fait augmenter la rigidité du produit final.
- Les charges minérales avec leurs dimensions nanoscopiques pourraient former une cloison au niveau des ponctuations des parois cellulaires limitant ainsi le mouvement de l'eau dans le composite ce qui va décroître l'absorption d'eau.
- Les nanoparticules entraîneront une diminution de la viscosité du mélange traduite par le décroissement de l'énergie de transformation.

- Les nanoparticules sont responsables de l'augmentation de la température de fusion en agissant au sein de la structure cristalline du polymère.

2.3. Méthodologie

Le diagramme ci-dessous (Figure 2.1) résume les opérations ainsi que le protocole expérimental suivi pour la mise en forme et la caractérisation des composites bois-polymère étudiés.

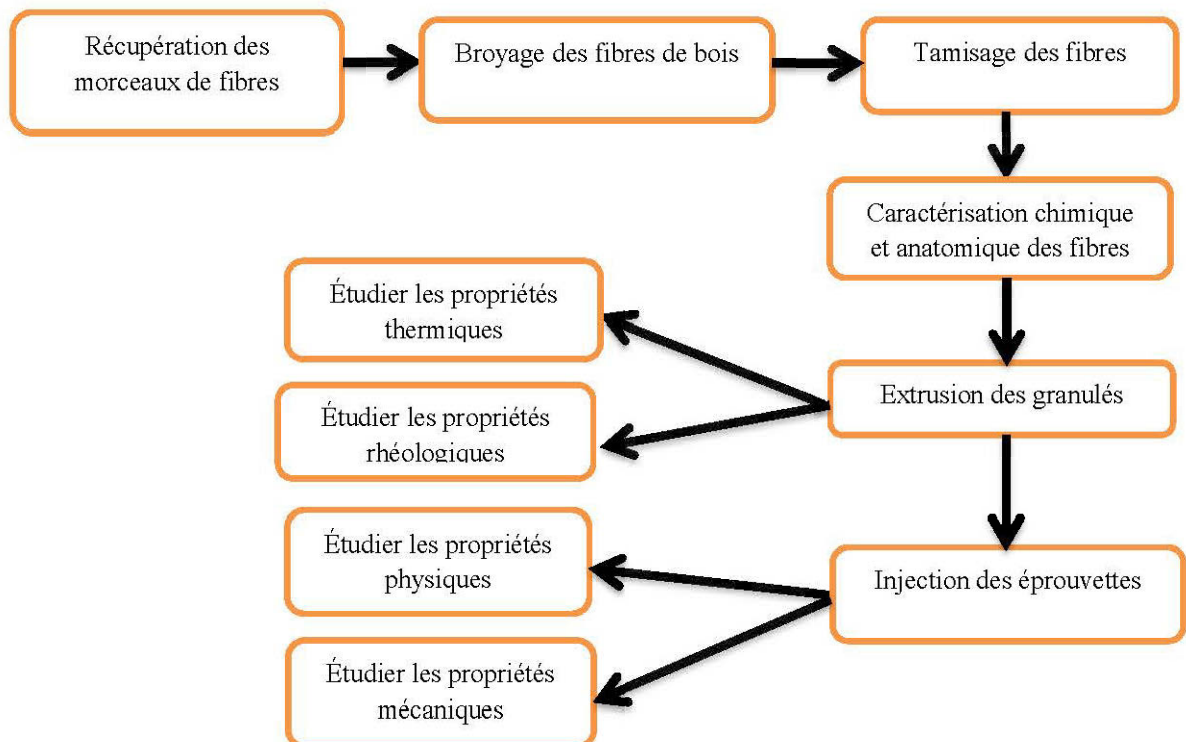


Figure 2.1: Protocole expérimentale suivi

2.4. Matériel

2.4.1 Préparation des fibres :

Les expériences ont été réalisées sur un mélange à base de fibres de peuplier faux-tremble qui ont été séchées à l'air libre. Celles-ci ont été reçues sous forme de particules en provenance de la compagnie TEMBEC. Ces particules ont été broyées à

l'aide d'un broyeur à couteaux rotatifs (Thomas Willey, modèle 4) t illustré à la figure 2.2, qu'on a pu avoir des fibres très fines et homogènes.



Figure 2.2: Broyeur à couteaux rotatifs (Thomas Willey, modèle 4).

Après l'opération de broyage on a continué avec une opération de tamisage, celle-ci consistait à mettre les fibres broyées par quantités de 100 g dans un tamis représenté dans la figure 2.3 ci-dessous avec une granulométrie de 710 μm et de mettre au-dessous un autre qui a une granulométrie de 150 μm afin d'avoir un diamètre des fibres compris entre ces deux valeurs.



Figure 2.3 : Tamiseur M.S.Tyler et tamis (710 μm ; 150 μm).

2.4.2 Plastic et additifs

Le polymère thermoplastique utilisé dans notre étude est le polyéthylène haute densité (HDPE) fournie par la compagnie Canadienne Union Carbide Chemicals and

Plastics®. Il se présente sous forme de granules avec une masse volumique de $0,96 \text{ g/cm}^3$ et un indice de fluidité de $4,9 \text{ g/10 min}$.

Pour assurer le pontage entre les macromolécules hydrophobes du polymère et les fibres hydrophiles de bois on a utilisé un pourcentage de 3 % d'agent de couplage à savoir le polyéthylène modifié à l'anhydride maléique (MAPE) (Tableau 2.1). Il est fourni, en granules de couleur blanche cassé, par la société canadienne Fusabond enregistré sous la franchise de la compagnie Dupont. L'agent de couplage utilisé joue à la fois le rôle de lubrifiant et d'agent d'adhésion.

Tableau 2.1: les caractéristiques du copolymère PE-g-MA.

Caractéristiques	Valeurs	Unité
Indice de fluidité à chaud (190° C/325g)	10	g/10 min
Point de fusion	167	°C
Point de ramollissement Vicat (1 kg)	147	°C
Allongement élastique	14	%
Point de fragilisation	<-50	°C

Le but de notre étude est d'essayer d'identifier l'effet de quelques types de nanoparticules sur les composites bois-polymère. C'est pour cela qu'on a choisi 3 nano-charges d'origine minérale qu'on a incorporé dans les mélanges à raison de 1 %, 3 % et 5 %. Les nanoparticules utilisées ont été introduites dans la partie matières premières dans le chapitre revue de littérature.

2.5 Méthodes

2.5.1 Caractérisation chimique et anatomique des fibres:

2.5.1.1 Caractérisation anatomique

Pour la mesure des propriétés morphologiques des fibres, nous avons utilisé l'analyseur de la qualité des fibres d'OPTEST (FQA), un appareil de mesure automatique basée sur le traitement d'images qui facilite la caractérisation anatomique des fibres. Le protocole suivi correspond à la norme TAPPI 271. Les échantillons de fibres sont dilués dans l'eau à une faible consistance ($\leq 3\%$). Par la suite, la cellule de mesure, constituée d'une veine, va permettre non seulement l'écoulement de la suspension fibreuse, mais également la prise d'images qui seront par la suite analysées et traitées. Ces images vont nous procurer la longueur moyenne et la largeur des fibres ainsi que la distribution des longueurs.

2.5.1.2 Caractérisation chimique

La caractérisation chimique nous a permis de cerner davantage la teneur de chaque composant dans les fibres avec lesquels nos composites ont été élaborés. Cette partie du travail a été réalisé par Migneault et al, (2014). La teneur en cellulose dans les fibres de peuplier a été déterminée selon la méthode de Kurschner et Hoffner, en soumettant la sciure de bois à l'attaque d'un mélange d'acide nitrique et d'éthanol. Par la suite, le taux de lignine a été déterminé en effectuant une hydrolyse complète des polyosides du bois par l'acide sulfurique. Cet essai a été réalisé selon la norme ASTM D1106. La détermination des proportions de pentosanes a été effectuée en calculant l'indice de furfural. Cela est possible en soumettant la sciure de bois à l'attaque de l'acide chlorhydrique concentré. La procédure suivie correspond à la norme CPPA-G-12. Finalement, afin de calculer le contenu en cendre dans le bois, nous avons recensé les résidus après la combustion complète de la matière organique du bois.

2.5.2 Formation des granules et des éprouvettes :

Lors de notre étude on a essayé d'étudier l'influence de trois paramètres sur les propriétés des composites PEHD/fibres de peuplier faux-tremble. Ainsi, on a réalisé 13 mélanges de compositions différentes. Le tableau 2.2 présente le pourcentage pondéral de chaque matière dans les mélanges élaborés. Afin de réaliser les essais prévus pour cette étude, il a fallu tout d'abord préparer les mélanges sous forme de granules. Pour ce faire, on a extrudé au préalable les mélanges à base de différentes proportions de fibres et de nanoparticules en utilisant une extrudeuse bi-vis (HAAKE Rheomex OS) représentée sur la figure 2.4.

Tableau 2.2: Pourcentages pondéraux des composants dans les mélanges élaborés.

Numéros du mélange	Taux de PEHD (%)	Taux de fibres (%)	Taux et types de Nanoparticules (%)	Taux d'agent de Couplage (%)
1	100	0	0	0
2	77	20	0	3
3	76	20	1 (AL)	3
4	74	20	3 (AL)	3
5	72	20	5 (AL)	3
6	74	20	3 (SI)	3
7	67	30	0	3
8	64	30	3 (SI)	3
9	54	40	0	3
10	54	40	3 (SI)	3
11	52	40	5 (SI)	3
12	52	40	5 (AL)	3
13	52	40	5 (GA)	3



Figure 2.4 : Extrudeuse bi-vis du laboratoire de biomatériaux de l'UQAT.

Lors de l'extrusion on a opté pour un profil de température de 160 C° dans les différentes zones de l'extrudeuse de manière à minimiser la dégradation des fibres de bois tout en assurant une bonne fluidité au polymère. A la sortie de la filière, l'extrudât en fusion et ayant la forme d'un jonc (cylindre plein) passe dans un bac de refroidissement à circulation d'eau pour se solidifier. Ensuite, il défile sous un ventilateur pour un séchage avant l'ultime étape de broyage réalisée dans un broyeur à disque rotatif (figure 2.5). Le broyeur permet de découper l'extrudât en granules dont la taille ne dépasse pas 3 mm. Nous présentons au tableau 2.3 les paramètres d'extrusion ainsi que les conditions de granulation des différents mélanges réalisés.



Figure 2.5: Broyeur à couteaux rotatifs du laboratoire de biomatériaux de l'UQAT.

Tableau 2.3: Paramètres d'extrusion des granules.

Paramètre	Vitesse de rotation des vis (RPM)	Pression en tête des vis (bar)	Température de la filière (C°)	Vitesse de rotation des couteaux (RPM)
Valeur	100	50	160	180

Une partie des pastilles ainsi obtenues après le broyage de l'extrudât va être moulée par injection avec une presse pour obtenir des éprouvettes destinées ultérieurement pour la caractérisation physique et mécanique des composites bois-polymère.

2.5.3 Caractérisation des composites bois-polymère :

Certains essais ont été exécutés selon des procédures normalisées comme le montre le tableau 2.4. Tous les tests ont été effectués dans des conditions ambiantes de 30 % d'humidité relative et une température de 20 °C. Les dimensions des échantillons ont été prises à l'aide d'un pied à coulisse d'une précision de $\pm 0,005$ mm et les masses à l'aide d'une balance du laboratoire d'une précision de $\pm 0,005$ g.

Tableau 2.4: Essais normalisés utilisés pour la caractérisation des composites bois-polymère.

Essai ou mesure	Norme	Domaine
Immersion dans l'eau	ASTM D 1037	Matériaux à base de bois
Flexion trois-points	ASTM D 790	Plastiques-plastiques renforcés
Impact Izod	ASTM D 256	Plastiques - plastiques renforcés
Traction simple	ASTM D 638	Plastiques - plastiques renforcés
Rhéomètre à couple	ASTM D 2538	Plastiques
Calorimétrie différentielle à balayage	ASTM D 3417	Plastiques

2.5.3.1 Étude des propriétés thermiques

La calorimétrie différentielle à balayage, plus souvent connue sous le nom de DSC permet d'évaluer les caractéristiques thermiques des matériaux. Celle-ci mesure les différences des échanges de chaleur entre un échantillon à analyser et une référence au sein d'une enceinte (calorimètre) à une pression constante (Marcilla et al, 2001). Cette technique de caractérisation permet de comprendre les effets endothermiques (concaves) et exothermiques (convexe) qui se produisent lors de changements d'état d'un échantillon. En effet, lors d'un chauffage ou d'un refroidissement, toute transformation intervenant dans un matériau est accompagnée d'un échange de chaleur, la DSC permet de déterminer la température de cette transformation et de quantifier cette chaleur, permettant ainsi de déterminer la température de fusion, de transition vitreuse et de cristallisation des matériaux à matrice polymère. Par ailleurs, l'enregistrement du flux de chaleur dégagée pendant une réaction de polymérisation pour une température donnée permet de déterminer la conversion en fonction du temps et d'analyser l'influence des réactifs sur la cinétique correspondante. On peut également calculer le taux de cristallinité X_c du composite étudié à travers la relation suivante :

$$X_c = \frac{\Delta H_f}{\Delta H^{\circ}_f} \times 100 \quad (2.1)$$

Avec ΔH_f l'enthalpie de fusion spécifique du polymère utilisé et ΔH°_f est l'enthalpie de fusion du polymère 100 % cristallin à la température d'équilibre thermodynamique. Cependant lorsque le polymère est chargé, son enthalpie de fusion doit être corrigée par un facteur $\frac{1}{1-\theta}$ Où θ est le taux de charge inorganique.

Les essais de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) ont été effectués selon la norme (ASTM D3417) à l'aide du calorimètre Q20 de TA Instruments (Figure 2.6). Le tableau 2.5 traduit le protocole opératoire utilisé pour tous les mélanges testés.



Figure 2.6: Appareil calorimétrique différentiel à balayage du laboratoire de biomatériaux de l'UQAT.

Tableau 2.5: Protocole opératoire pour l'essai (DSC).

Diminuer à 10 °C/min jusqu'à -40 °C
Isotherme pendant 5 min
Progresser à 10 °C/min jusqu'à 250 °C
Isotherme pendant 5 min
Diminuer à 10 °C/min jusqu'à -40 °C
Isotherme pendant 10 min
Progresser à 5 °C/min jusqu'à 250 °C
Isotherme pendant 10 min
Diminuer à 5 °C/min jusqu'à -40 °C

2.5.3.2 Étude des propriétés rhéologiques

Le rhéomètre à couple constitue l'outil idéal pour simuler le comportement d'un mélange bois-polymère dans une extrudeuse en reproduisant les conditions de mise en forme (Sherman, 2004). L'opération consiste à introduire le mélange dans la chambre du rhéomètre à une température déterminée et celui-ci grâce à ses deux vis, va malaxer le mélange et mesurer ainsi le couple en (Nm) en fonction du temps. La figure 2.7 illustre un schéma simplifié du fonctionnement du rhéomètre à couple (Shramm, 1994).

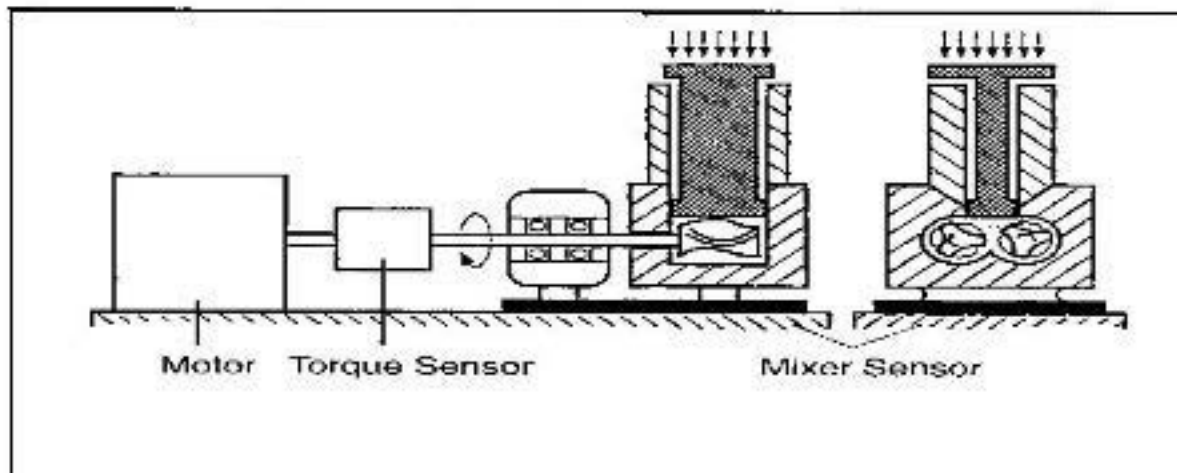


Figure 2.7: Schéma du rhéomètre à couple (Shramm, 1994).

Le rhéomètre à couple nous permet aussi d'évaluer quelques propriétés et caractéristiques du mélange tel que :

- Les propriétés de fusion
- L'influence des additifs
- La température de stabilisation
- Le module de cisaillement
- La viscosité apparente
- L'énergie et la puissance nécessaires au mélangeage

Généralement, la courbe représentative du comportement d'un mélange dans un rhéomètre à couple se divise en 3 étapes comme le montre la figure 2.8 (Soucy et al, 2006).

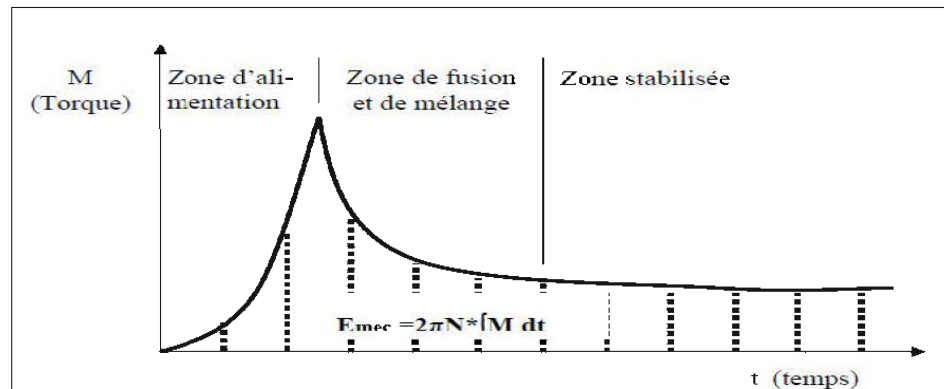


Figure 2.8: Courbe du couple en fonction du temps dans un rhéomètre à couple

(Soucy et al, 2006).

Lors de l'essai sur le rhéomètre à couple, le composite suit plusieurs étapes. Dans un premier temps, la zone d'alimentation dans laquelle l'air dans la chambre est déplacé par l'action du bélier sur les granules et les fibres de bois. Le couple commence alors à croître pour atteindre son maximum lorsque tous les matériaux sont incorporés dans la chambre. Ce pic est relatif à la viscosité maximale et varie en fonction de plusieurs paramètres. Certains d'entre eux sont liés au rhéomètre tels que la géométrie de la chambre ou des rotors, la température à l'intérieur de la chambre et le mouvement du bélier, d'autres dépendent directement de la matière première utilisée comme la taille et les propriétés de fusion.

Une fois qu'on atteint la zone de fusion et de mélange, la température du mélange augmente rapidement en raison de la dissipation de l'énergie par le polymère, ce qui entraîne la diminution du couple. Cette deuxième phase prend fin lorsque le renfort est complètement intégré dans la matrice. La troisième zone est caractérisée par la dispersion intégrale des charges incorporées sous l'action du cisaillement. Le couple

continue alors à diminuer progressivement puis tend à la stabilisation. Cependant lors de cette phase le couple pourrait augmenter si le polymère utilisé subit des réactions de réticulation.

Lorsque le mélange atteint la stabilité, c'est à ce moment-là qu'on peut déterminer la viscosité apparente notée (η_{app}). Le taux de cisaillement ($\dot{\gamma}_{app}$) étant la somme de deux variables une qui est associée à la viscosité du polymère ($\dot{\gamma}_{vp}$) et l'autre au glissement de la paroi ($\dot{\gamma}_{gp}$). D'où on peut l'écrire sous cette forme :

$$\dot{\gamma}_{app} = \dot{\gamma}_{vp} + \dot{\gamma}_{gp} \quad (2.2)$$

Or en travaillant avec une faible vitesse de rotation, on peut arriver à éliminer totalement l'effet de glissement. Ainsi, le taux de cisaillement apparent devient une fonction dépendante de la vitesse de rotation des vis (N) dans le rhéomètre :

$$\dot{\gamma}_{app} = 2 \cdot \pi \cdot N \quad (2.3)$$

Vu que la contrainte de cisaillement moyenne (N/m^2) n'est autre que le produit du couple (N.m) (M_{sta}) et d'une constante géométrique du système (m^{-3}) (C_{sys}), on peut donc écrire en se basant sur ces équations l'expression de la viscosité apparente :

$$\tau_{app} = M_{sta} \cdot C_{sys} \quad (2.4)$$

$$\eta_{app} = (M_{sta} \cdot C_{sys}) / (2 \cdot \pi \cdot N) \quad (2.5)$$

On peut aussi déterminer à l'aide du graphique l'énergie mécanique (E_{mec}) nécessaire au malaxage et à la stabilisation. Celui-ci n'est nulle autre que l'aire sous la courbe et il est représenté par l'équation suivante Gonzalez et al (2001) :

$$E_{mec} = 2 \cdot \pi \cdot N \cdot \int_{t1}^{t2} M \cdot dt \quad (2.6)$$

Avec M : Le couple mesuré à chaque instant t

Les essais au rhéomètre à couple ont été effectués sur des granulés de bois-polymère élaborés aux différentes compositions. On a donc utilisé des proportions de 1, 3 et 5 % en poids de nanocharges pour les divers mélanges réalisés à 20, 30 et 40 % en poids de fibres afin d'étudier aussi bien l'influence du taux massique des nanoparticules que le pourcentage en poids des fibres de bois sur le comportement rhéologique des matériaux composites. On a fixé la température à 160 °C et la vitesse de rotation des rotors à 60 RPM pour tous les essais. La norme ASTM-D-2538 stipule que la chambre du rhéomètre doit être remplie à 65 % voire 70 % de sa capacité maximale. Or, d'après ce qui est indiqué sur le manuel du rhéomètre, le volume de la chambre du (Roller Rotor Haake Rheomix 3000p) est de 310 cm³. On prendra lors des expériences réalisées sur le rhéomètre une masse volumique moyenne du bois-polymère de 0,921 g/cm³, car le diamètre des fibres de bois est variable. Ainsi, la masse du mélange qu'on devrait introduire dans la chambre du rhéomètre à couple est de 200 g. La figure 2.9 illustre le rhéomètre à couple utilisé pour étudier le comportement à l'état fondu des composites élaborés.



Figure 2.9: Rhéomètre à couple du laboratoire de biomatériaux de l'UQAT.

2.5.3.3 Étude des propriétés mécaniques

2.5.3.3.1 Essai de choc IZOD

Cet essai permet de mesurer la résistance au choc d'un matériau donné. On utilise, comme dispositif pour rompre l'éprouvette, un pendule de capacité maximale de 5 J. On mesure ainsi la résilience, définit comme étant l'énergie de choc absorbée par la rupture d'une éprouvette non entaillée, rapportée à la section droite initiale de l'éprouvette (exprimée en kJ/m²), celle-ci peut cependant être déterminée théoriquement à partir de la relation suivante :

$$a_{IU} = \frac{E_c}{b \cdot h} \times 10^3 \quad (2.7)$$

a_{IU} : Résistance au choc d'éprouvettes lisses en kJ/m²

b : Largeur de l'éprouvette (mm)

h : Épaisseur de l'éprouvette en (mm)

E_c : Énergie absorbée par le choc en joules

On peut également calculer cette énergie (E_c) avec la relation suivante :

$$E_c = M \cdot g \cdot (h_0 - h_1) \quad (2.8)$$

M : Masse du pendule (kg)

g : Accélération gravitationnelle (9,81 m/s²)

h_0 : hauteur initiale du pendule (m)

h_1 : hauteur de remontée du pendule (m)

Les éprouvettes utilisées pour cet essai ont pour dimensions moyennes: 80 x 10 x 4 mm La figure 2.10 montre le dispositif de l'essai de choc (ASTM D 256).



Figure 2.10: Dispositif d'essai de choc IZOD du laboratoire de biomatériaux (UQAT).

2.5.3.3.2 Essai de traction et de flexion

L'essai de traction constitue un essai de base lors de l'étude des propriétés mécaniques de la plupart des matériaux. Celui-ci permet de déterminer la loi de comportement contrainte-déformation dans une direction donnée, procurant ainsi la mesure du degré de résistance à la rupture d'un matériau quelconque. L'étude de la courbe effort/déplacement conduit à la détermination des caractéristiques mécaniques du matériau :

- **Résistance à la rupture R_m (MPa)** : Cette valeur est utilisée pour estimer la limite d'endurance à la fatigue.
- **Allongement à la rupture ε (%)** : Il mesure la capacité d'un matériau à s'allonger sous charge avant sa rupture, celle-ci constitue une mesure de la ductilité du matériau.
- **Module d'Young E (MPa)** : ou module d'élasticité longitudinale est la constante qui relie la contrainte de traction et la déformation, elle constitue une mesure de la rigidité du matériau

Baïllon et Dorlot, (2000) ont établi quelques équations permettant de calculer ces propriétés :

$$Rm = \frac{Pu}{b \cdot h} \quad (2.9)$$

$$E = \frac{Pp}{b \cdot h} \quad (2.10)$$

$$\varepsilon (\%) = \frac{\Delta L}{L_0} \times 100 \quad (2.11)$$

Où :

Pu : Force maximale mesurée (N)

Pp : Force mesurée à la limite proportionnelle (N)

L₀ : Longueur initiale (mm)

b : Largueur de l'échantillon (mm)

h : Épaisseur de l'échantillon (mm)

ΔL : Allongement (mm)

L'essai de flexion est aussi un essai mécanique utilisé afin de déterminer le module d'élasticité (E_f) et la résistance (R_{mf}) en flexion des matériaux. Baïllon et Dorlot, (2000) ont établi des équations pour calculer les propriétés mécaniques du matériau étudié en flexion.

- Le module d'élasticité

$$Ef = \frac{Pp \cdot L^3}{4 \cdot b \cdot h^3} \quad (2.12)$$

- La contrainte à la rupture en flexion

$$Rmf = \frac{3 \cdot Pu \cdot L}{2 \cdot b \cdot h^2} \quad (2.13)$$

- Déformation en flexion (%)

$$\varepsilon (\%) = \frac{6 \cdot Rmf \cdot h \cdot 100}{L^2} \quad (2.14)$$

Où :

- L : Longueur entre appuis (mm);
- b : Largeur (mm) ;
- P_p : Force mesurée à la limite proportionnelle (N) ;
- h : Épaisseur (mm);
- P_u : Force maximale mesurée (N).

Les essais mécaniques ont été réalisés sur une presse universelle de marque Zwick/Roell (Z20) afin de caractériser l'effet de la teneur et le type de nanoparticules sur les propriétés mécaniques des composites. Ces essais ont été effectués sur des éprouvettes obtenues par moulage. Celles-ci sont de type haltères répondant aux spécifications de la norme (ASTM D638) pour les essais de traction et de type poutre pour les essais de flexion 3 points comme indiqué dans la norme (ASTM D790). Elles ont été ensuite soumises à une déformation sous une vitesse constante de 4,5 mm/min jusqu'à la fin du test. La figure 2.11 illustre les détails géométriques de ces éprouvettes; les dimensions correspondantes sont portées dans le tableau 2.6.

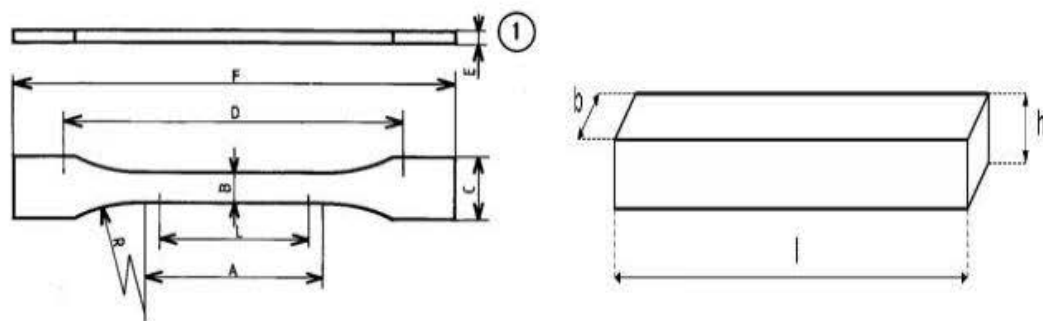


Figure 2.11: Formes des éprouvettes.

Tableau 2.6: Dimensions des éprouvettes selon les normes.

L (mm)	A (mm)	B (mm)	E (mm)	F (mm)	C (mm)	D (mm)	R (°)	I (mm)	H (mm)	B (mm)
30 ± 0,5	45 ± 0,5	12,5 ± 0,5	3 ± 0,4	190 ± 0,5	30 ± 0,5	90 ± 0,5	30	127 ± 0,5	3 ± 0,5	12,5 ± 0,5

2.5.3.4 Étude des propriétés physiques

2.5.3.4.1 Masse volumique

La masse volumique représente une propriété intrinsèque du matériau. Dans le cas des composites, celle-ci est généralement notée sous la forme suivante :

$$\rho_c = \varphi_v \cdot \rho_r + (1 - \varphi_v) \cdot \rho_m \quad (2.15)$$

Où :

ρ_r = la masse volumique du renfort

φ_v = le taux de renfort

ρ_m = la masse volumique de la matrice

Sauf que pour les composites renforcés à base de fibres de bois, cette loi ne peut rester en vigueur à cause du pouvoir hygroscopique du bois. En effet, pour ce type de matériau on doit toujours associer la masse volumique à la teneur en humidité. C'est pour cela qu'on définit la masse volumique comme étant le rapport de la masse du composite à l'état anhydre ou humide sur son volume au même état.

$$\rho_i = \frac{m_i}{V_i} = \frac{m_i}{L_i \cdot b_i \cdot h_i} \quad (2.16)$$

Où :

ρ = Masse volumique de l'échantillon à l'état i

m_i = Masse de l'échantillon à l'état i

V_i = Volume de l'échantillon à l'état i

b_i = Largeur de l'échantillon à l'état i

h_i = Épaisseur de l'échantillon à l'état i

L_i = Longueur de l'échantillon à l'état i

2.5.3.4.2 Densité

La densité représente une des propriétés physiques qu'il faut prendre en considération pour les matériaux à base de bois. En effet, d'après Xing, (2003) on peut entrevoir une relation assez distinguée entre les propriétés physico-mécaniques, d'une part à savoir la résistance et la rigidité et la densité (ou la masse volumique) d'autre part. Elle est définie comme étant le rapport de la masse volumique d'un corps sur la masse volumique de l'eau. L'hygroscopicité du bois nous contraint à utiliser trois méthodes pour le calcul de la densité des composites bois-polymères Koubaa, (2004).

- La densité anhydre (ρ_0) :

$$\rho_0 = \frac{m_0}{V_0} \quad (2.17)$$

- La densité basale (ρ_b) :

$$\rho_b = \frac{m_0}{V_s} \quad (2.18)$$

- La densité humide (ρ_h) :

$$\rho_h = \frac{m_0}{V_h} \quad (2.19)$$

- La densité apparente (ρ_a)

$$\rho_a = \frac{M}{V} \quad (2.20)$$

Où :

M = la masse d'une quantité de granules

V = le volume occupé par une quantité de granules

m_0 = masse du composite à l'état anhydre

ρ_e = masse volumique de l'eau (1g/cm³) à 4 °C

V_0 = volume du composite à l'état anhydre

V_s = volume du composite à l'état saturé en eau

V_h = volume du composite à l'état humide

2.5.3.4.3 Teneur en humidité

On désigne par teneur en humidité la quantité d'eau contenue dans un échantillon de matière. Pour les composites renforcés de fibres de bois, celle-ci représente la masse de l'eau contenue dans le bois par rapport à la masse du bois séché au four. Ainsi, cette propriété peut être formulée comme suit :

$$H (\%) = \frac{M_{eau}}{M_0} \times 100 = \frac{M_h - M_0}{M_0} \times 100 \quad (2.21)$$

Où :

$H \%$: Teneur en humidité

M_{eau} : Masse de l'eau

M_0 : Masse du composite anhydre.

M_h : Masse du composite humide

2.5.3.4.4 Absorption d'eau

L'absorption d'eau permet d'évaluer les éventuelles variations de masse de certains matériaux utilisés en contact avec de l'eau ou exposés à l'humidité. La mesure de cette caractéristique est indispensable, car l'eau réduit en effet les propriétés mécaniques des CBP en affaiblissant l'adhésion entre le plastique (hydrophobe) et le bois (hydrophile) (Kaborani et al; 2007). L'absorption peut être déterminée :

- soit par immersion dans l'eau froide ou dans l'eau bouillante ;
- soit par exposition dans une enceinte à humidité et température définies;

Quant à la mesure de cette propriété, elle est définie par la formule suivante:

$$A\% = \frac{M_{eau}}{M_i} \times 100 = \frac{M_h - M_0}{M_0} \times 100 \quad (2.22)$$

Où :

A% : Taux d'Absorption

M_{eau} : Masse de l'eau

M_i : Masse du Composite à l'état initial

M_h : Masse du Composite dû à la teneur en humidité

M_0 : Masse du composite à l'état anhydre

Afin de cerner les caractéristiques physiques de nos différents mélanges, on a réalisé des essais d'absorption d'eau en portant nos éprouvettes ayant des dimensions de 59 x 12,5 x 3 (en mm) dans un milieu contenant de l'eau distillée tel que spécifiée dans la norme (ASTM D1037). Ainsi, on a pu évaluer le gonflement massique à des temps de 24, 168, 504, 840, 1176, 1512 et 2016 heures.

CHAPITRE III :

RÉSULTATS

Dans ce chapitre, on présente en premier lieu les caractéristiques des fibres utilisées dans le cadre de cette étude. Par la suite on présente les on présente les caractéristiques thermiques des composites. Ensuite, on présente les caractéristiques rhéologiques mesurées à l'aide d'un rhéomètre à couple des mélanges réalisés. Finalement, on présente les propriétés mécaniques et physiques des CBP.

3.1. Propriétés des fibres:

L'essai sur l'analyseur de la qualité des fibres (FQA) nous a permis de connaître la teneur de chaque classe de longueur de fibres utilisées dans le mélange. Les fibres ont été ramenées à trois classes de longueur. Toutes les fibres ont un diamètre compris entre 150 μm et 710 μm . La figure 3.1 résume les résultats obtenus. On remarque que la classe la plus dominante est celle entre 500 μm et 1000 μm avec un pourcentage voisinant les 35 %. Quant aux fibres dont la longueur dépasse les 1500 μm , leur teneur ne dépasse pas les 18%.

On a également obtenu les caractéristiques chimiques des fibres de peuplier faux-tremble à partir des travaux de Migneault et al, (2014). Ceci a permis de mieux connaître la proportion de chacun des polymères dans la structure chimique de ce type de bois. Les résultats sont présentés au tableau 3.2. Le peuplier, est caractérisé par une forte teneur en cellulose et en matière inorganique. Cependant, le taux de cendre enregistré chez cette espèce de bois reste relativement bas si on la compare avec les écorces ou les boues papetières.

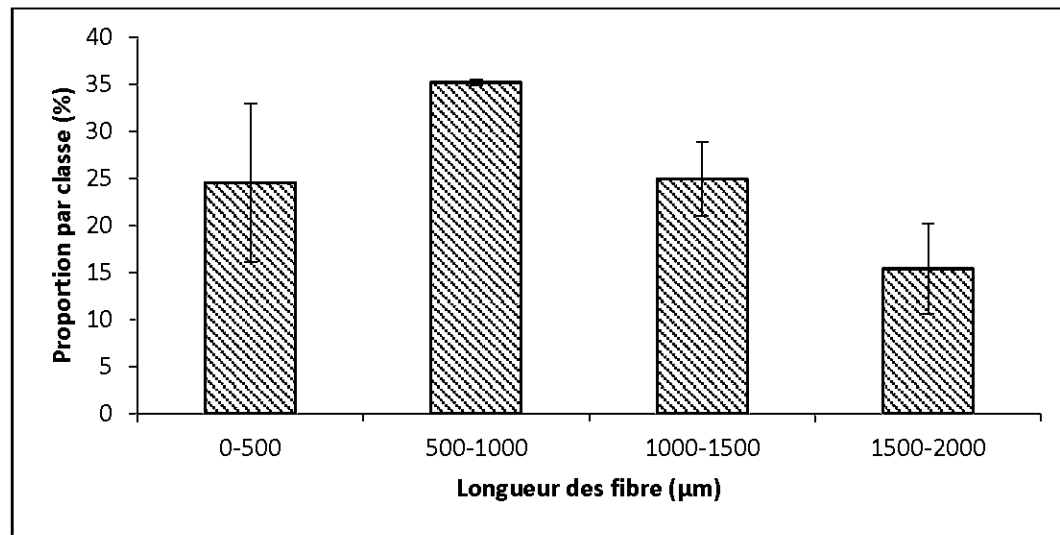


Figure 3.1: Proportions des quatre classes de longueur des fibres de peuplier mesurées avec la FQA après le broyage.

Tableau 3.1 : Indices et propriétés chimiques des fibres de peuplier faux-tremble.

Échantillons	Extractibles			Lignine	Cellulose	Pentosanes	Cendres
	Éthanol-toluène	Eau chaude	NaOH 1%				
	%	%	%				
Peuplier	2,50	2,49	n/a	21,6	50,7	22,0	0,7

3.2. Propriétés thermiques :

Les résultats des essais de calorimétrie différentielle à balayage montrent que la température de fusion et celle de cristallisation ainsi que le taux de cristallinité varient en fonction du taux de fibres, du type et de la teneur des nanocharges dans le mélange (Tableau 3.3) et (Appendice A). La figure 3.3 illustre un exemple de la courbe du flux de chaleur en fonction de la température pour un composite à 20% de fibres et 1% d'alumine nanométrique. L'ajout des fibres dans le mélange n'a pas un effet constant sur la température de fusion et de cristallisation (Figure 3.2). Le taux de cristallinité semble être à son optimum avec une teneur de 30% en fibres, puis régresse lorsqu'on atteint 40% de charge fibreuse (Figure 3.4).

Tableau 3.2: Résultats des études de la calorimétrie différentielle à balayage des composites bois-polymères avec des teneurs variables en fibres et différents taux et types de nanoparticules.

Taux de fibres (%)	Taux et type de nanoparticules (%)	Température de fusion (C°)	Température de cristallisation (C°)	Taux de cristallinité (%)
Effet du taux de nanoparticules				
20% Fibres	0%	132,41	100,42	75,98
20% Fibres	1% Alumine	133,26	101,27	76,34
20% Fibres	3% Alumine	133,14	102,4	77,51
20% Fibres	5% Alumine	132,95	103,03	77,37
Effet de la teneur en fibres				
20% Fibres	3% Silice	133,31	101,1	81,41
30% Fibres	3% Silice	132,97	102,35	82,34
40% Fibres	3% Silice	135,07	98,69	79,37
Effet du type de nanoparticules				
40% Fibres	0%	133,47	98,43	77,93
40% Fibres	5% Alumine	134,11	100,81	86,89
40% Fibres	5% Silice	133,38	101,8	92,22

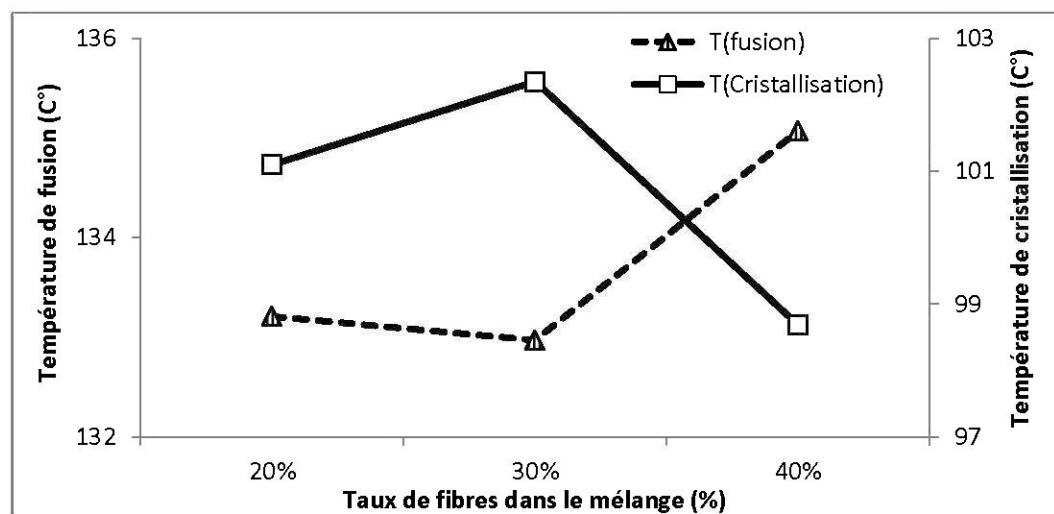


Figure 3.2: Température de fusion et de cristallisation des composites bois-polymère avec différentes teneurs en fibres.

Sample: 20% F 1% Al
Size: 10.5000 mg
Method: Oxygen induction time

DSC

File: C:\...DSC mokhtar\20% F % 1%AL.003
Operator: mokhtar
Run Date: 22-Oct-2013 14:14
Instrument: DSC Q20 V24.4 Build 116

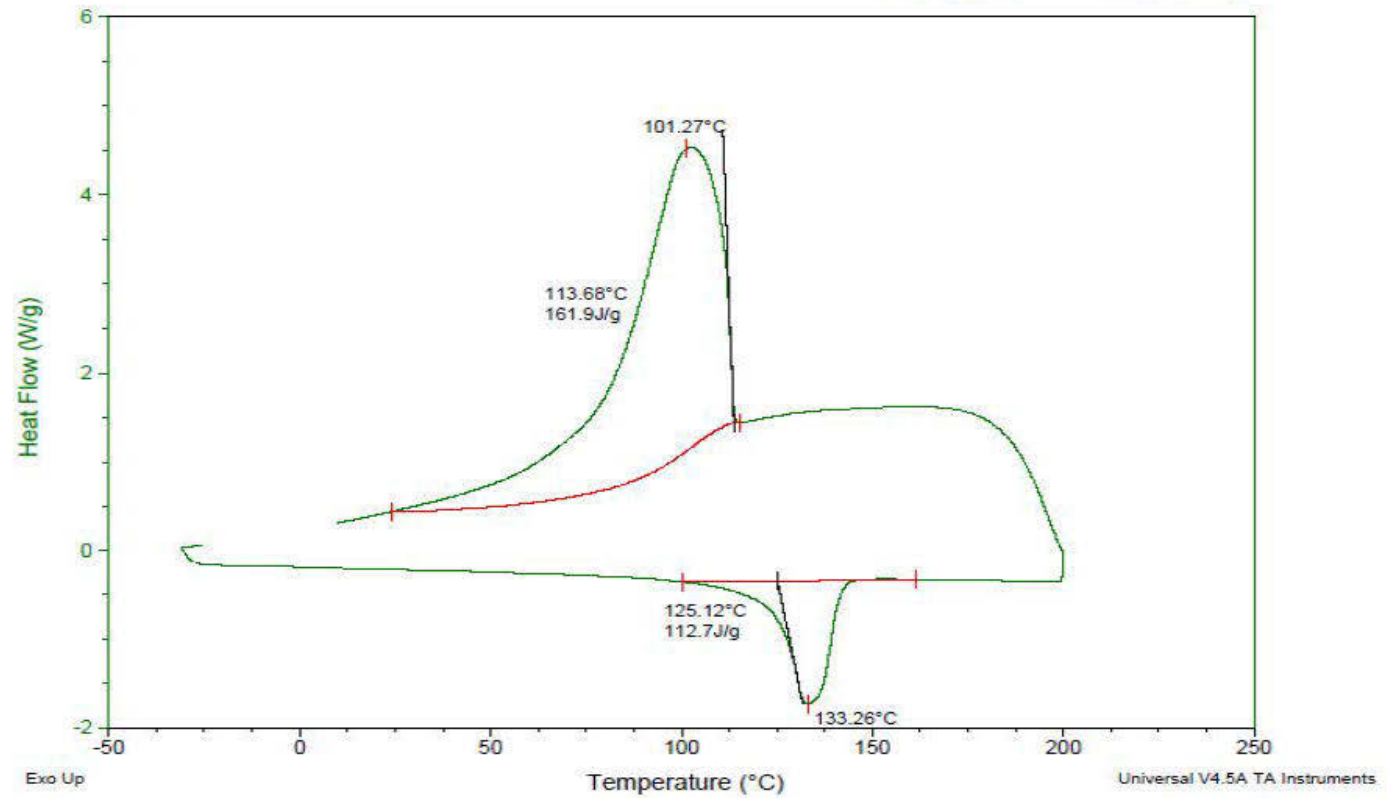


Figure 3.3 : Courbe du flux de chaleur en fonction de la température pour un composite à 20% de fibres et 1% d'alumine nanométrique.

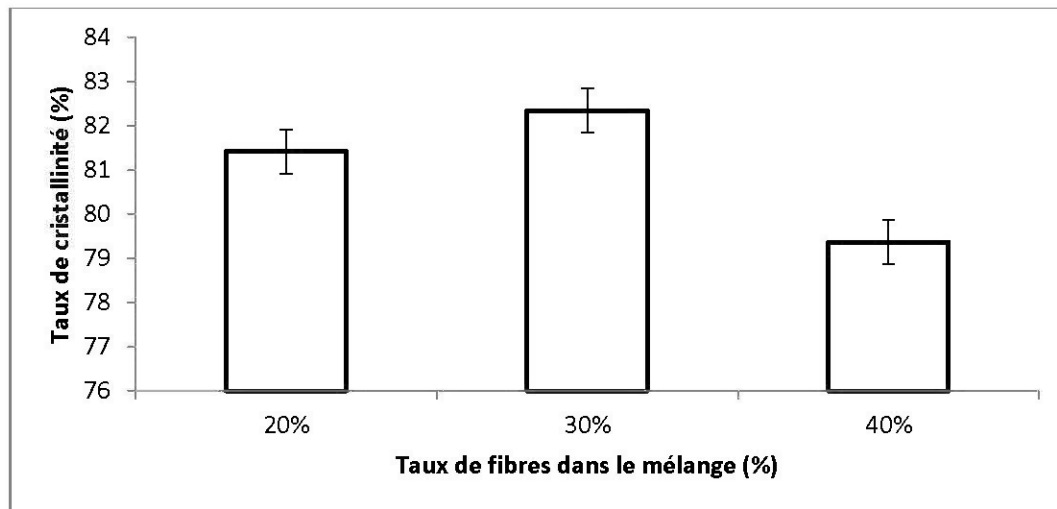


Figure 3.4: Taux de cristallinité des composites bois-polymère avec différentes teneurs en fibres.

Il est évident que l'incorporation des nanoparticules augmente la température de cristallisation ainsi que le taux de cristallinité. Cependant, les figures 3.5 et 3.6 montrent clairement que la silice nanométrique est plus efficace que l'alumine nanométrique quant à l'amélioration de ces paramètres.

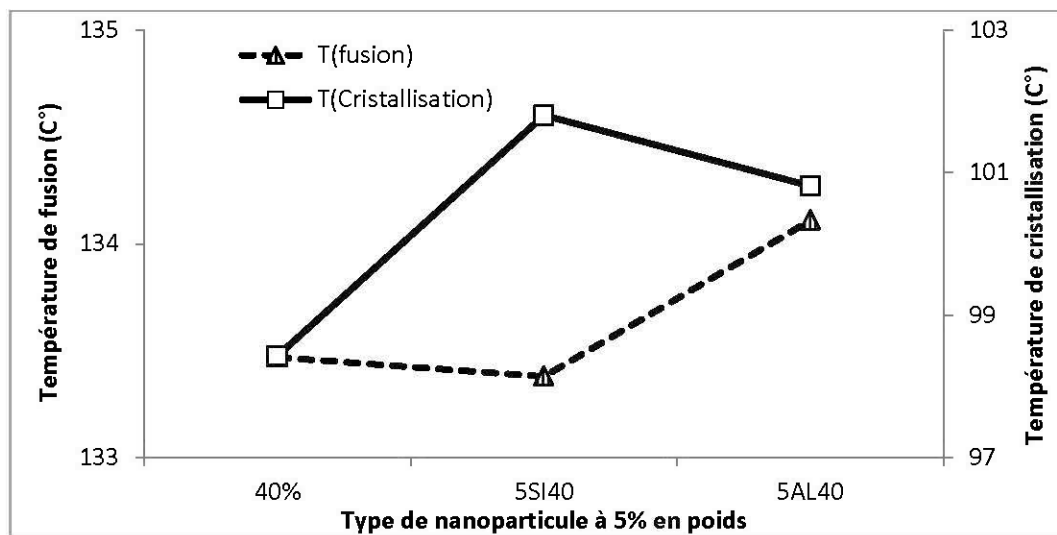


Figure 3.5: Température de fusion et de cristallisation des composites bois-polymère avec différents types de nanoparticules.

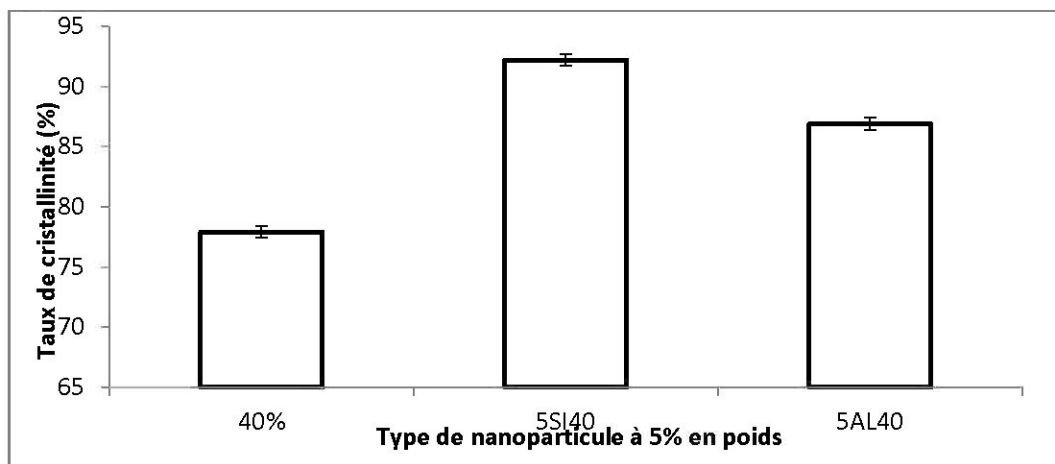


Figure 3.6: Température de fusion et de cristallisation des composites bois-polymère avec différents types de nanoparticules.

L'incorporation de l'Alu C805 dans un mélange contenant 20% de fibres accroît la température de fusion ainsi que celle de cristallisation et procure un matériau avec un meilleur taux de cristallinité. D'après la figure 3.7 plus le taux de nanocharges est important plus la température de cristallisation augmente. Toutefois, la température de fusion augmente avec l'incorporation de 1% de cette nanoparticule puis commence à régresser. Quant au taux de cristallinité, celui-ci atteint son maximum avec un ajout de 3% d'Alu C 805 (Figure 3.8).

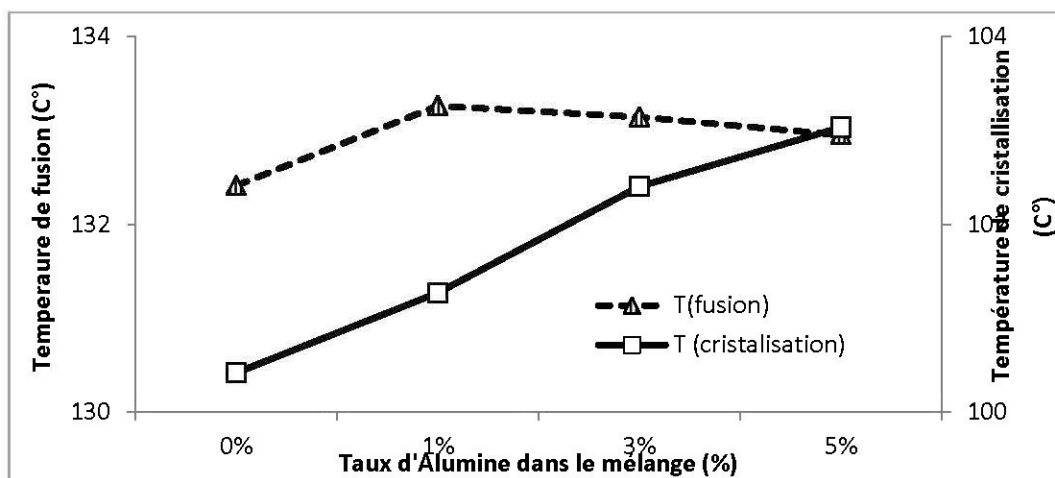


Figure 3.7: Température de fusion et de cristallisation des composites bois-polymère avec différentes teneurs en d'alumine (Alu C 805).

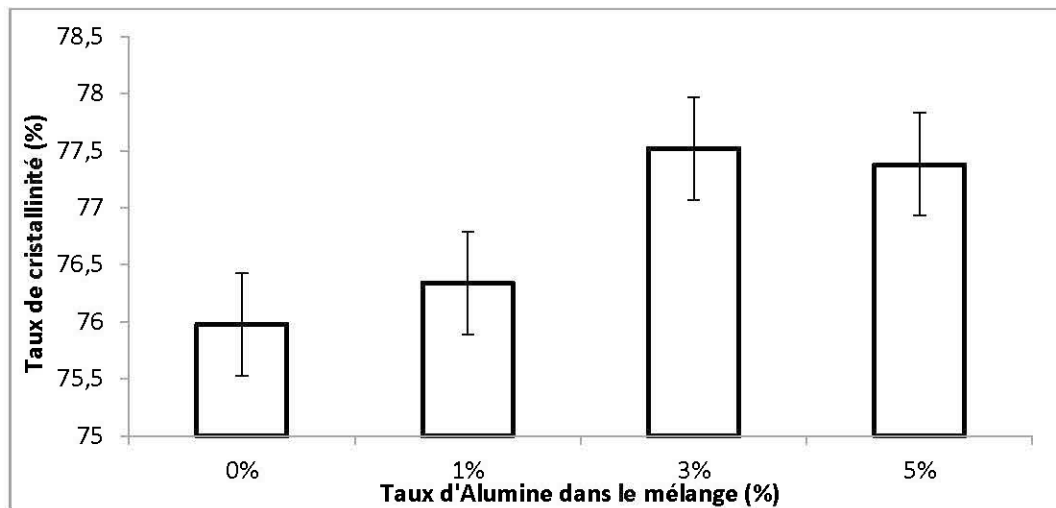


Figure 3.8: Taux de cristallinité des composites bois-polymère avec différentes teneurs d'alumine (ALU C 805).

3.3. Propriétés rhéologiques :

Les résultats obtenus à l'aide du rhéomètre à couple montrent que le taux de fibres, le taux de nanoparticules ainsi que leurs types jouent un rôle important dans la valeur du couple à la stabilité et l'énergie de transformation (Tableau 3.3).

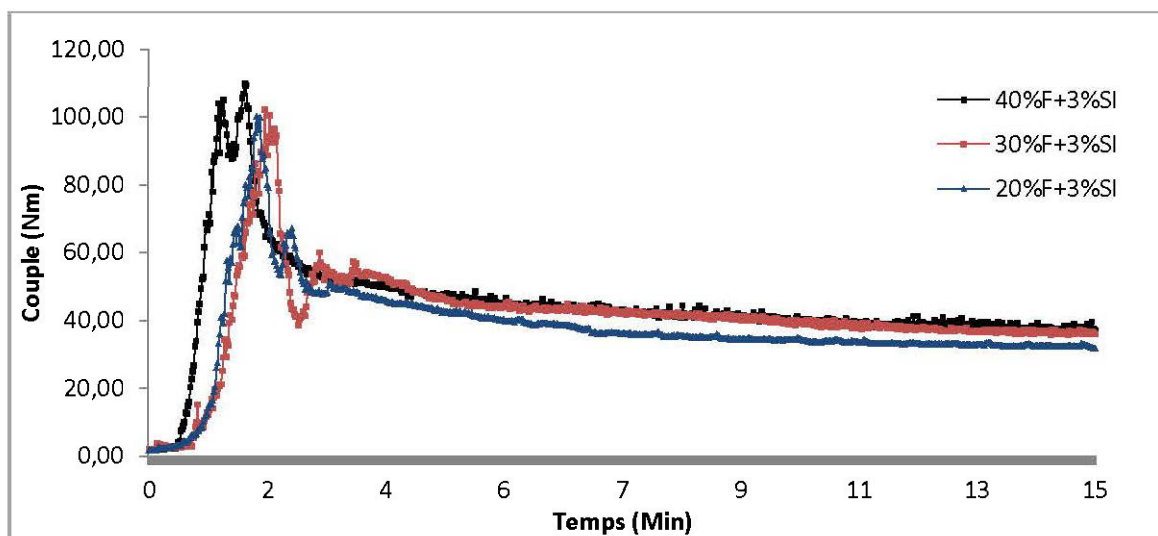


Figure 3.9: Courbes du rhéomètre à couple pour les composites à différents taux de fibres.

Tableau 3.3: Propriétés rhéologiques des composites bois-polymère avec des teneurs variables en fibres et différents taux et types de nanoparticules.

Taux de fibres (%)	Taux et type de nanoparticules (%)	Énergie (KJ)	Puissance (W)	Couple maximum (N.m)	Couple à la stabilisation (N.m)
Effet du taux de nanoparticules					
20 % Fibres	0 %	36,2	40,7	142,2	31,9
20 % Fibres	1 % Alumine	35,8	39,8	146,4	31,6
20 % Fibres	3 % Alumine	35	38,9	125,2	31
20 % Fibres	5 % Alumine	33,1	36,74	124,9	29,6
Effet de la teneur en fibres					
20 % Fibres	3 % Silice	34	37,7	100,7	32
30 % Fibres	3 % Silice	37,2	41,31	102,3	36
40 % Fibres	3 % Silice	40,3	44,73	109,9	37,1
Effet du type de nanoparticules					
40 % Fibres	0 %	43,8	48,7	127,1	40,1
40 % Fibres	5 % Alumine	36,2	40,2	98	35,8
40 % Fibres	5 % Silice	43	47,8	138	37,5
40 % Fibres	5 % Garamite	38,1	42,3	70,1	39

La figure 3.9 illustre la variation du couple en fonction du temps pour les différents composites à teneur variable en bois. Comme on l'avait expliqué dans la revue de littérature, le mélange passe par une première phase d'alimentation qui s'achève par un pic. Or, pour le composite renfermant 40% de fibres, on assiste à deux pics séparés. Le couple à la stabilisation est d'autant plus grand que le taux de fibres contenu dans le mélange est important (Figure 3.12). On enregistre également que le temps d'alimentation pour un mélange à 20% de fibre est légèrement inférieur à celui contenant 30% de fibres. L'incorporation des fibres augmente considérablement l'énergie mécanique nécessaire à la mise en forme du mélange. Celle-ci passe de 33,9 kJ pour un mélange à 20 % de fibres à 40,2 kJ pour un mélange à 40 % de fibres (Figure 3.12).

La figure 3.10 nous montre le couple en fonction du temps pour les composites avec différents types de nanoparticules. La garamite est caractérisée par le couple maximal le moins important, mais également le temps de fusion le plus imminent. Par rapport au composite ne contenant pas de nanocharges, la présence de nanoparticules dans le matériau entraîne une réduction de la valeur du couple obtenu à la stabilisation ainsi que de l'énergie de transformation de ce fait, l'alumine est la nanocharge la plus efficace dans la baisse de ces paramètres au-delà d'un temps de séjour de 15 min dans le rhéomètre (Figure 3.13).

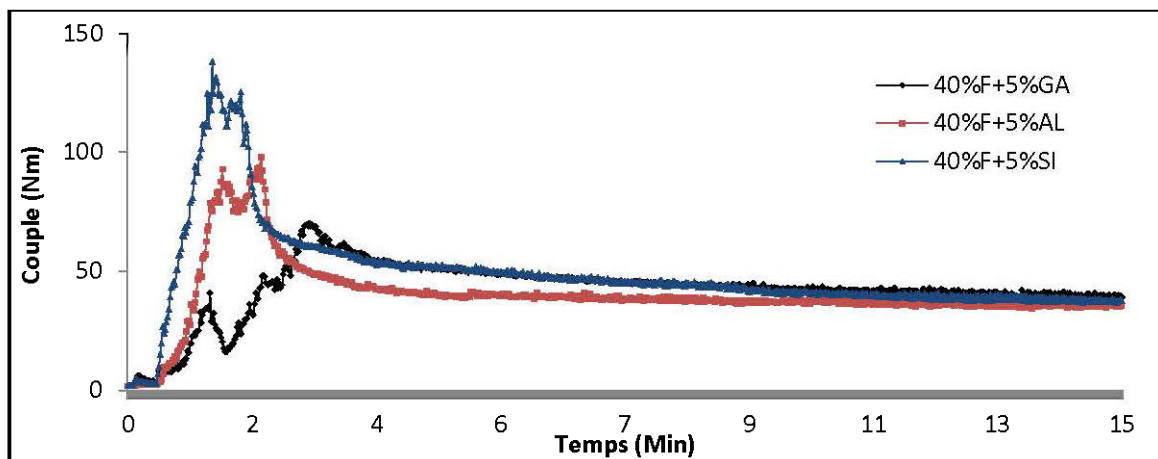


Figure 3.10: Courbes du rhéomètre à couple pour les composites à différents types de nanoparticules.

La figure 3.11 présente la variation du couple en fonction du temps pour les composites à différentes teneurs en alumine. Le pourcentage de nanocharge n'influe pas significativement sur le temps d'alimentation. Cependant, on remarque que le temps de fusion diminue lorsqu'on augmente le ratio d'alumine dans le mélange. En ce qui concerne l'influence du taux de nanoparticules, plus le pourcentage massique d'alumine est important dans le mélange plus on assiste à une diminution du couple ainsi que de l'énergie (Figure 3.15).

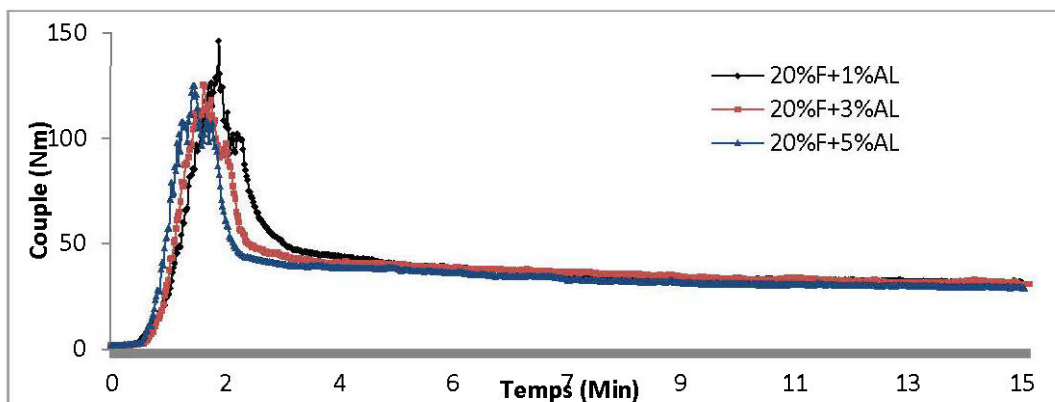


Figure 3.11: Courbes du rhéomètre à couple pour les composites à différents taux d'Alu C805.

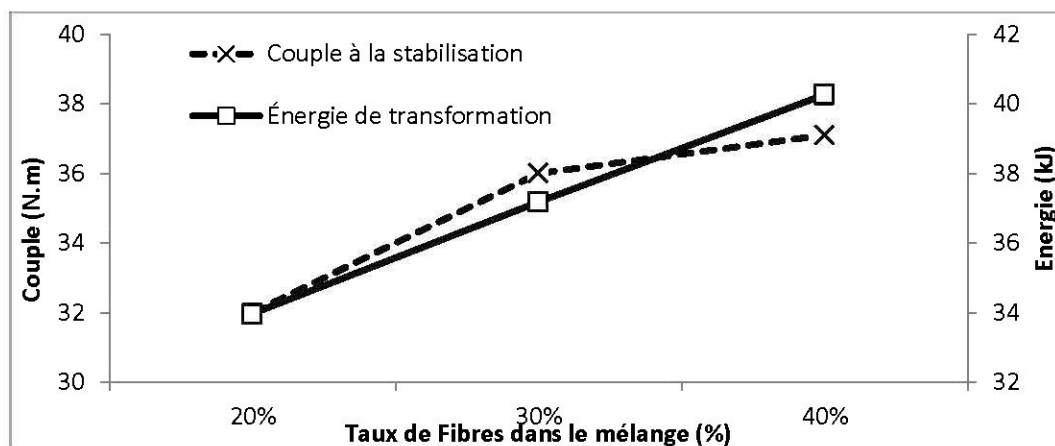


Figure 3.12 : Couple à la stabilisation et énergie de transformation des composites bois-polymère avec différents taux de fibres.

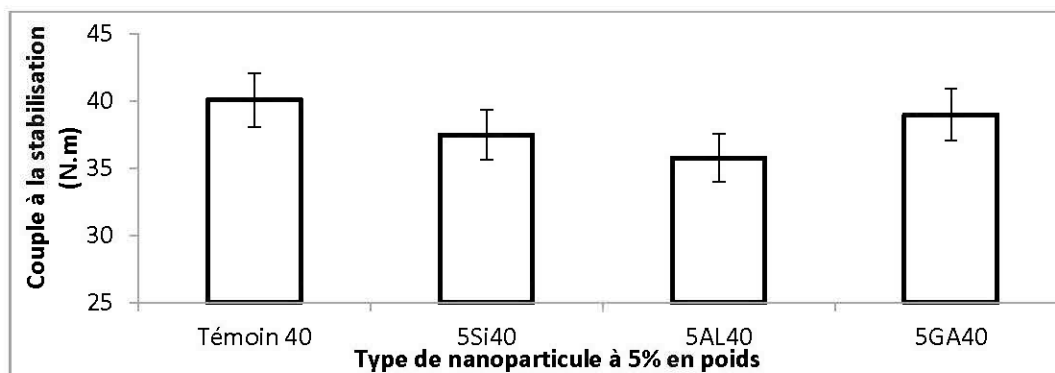


Figure 3.13 : Couple à la stabilisation des composites bois-polymère avec différents types de nanoparticules.

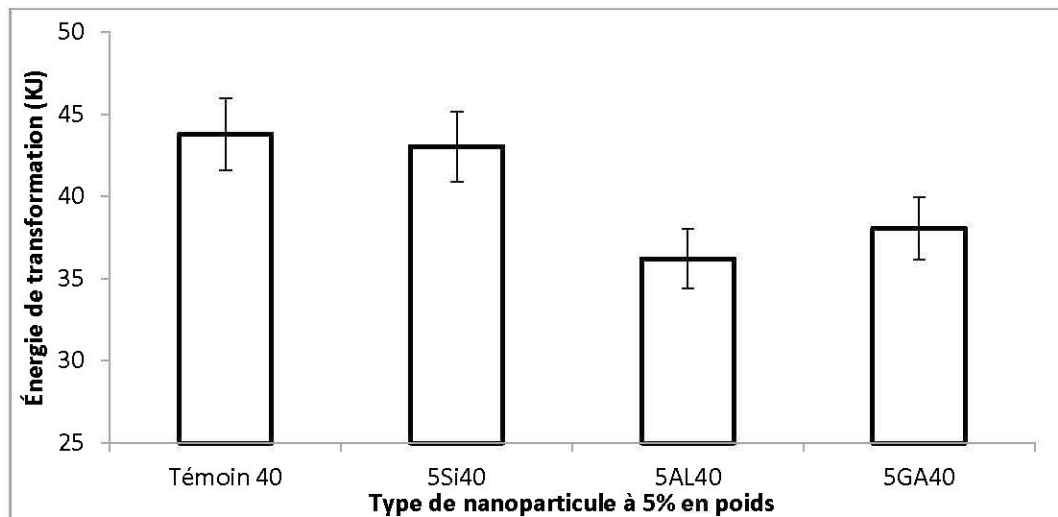


Figure 3.14: Énergie de transformation des composites bois-polymère avec différents types de nanoparticules.

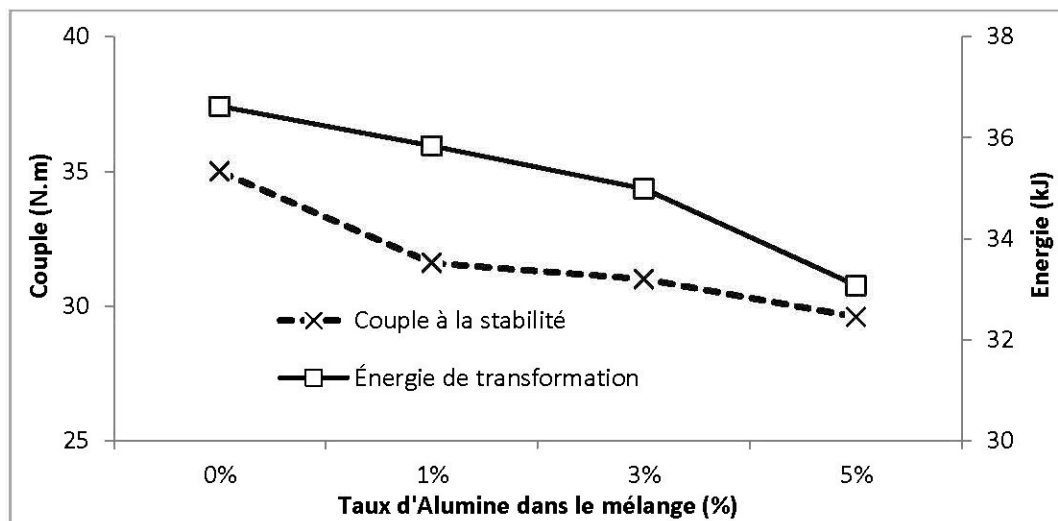


Figure 3.15: Couple à la stabilisation et Énergie de transformation des composites bois-polymère avec différents taux d'alumine.

3.4. Propriétés physico-mécaniques:

3.4.1 Analyse de la variance

Les résultats de l'analyse de la variance des effets du taux de fibres, du type de nanoparticules et de leurs proportions sur les propriétés physiques et mécaniques sont résumés dans le tableau 3.3. L'ANOVA montre que toutes les propriétés mécaniques ainsi que l'absorption d'eau varient significativement en fonction de la proportion de fibres, du type et du taux de nanoparticules. Cependant, les interactions entre ces trois paramètres ne sont pas significatives quant au gonflement massique. Concernant les propriétés mécaniques on peut constater les interactions entre la proportion de fibre / le type de nanoparticules ainsi que celles entre le type de nanoparticules / le taux de nanoparticule sont hautement significatives.

Tableau 3.4: Résultats des analyses de variance (ANOVA) pour les propriétés mécaniques et physiques.

Source	Propriétés mécaniques							Propriétés physiques
	Flexion 3 points			Traction simple			Impact IZOD	Gonflement massique
	MOE	MOR	ϵ	MOE	MOR	ϵ	Énergie d'impact	
Proportion de fibres (A)	3420,2**	4124,3**	403,06**	3478**	3646**	371,2**	9,55**	302,5**
Type de nanoparticules (B)	370,9**	695,4**	101,67**	1931**	635,7**	9,64**	22,45**	6,89**
Taux de nanoparticule (C)	1110,3**	128,4**	3750,7**	680,1**	330,21**	336,1**	25,3**	65,14**
A x B	0,34 ns	120,12**	120,64**	1812**	1415**	1245**	16,1**	0,765 ns
A x C	48,8**	11,86**	197,2**	34,24**	36,9**	6,92**	1,083 ns	0,748 ns
B x C	14,4**	25,41**	12,6**	5,28*	18,5**	0,04 ns	4,52*	6,62*
A x B x C	0,34 ns	120,12**	120,64**	43,74**	197,4**	29,34**	4,13*	2,21 ns

* : significatif à 0,05; ** : significatif à 0,01; ns : non significatif

3.4.2 Propriétés mécaniques :

On présente dans cette section, les résultats des essais sur les propriétés en flexion, en traction et les résultats des essais d'impact IZOD (Tableaux 3.4 et 3.5). Les propriétés mécaniques sont également influencées par le pourcentage massique des fibres, le taux et le type des nanoparticules. L'ajout des fibres dans le composite augmente son module d'élasticité (Figure 3.16) ainsi que son module de rupture que ce soit en flexion ou en traction (Figure 3.17). Par contre, l'augmentation de la teneur en fibres diminue la déformation maximale du composite et amoindrit son énergie de rupture (Figure 3.18).

Tableau 3.5: Propriétés en flexion 3 points des composites bois-polymère avec des teneurs variables en fibres et différents taux et types de nanoparticules.

Taux de fibres (%)	Taux et type de nanoparticules (%)	MOE (GPa)	MOR (MPa)	Déformation maximale (%)
Effet du taux de nanoparticules				
20 % Fibres	0 %	1,40	38,7	13,88
20 % Fibres	1 % Alumine	1,38	24,8	9,44
20 % Fibres	3 % Alumine	1,29	24,2	7,70
20 % Fibres	5 % Alumine	1,25	23,5	7,52
Effet de la teneur en fibres				
20 % Fibres	3 % Silice	1,25	24,1	7,68
30 % Fibres	3 % Silice	1,81	34,3	7,30
40 % Fibres	3 % Silice	2,19	47,2	6,46
Effet du type de nanoparticules				
40 % Fibres	0 %	2,54	52,8	7,03
40 % Fibres	5 % Alumine	2,01	41,2	5,35
40 % Fibres	5 % Silice	2,07	42,6	5,68
40 % Fibres	5 % Garamite	2,82	57,8	4,61

Dépendamment du type de nanoparticules utilisé dans le composite, celle-ci peut augmenter de 20 % le module d'élasticité ou le rendre 30 % plus bas que sa valeur dans un mélange exempt de nanoparticules (Figure 3.19), on observe également cette

tendance dans le module de rupture en flexion et la contrainte maximale en traction. En effet, la contrainte maximale en traction passe de 38,8 MPa dans un composite sans nanoparticules à 40,9 MPa dans son homologue contenant 5 % de Garamite et il régresse pour atteindre 22 MPa dans un mélange contenant 5 % de Silice nanométrique. Quant à la déformation maximale et l'énergie de rupture, l'incorporation des nanoparticules diminue ces deux paramètres, mais on distingue également que la garamite procure le matériau avec le comportement ductile le plus faible et l'énergie d'impact IZOD la plus basse.

Tableau 3.6: Propriétés en traction et énergie d'impact IZOD des composites bois-polymères avec des teneurs variables en fibres et différents taux et types de nanoparticules.

Taux de fibres (%)	Taux et type de nanoparticules (%)	MOE (GPa)	MOR (MPa)	Déformation maximale (%)	Énergie d'impact IZOD (KJ/m ²)
Effet du taux de nanoparticules					
20 % Fibres	0 %	1,10	28,3	7,7	22,5
20 % Fibres	1 % Alumine	0,94	27,5	7,45	14,9
20 % Fibres	3 % Alumine	0,86	22,8	7,14	17,3
20 % Fibres	5 % Alumine	0,76	22	6,63	17,5
Effet de la teneur en fibres					
20 % Fibres	3 % Silice	0,83	22,4	7,08	23,7
30 % Fibres	3 % Silice	1,2	30,5	5,26	20,8
40 % Fibres	3 % Silice	1,38	36,2	4,12	18,7
Effet du type de nanoparticules					
40 % Fibres	0 %	1,82	38,7	4,13	18,2
40 % Fibres	5 % Alumine	1,29	31,6	3,78	10,3
40 % Fibres	5 % Silice	1,32	22	3,65	13,8
40 % Fibres	5 % Garamite	2,19	40,9	3,16	9,4

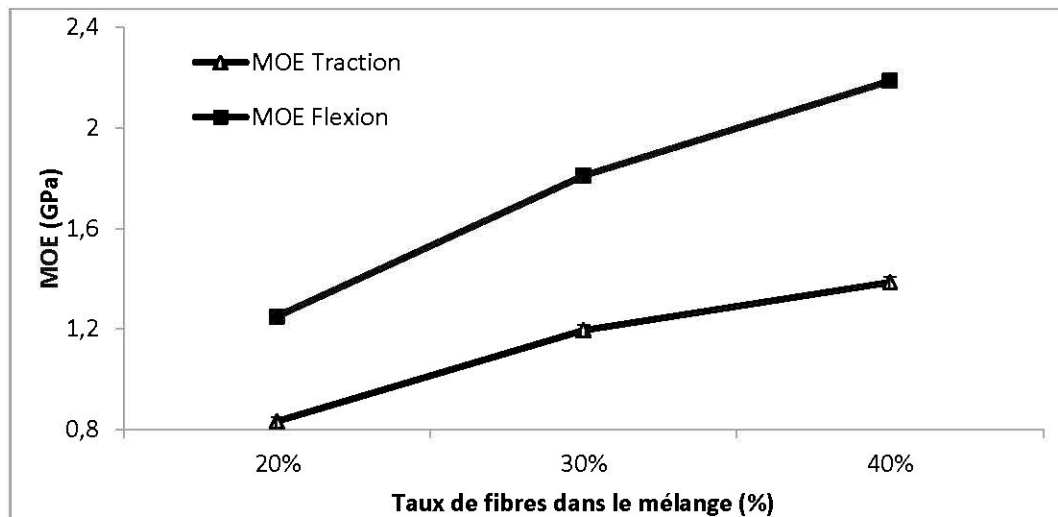


Figure 3.16: Modules d'élasticité en flexion et en traction des composites bois-polymère avec différents taux de fibres.

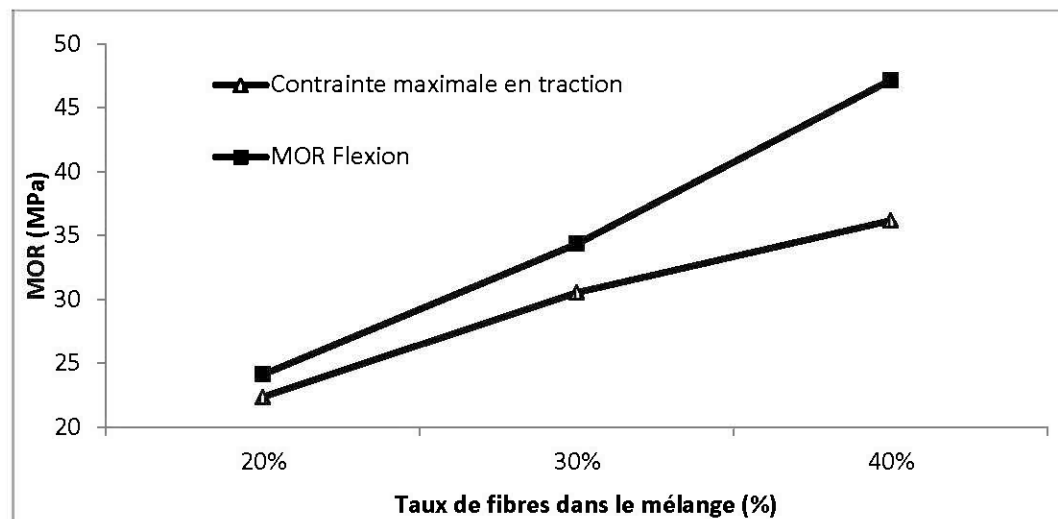


Figure 3.17: Module de rupture en flexion et contrainte maximale en traction des composites bois-polymère avec différents taux de fibres.

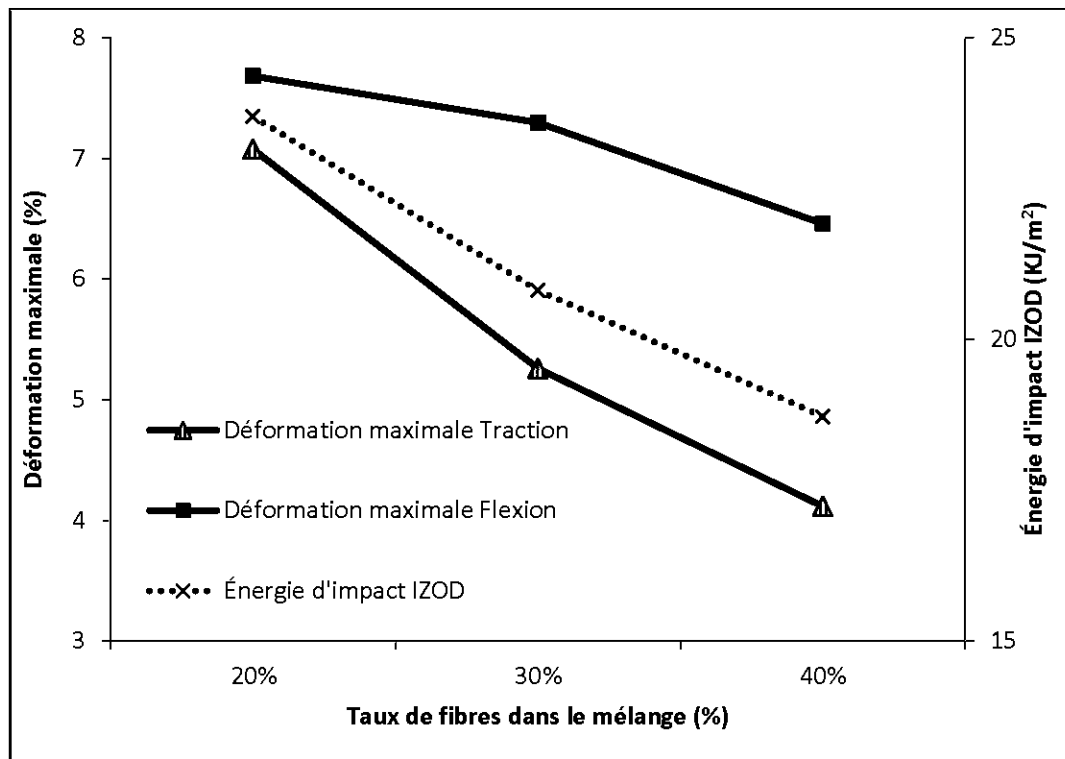


Figure 3.18: Déformations maximales en flexion et en traction et énergie d'impact IZOD des composites bois-polymère avec différents taux de fibres.

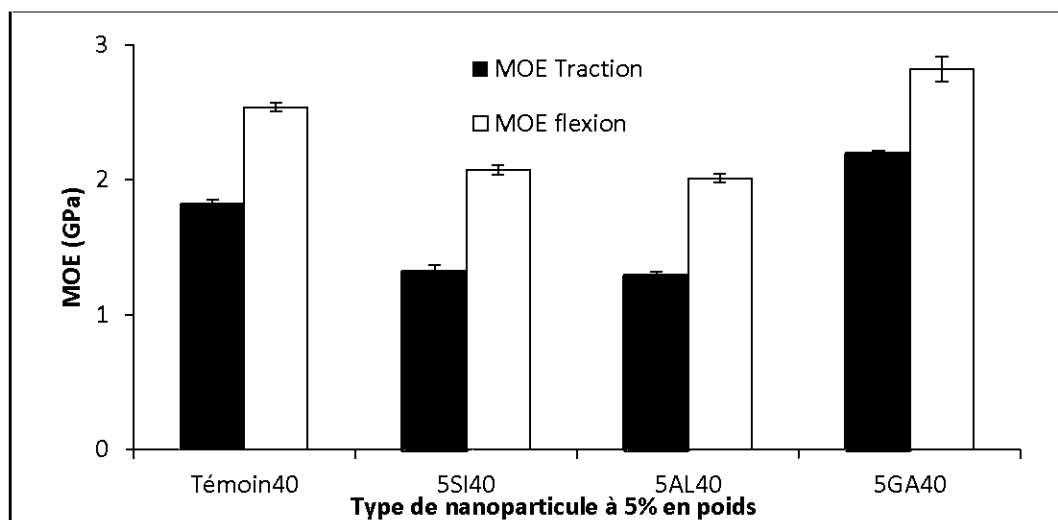


Figure 3.19: Modules d'élasticité en flexion et en traction des composites bois-polymère avec différents types de nanoparticules.

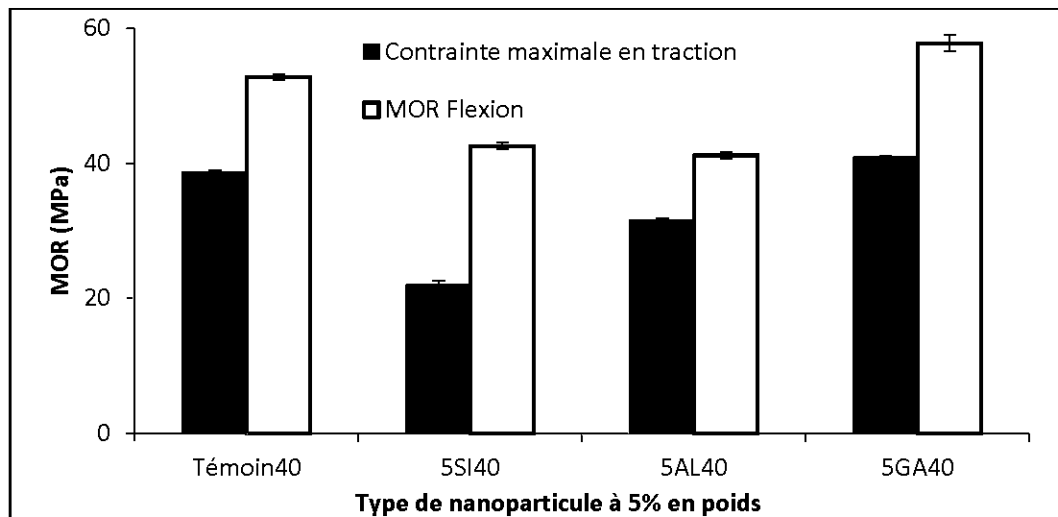


Figure 3.20: Module de rupture en flexion et contrainte maximale en traction des composites bois-polymère avec différents types de nanoparticules.

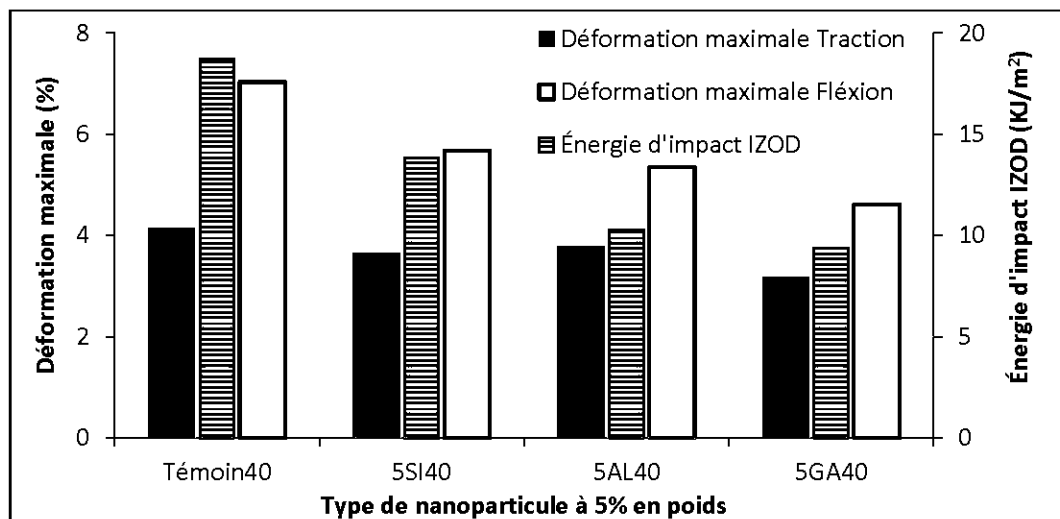


Figure 3.21: Déformations maximales en flexion et en traction et énergie d'impact IZOD des composites bois-polymère avec différents types de nanoparticules.

A 20 % de fibres dans lesquels on a incorporé différents taux de nanoparticules (Alu C805)

(Figure 3.22 à 3.24) et, quel que soit l'essai réalisé, plus le taux de cette nanoparticule est

important dans le composite plus celui-ci devient souple, mou et fragile. L'énergie d'impact IZOD quant à elle n'a pas une tendance claire. Elle diminue à l'ajout de 1 % d'Alumine puis commence à augmenter pour des ajouts de 3 % et 5 % de cette même nanoparticule. Toutefois, les valeurs de l'énergie d'impact IZOD restent inférieures à ceux dans un matériau exempt de nanocharges.

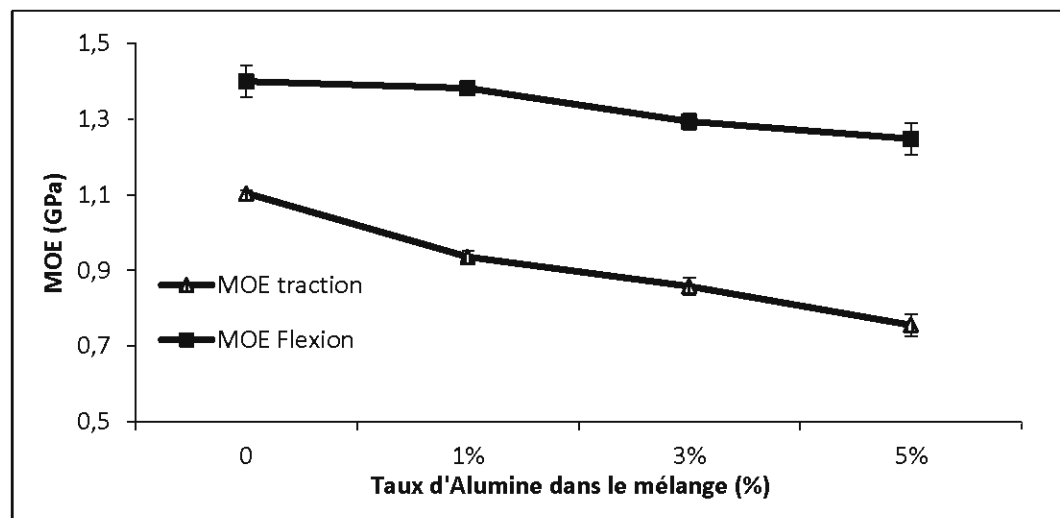


Figure 3.22: Module d'élasticité en flexion et contrainte en traction des composites bois-polymère avec différents teneurs de nanoparticules.

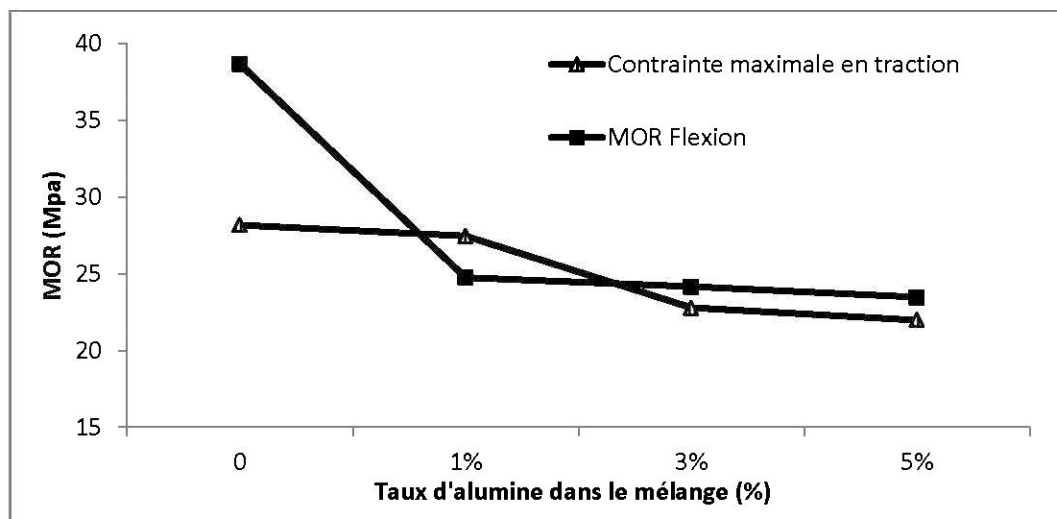


Figure 3.23: Module de rupture en flexion et contrainte maximale en traction des composites bois-polymère avec différentes teneurs de nanoparticules.

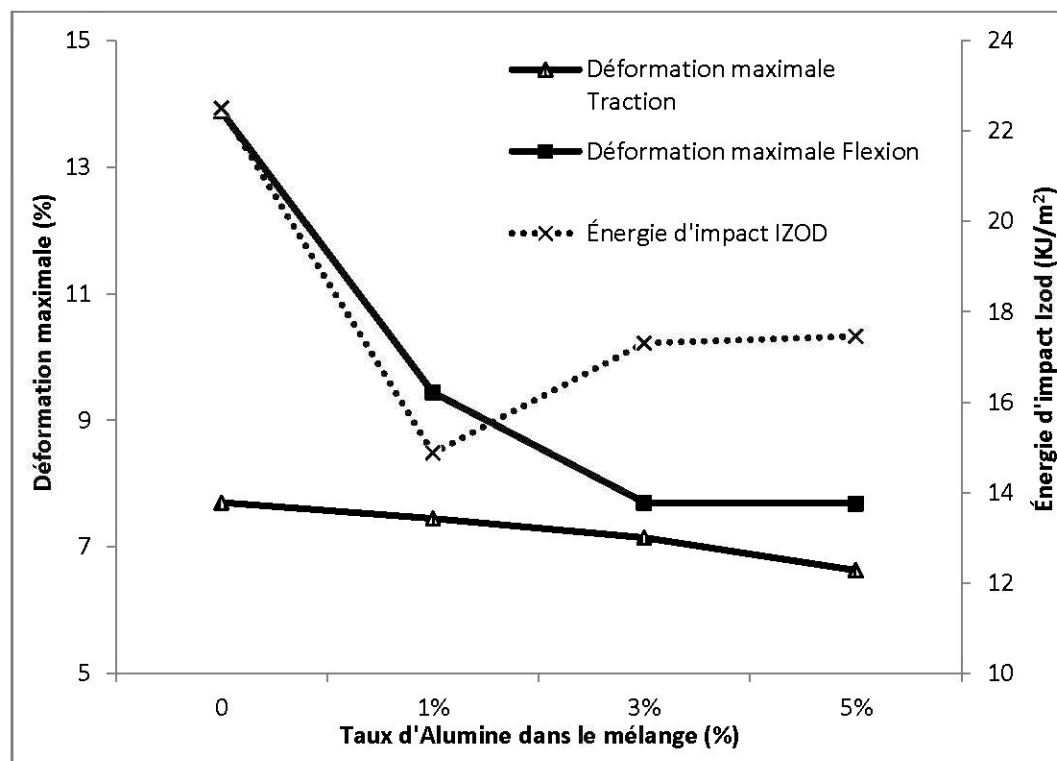


Figure 3.24 : Déformation maximale en flexion et en traction et énergie d'impact IZOD des composites bois-polymère avec différentes teneurs de nanoparticules.

3.4.3 Propriétés physiques :

Tableau 3.7: Gonflement massique des composites bois-polymère avec des teneurs variables en fibres et différents taux et types de nanoparticules.

Taux de fibres (%)	Taux et type de nanoparticules (%)	Gonflement massique (%)						
		24 h	168 h	504 h	840 h	1176 h	1512 h	2016 h
Effet du taux de nanoparticules								
20 %	0 %	0,4	0,54	0,81	0,9	1,09	1,16	1,21
20 %	1 % Alumine	0,42	0,76	1,26	1,26	1,52	1,64	1,84
20 %	3 % Alumine	0,40	0,73	1,11	1,24	1,39	1,47	1,68
20 %	5 % Alumine	0,37	0,74	1,00	1,15	1,32	1,44	1,67
Effet de la teneur en fibres								
20 %	3 % Silice	0,34	0,66	0,92	1,04	1,13	1,32	1,55
30 %	3 % Silice	0,47	1,04	1,51	1,65	1,86	2,08	2,29
40 %	3 % Silice	0,71	1,32	2,19	2,39	2,80	3,27	3,56
Effet du type de nanoparticules								
40 %	0 %	0,70	1,33	1,64	1,98	2,4	2,74	2,84
40 %	5 % Alumine	0,87	1,84	2,76	3,20	3,79	4,37	5,07
40 %	5 % Silice	0,78	1,66	2,65	3,03	3,63	4,31	4,83
40 %	5%Garamite	0,88	2,11	3,28	3,83	4,51	5,30	5,99

Les résultats de l'essai d'immersion dans l'eau montrent que l'absorption massique des composites varie en fonction de la teneur en fibres, du type et de la teneur de nanoparticules incorporée dans le mélange (Tableau 3.6). Les courbes expérimentales d'absorption d'eau montrent que le gonflement massique augmente considérablement avec l'ajout de fibres dans le mélange (Figure 3.25). Pour le même temps d'immersion le gonflement est de 130 % plus important pour un composite contenant

40 % de fibres comparativement à un composite qui en contient 20 %. L'ajout de 5 % de nanoparticules quant à lui augmente significativement l'absorption des composites bois-polymère (Figure 3.26). En effet, l'incorporation de la garamite tend à promouvoir le gonflement massique de 2,84 % pour un mélange sans nanocharges à 5,99%.

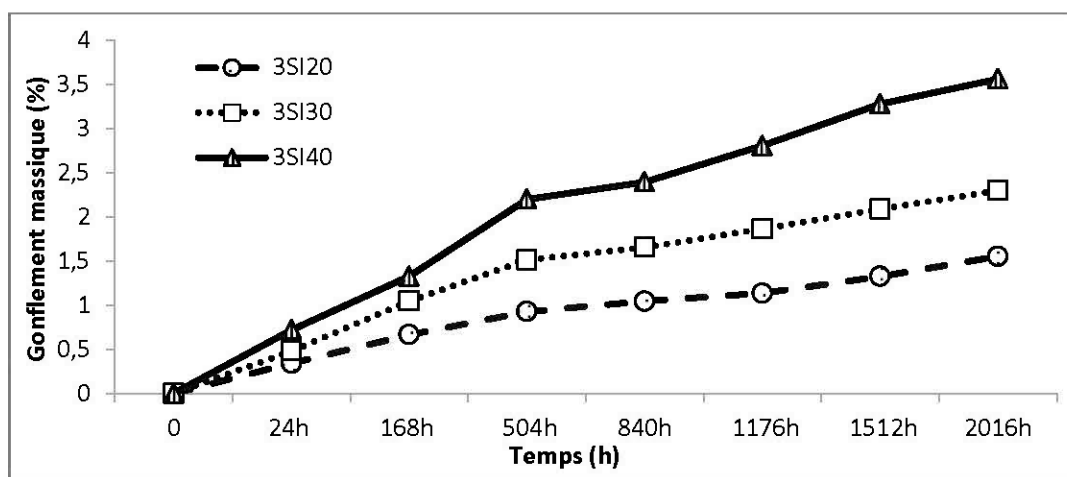


Figure 3.25: Gonflement massique des composites bois-polymère avec différents taux de fibres.

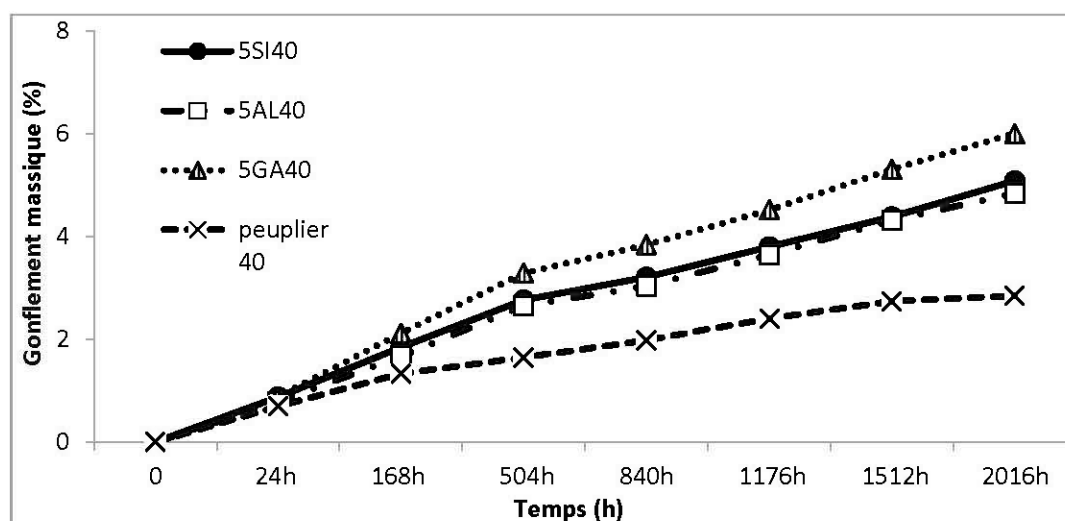


Figure 3.26: Gonflement massique des composites bois-polymère avec différents types de nanoparticules.

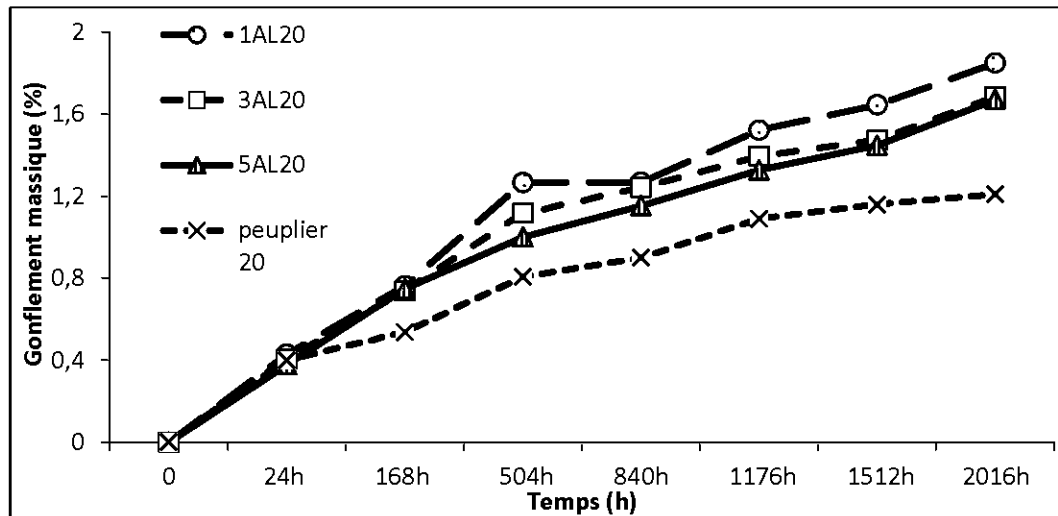


Figure 3.27: Gonflement massique des composites bois-polymère avec différentes teneurs de nanoparticules.

En incorporant l'Alu C805 à différentes teneurs dans le composite, il s'est avéré que cette nanoparticule augmente le gonflement massique du matériau de 50% avec 1% d'ajout. Plus on amplifie la teneur de cette nanocharge, plus la valeur de ce paramètre décroît, tout en restant supérieure au composite témoin (sans nanoparticule) (Figure 53).

CHAPITRE IV :

DISCUSSION

4.1. Effet de la teneur en fibres

D'après les résultats obtenus par les essais de DSC, le taux de fibres affecte légèrement la température de cristallisation et de fusion. Cependant, leur apport ne suit pas une tendance linéaire. Certains chercheurs pensent même que le taux de fibres dans le composite n'affecte pas la température de fusion (Bouza et al. 2006; Borysiak 2007). Il est bien connu que la présence d'une surface solide en contact avec le polymère semi-cristallin au cours de la cristallisation pourrait induire à des nucléations hétérogènes (Avrami, 1939). Dans cette optique, Bouafif, (2009) indique que l'ajout des particules de bois à la matrice polymère augmente la cristallinité du mélange et la température de cristallinité du mélange en agissant comme agent de nucléation. Ces conclusions viennent en effet confirmer ceux de Joseph et al (1997). Pour les composites à matrice polymères, il est souvent indispensable de connaître la cristallinité. En effet, celle-ci représente un facteur important dans la détermination de la rigidité ainsi que le comportement de la matrice cristallisée dans le mélange peut former des agrégats et des enchevêtrements empêchant de ce fait les chaînes de polymère de cristalliser au cours du refroidissement.

Les essais réalisés avec le rhéomètre à couple ont permis de comprendre l'effet des paramètres à l'étude sur le couple et sur l'énergie nécessaire pour transformer le matériau. Les résultats quant à l'augmentation de la teneur en fibres, montrent un accroissement de la viscosité. Ces conclusions sont en parfait accord avec des études précédentes (Ismail et Bakar 2006; Li et al 2004). L'explication la plus plausible pour interpréter l'accroissement du couple ainsi que celui de l'énergie, serait de prendre en considération l'augmentation de l'aire de contact à l'interface entre les deux phases

en présence (matrice PE et charge fibreuse); ainsi, le frottement engendré par le glissement des chaînes aussi bien de la matrice PE que des fibres de bois renforce la résistance à l'écoulement du matériau dans les conditions de mise en forme à l'état fondu. En effet, étant donné que le couple enregistré est de toute évidence, proportionnel à la viscosité du matériau composite en cours d'élaboration, l'opposition à l'orientation des chaînes dans le sens de l'écoulement généré par les fibres de la charge serait à l'origine de la hausse du couple. D'un autre côté, les groupements anhydrides greffés à la chaîne du compatibilisant réagissent par voie fondue avec les groupements hydroxyles présents à la périphérie des fibres de bois grâce à une réaction d'estérification. Celle-ci tend à réduire la polarité et l'hygroscopicité des fibres de peuplier faux-tremble améliorant en conséquence la compatibilité avec la polyoléfine. Effectivement, le copolymère PE-g-AM se localise préférentiellement à l'interface et suite à l'estérification qui va avoir lieu, la densité des forces interactives à l'interface augmente et va provoquer une élévation de la résistance au glissement. En d'autres termes, lorsqu'on accroît la teneur des fibres, le volume occupé par la charge devient plus important et la surface mouillée reflétant les interactions polymères/fibres augmentent, bien que les interactions fibres/fibres qui n'ont apparemment aucune répercussion sur la consistance du matériau à l'état fondu se consolident au fur et à mesure qu'on augmente le taux des fibres.

Les résultats mécaniques à savoir les essais de traction, les essais de flexion et l'essai d'impact IZOD montrent qu'il y'a une corrélation entre ceux-là et la proportion de fibres dans le mélange. En effet, plus la teneur des fibres est importante dans le composite plus le module d'élasticité et le module de rupture en flexion et en traction seront améliorés. Ces constatations viennent appuyer les recherches menées par Migneault et al (2014). Cependant, l'ajout de fibres est aussi responsable de la fragilisation du matériau et de la diminution de son énergie d'impact. Ces mêmes résultats ont également été rapportés par Bouafif et al (2009). En effet, les fibres de bois vont agir comme une charge dans la matrice polymère. De ce fait, les contraintes

appliquées seront transmises aisément aux fibres de bois, d'où l'obtention d'une structure beaucoup plus rigide et fragile.

L'absorption d'eau représente un critère de qualité assez important pour les produits d'usage extérieur. Par ailleurs, plus le composite contient une charge lignocellulosique, plus son gonflement massique est important. Ce résultat est en accord avec les recherches de Falk et al (2001) qui ont constaté que le caractère hydrophile des fibres est responsable de l'absorption de l'eau. De ce fait, plus la teneur en fibres est faible, plus il y'a moins de composantes hydrophiles dans le mélange.

4.2. Effet des nanoparticules

L'incorporation des nanoparticules a une influence sur les propriétés thermiques des composites. En effet, qu'il s'agisse de température de fusion, de température de cristallisation ou de taux de cristallinité, les nanocharges tendent à augmenter ces valeurs. Cet accroissement a été associé à une réduction de la flexibilité des chaînes polymères. Implicitement, la présence de nanoparticules est censée induire des restrictions de mobilité moléculaire ce qui se traduit par les résultats obtenus. Les mêmes résultats ont été observés par Colton et Suh (1987) et plus tard chez Guo et al (2007) et Kord (2011). En effet, ces auteurs attribuent ce changement au niveau de la température et le taux de cristallinité aux nanoparticules. Ils suggèrent que l'incorporation de ces nanocharges augmente la vitesse de nucléation en réduisant la barrière énergétique de celle-ci. Cependant, Lee et al (2010) qui a traité l'effet de la montmorillonite sur les propriétés des composites a déduit que l'incorporation de 5% de cette nanoargile a un effet négligeable sur la température et le taux de cristallinité. Il existe également d'autres études qui ont étudié la cristallisation des nanocomposites à base d'autres types de particules nanoscopiques et qui sont arrivés à des conclusions différentes. Parmi elles on peut citer celle de Nazhad et al (2012) qui affirment que la présence de CaCO_3 interfère avec le processus de cristallisation et réduit de ce fait la cristallinité du composite. Ils ajoutent également que ceci est dû à la réduction de la

mobilité des chaînes de polymères causés par les surfaces modifiées des nanoparticules; et que celles-ci entraînent le blocage ou la destruction des centres de nucléations qui sont responsables de catalyser la polymérisation.

Une des hypothèses de notre étude suggérait que les nanoparticules entraînent une diminution de la viscosité traduite par le décroissement de l'énergie de transformation. Cette hypothèse a en effet été vérifiée. On observe une dissemblance au niveau des valeurs des couples à la stabilisation pour les divers mélanges élaborés avec différents types de nanocharges. Le peu d'investigations qui ont abordé ce domaine ont constaté que l'ajout de nanoparticules augmenterait le temps de fusion, mais aussi était responsable de la diminution de la viscosité (Chen et al, 2006; Sajjadi et al, 2012).

On pourrait effectivement expliquer les résultats obtenus, pour ce qui est des différences observées au niveau des valeurs aussi bien des couples (maximum et à la stabilisation) que de l'énergie de mise en forme, en se référant aux propriétés de chaque type de nanocharge (alumine, garamite et silice). En effet, l'alumine est caractérisée par son pouvoir fluidifiant des plus importants qui soient. Celle-ci possède une remarquable aptitude à la dispersion, ce qui lui procure un contact interfacial avec la quasi-totalité aussi bien des chaînes macromoléculaires de la matrice PEHD que des fibres de la charge présentes dans le mélange. Toutefois, cette nanocharge opère en empêchant l'adhérence et l'agglomération des chaînes combinées ce qui se traduit par une amélioration de la qualité de l'interface en la rendant ainsi moins visqueuse et plus facile à malaxer.

La deuxième hypothèse de notre étude stipule que les nanoparticules vont améliorer les propriétés mécaniques de notre matériau. Cette supposition n'a pas été vérifiée pour toutes les nanoparticules. D'un côté, les résultats obtenus en mélangeant notre composite avec 5% de montmorillonite modifiée à l'ammonium quaternaire (Garamite) étaient en parfait accord avec ceux observés dans la littérature (Viswanathan.V et al, 2006). La nanoparticule argileuse caractérisée par son grand pouvoir de dispersion va s'éparpiller dans le mélange en agissant comme une charge

au sein du composite, améliorant de ce fait ses propriétés en flexion et en traction et en diminuant la ténacité du matériau. En effet, c'est à l'état d'exfoliation qu'est attribuée la hausse des caractéristiques mécaniques (Hetzer et Kee; 2008). D'un autre côté, l'utilisation de la Silice nanométrique et l'alumine nanométrique n'a pas eu le même effet que leur homologue sur les propriétés mécaniques. Incontestablement, on pourrait attribuer ces résultats à la structure moléculaire de ces nanoparticules hydrophobes. De ce fait, l'agent de couplage qui, dans un mélange exempt de nanoparticules, servait comme agent de liaison entre la matrice polymère et les fibres de bois va désormais servir partiellement à créer des pontages entre les nanoparticules hydrophobes et les fibres hydrophiles de peuplier faux-tremble. C'est ce qui aura comme conséquence, d'une part une mauvaise adhésion entre la matrice et le renfort et d'autre part une concentration des contraintes qui seront responsables de la dégradation des propriétés du produit final. Toutefois (Deka et Maji, 2012), ont constaté en utilisant la même nanoparticule (Silice traitée avec de l'octylsilane), mais en employant un pourcentage plus élevé d'agent de couplage (5%) que celle-ci améliorerait substantiellement les propriétés mécaniques du matériau.

Le manque d'adhésion causé par l'incorporation des nanocharges sphériques influe également sur les propriétés physiques du matériau. L'explication la plus plausible est que celle-ci engendrerait des fissures à l'intérieur du composite par lesquelles s'infiltrerait l'eau. C'est pour cette raison que le taux de gonflement massique pour les mélanges contenant 5% de Silice et d'alumine est plus important que celui sans nanoparticules. Par ailleurs, l'essai d'absorption d'eau pour les composites contenant de la garmite nous a procuré le gonflement massique le plus important. Ceci pourrait être dû aux propriétés hydrophiles de cette nanoparticule argileuse qui diminuera de ce fait le caractère hydrophobe du composite. Cependant, des résultats opposés ont été observés chez Behzad, (2012). Ce dernier a expliqué la réduction du gonflement massique par deux phénomènes. Le premier est basé sur la nature hydrophile de la surface de l'argile qui tend à immobiliser une partie de l'humidité (Rana et al, 2005). Le deuxième implique la capacité des plaquettes d'argile tensioactive à former un

trajet tortueux pour l'eau. Cette propriété barrière empêche l'eau d'entrer dans la partie intérieure du nanocomposite (Alexandre et Dubois; 2000).

4.3. Effet de la teneur en Alu C805

En abordant les propriétés thermiques des mélanges contenant différentes teneurs en Alu C805, on peut dire que cette nanocharge minérale aide non seulement à accroître la température de fusion ainsi que celle de cristallisation, mais également rend le matériau plus cristallin. On peut en effet attribuer ces variations de la cristallinité à l'efficacité de nucléation des nanocharges. Hongkwan et Kim (2009) et Farhadinejad et al (2012), ont observé des résultats similaires en incorporant d'autres types de nanocharges inorganiques. Cependant, Lee et al (2004) qui a étudié les propriétés thermiques des composites avec différentes teneurs de silice nanométrique a déduit que plus le pourcentage de cette nanocharge sphérique est important dans le mélange, plus la température de fusion, de cristallisation et le taux de cristallinité régressent.

Il est irréfutable que l'alumine comme les autres types de nanoparticules va entraîner une diminution du couple à la stabilisation ainsi que de l'énergie de transformation. Mais les essais sur le rhéomètre ont montré que ces paramètres suivent une même tendance en variant le teneur de cette nanocharge dans le mélange. Ces résultats sont cohérents, car plus on incorpore de l'alumine, plus celle-ci va user de son pouvoir fluidifiant jusqu'à atteindre un seuil de fluidité avec 3% d'ajout puis reste pratiquement constante pour des pourcentages plus élevés. Ceci pourrait avoir également une autre explication. En effet, Ari et Aydin (2010) ont rapporté précédemment que l'utilisation de particules nanoscopiques pourrait induire à la formation d'agglomérations qui seront responsables de la diminution de la viscosité. Kaboorani et Riedl (2012) ont travaillé sur l'effet des nanoparticules d'oxydes d'aluminium sur les adhésifs ont également constaté qu'à partir de 1% d'alumine, on commence à assister à la formation d'agglomérats qui s'accroissent à 4% d'incorporation de cette même nanocharge. Cette nanoparticule définie par sa structure sphérique et son caractère hydrophobe va créer des pontages avec les fibres

de bois au travers le PE-g-MA ce qui se traduit par une mauvaise dispersion dans le mélange, ceci risque en effet de créer des agglomérations de ses nanoparticules et procurer une non-adhésion de la charge dans la matrice polymère. Par ailleurs, plus le taux d'alumine est important dans le mélange plus le risque d'agglomérats augmente dans le mélange. C'est ce qui rend en effet le matériau plus fragile et moins rigide. L'énergie d'impact décroît avec l'ajout de nanoparticules d'alumine, sauf que celle-ci ne suit pas une tendance remarquable. Cependant, Kaboorani et Riedl (2012) ont obtenu des résultats opposés. En effet, ils ont constaté une augmentation des propriétés du bois après lui avoir appliqué une résine de PVA avec différents taux de nanoparticules d'oxyde d'aluminium. Ils ont également expliqué que l'incorporation de l'alumine permettait le transfert de contrainte entre la matrice et les nanoparticules; mais qu'une forte teneur était responsable de la formation d'agglomérats. Ces accumulations réduisent le contact charges/matrice créant ainsi une diminution des propriétés mécanique.

L'incorporation de l'alumine est responsable de la création de nano fissures par lesquelles va s'infiltrer l'eau et augmenter de ce fait le gonflement massique de ce composite. Cependant, une fois ces problèmes d'adhésion apparaissent dans le matériau, l'augmentation du taux d'alumine dans le mélange ne pourrait qu'avoir des côtés bénéfiques sur le produit. En effet, cette nanocharge hydrophobe va commencer à s'agglomérer partiellement, remplir les mêmes interstices causés par son incorporation et usant de son effet barrière contre l'eau diminuant ainsi l'absorption d'eau par le composite. Kaboorani et Riedl (2012) ont constaté que le taux d'alumine n'influe pas significativement sur l'absorption d'eau, mais que l'incorporation de cette nanocharge réduisait ce paramètre en limitant le déplacement de l'eau dans le composite.

CONCLUSIONS

Ce projet visait tout d'abord à évaluer le potentiel d'incorporation des nanoparticules d'origine minérales ainsi que d'étudier l'effet de leurs teneurs dans les composites bois- polymère. Trois types de nanocharges inorganiques ont été ajoutés aux mélanges afin de mieux cerner l'impact de chacune d'entre elles dans les composites élaborés.

L'objectif général ainsi que les objectifs spécifiques ont été accomplis lors de cette étude. Par ailleurs, la multitude d'essais expérimentaux nous ont permis de tirer les conclusions suivantes en ce qui concerne l'effet du type et la teneur de nanocharges minérales sur les composites bois-polymère.

1. Dépendamment des caractéristiques intrinsèques des nanoparticules (hydrophobe ou hydrophile), ceux-ci peuvent améliorer ou dégrader les propriétés mécaniques des composites.
 - La Montmorillonite améliore légèrement les caractéristiques mécaniques et rend le matériau plus rigide.
 - L'alumine et la silice nanométriques mènent à une mauvaise dispersion du renfort dans la matrice, c'est ce qui cause la dégradation des propriétés du composite.
2. L'essai d'absorption d'eau a montré que, quel que soit le type de nanoparticule, ceux-ci tendaient à accroître le gonflement massique du composite.
 - La Montmorillonite, qui représente une nanocharge argileuse va augmenter le caractère hydrophile du mélange et de ce fait va entraîner une augmentation du gonflement massique du matériau en présence de l'eau.
 - L'alumine et la Silice nanométriques quant à eux vont créer des problèmes d'adhésion causée par leur mauvaise dispersion. C'est ce qui provoque

l'infiltration de l'eau dans le composite. Cependant, une augmentation du taux de ces nanocharges agira peut-être en comblant les vides causés par le manque d'adhésion. C'est ce qui aura comme conséquence la diminution du gonflement massique.

3. Les travaux effectués sur le rhéomètre à couple ont montré que les trois types de nanoparticules agissent de la même manière dans le mélange bois-polymère. Ces nanocharges sont ainsi responsables de la diminution du couple à la stabilisation qui est relatif à la viscosité, mais aussi de l'énergie de transformation. On a pu également constater que plus le taux de nanocharge était important dans le mélange, plus celui-ci devient fluide et donc plus facile à malaxer et à transformer en produit fini.
4. Les nanoparticules ont incontestablement un effet positif sur les propriétés thermiques, plus spécifiquement sur le taux de cristallisation des composites bois-polymère. On a pu constater d'après les essais au DSC que les 3 types de nanocharge tendaient à accroître ce paramètre. Cependant, on n'a pu enregistrer aucune tendance quant à l'effet de la teneur des nanoparticules sur le taux de cristallisation des composites bois-polymère.

À la lumière de ces limites, nous recommandons, lors des projets futurs, de donner une plus grande importance à quelques essais qui traduisent l'utilisation des composites bois-polymère tels les essais d'abrasion ou même les essais mécaniques après vieillissement thermique.

Plusieurs pistes et perspectives pourraient également être envisagées dans le cadre des travaux postérieurs visant l'utilisation des nanoparticules. Il serait intéressant par exemple de comparer les techniques d'élaboration du composite en confrontant l'ordre d'ajout des matières premières dans le mélange ou les techniques d'incorporation des nanoparticules dans le composite afin de savoir laquelle pourrait permettre d'obtenir une meilleure dispersion de ces nanocharges et ainsi donc des

propriétés optimisées du composite. On devrait aussi approfondir les connaissances sur les types de liaisons chimiques que pourraient avoir les différentes nanoparticules avec le bois ou la matrice polymère. Ceci pourrait nous aider à choisir l'agent de couplage adéquat qui nous fournira des composites avec une meilleure adhésion.

LISTE DES RÉFÉRENCES

Adhikary K.B., Pang S, Staiger M.P. (2008) Dimensional stability and mechanical behaviour Of wood-plastic composites based on recycled and virgin high-density polyethylene (HDPE). *Composite Part B*, (39): 807-815.

Agassant J.F., Avenas P., Sergent J.P., Vergnes B., et Vincent M. (1996) La mise en forme des matières plastiques. 3^{ième} édition, *Lavoisier, TEC & DOC*, 612p.

Albouy W. (2013) De la contribution de la visco-élasto-plasticité au comportement en fatigue de composites à matrice thermoplastique et thermodurcissable. *Thèse de doctorat à INSA de Rouen, France*, 181p.

Alexandre M., Dubois P. (2000) Polymer-layered silicate nanocomposite: preparation, properties and uses of a new class of materials; A review. *Journal of Material Science and Engineering*, (28): 1-63.

Ari G.A., Aydin I. (2011) A Study on fusion and rheological behaviors of PVC/SiO₂ microcomposites and nanocomposites: The effects of SiO₂ particle size. *Polymer Engineering Science*, (51): 1574–1579.

Avrami M. (1939) Kinetics of phase changes I: General theory. *The Journal of Chemical Physics*, 7(12): 1103-1112.

Baïlon J.-P., Dorlot J.-M. (2000) Des matériaux. *Les Presses Internationales Polytechnique. 3ième Édition*, Quebec, 756 p.

Balatinecz J.J., Park B.D. (1997) Effects of temperature and moisture exposure on the properties of wood-fiber thermoplastic composites. *Journal Thermoplastic Composite Material*, (10): 476-487.

Behzad A.K..(2012) Effect of nanoparticles loading on properties of polymeric composite based on hemp fiber/polypropylene. *Journal of Thermoplastic Composite Material*, (25): 793-806.

Beldzki A.K., Faruk O., Huque M. (2003) Physico-mechanical studies of wood fibre reinforced composites. *Polymer Plastic Technology and Engineering*, (41): 435-451.

Beldzki A.K, Gassan J. (1999) Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress Polymer Science*, (24): 221-274.

Biplab K., Deka, Tarun K. Maji. (2012) Effect of silica nanopowder on the properties of wood flour / polymer composite. *Polymer Engineering and Science*, (52): 1516-1523.

Blake F. (2001) Les nanocomposites à matrice polymère. *Agence Rhône-Alpes pour la Maîtrise des Matériaux*.

Bledzki A.K, Gassan J., Theis S. (1998) Wood-filled thermoplastic composites. *Mechanical Composite Material*, 34 (6): 563-568.

Bodig J., Jayne B.A. (1993) Mechanics of wood and wood composites. *Reprinted edition, Krieger Publishing Company, Malabar, Floride, 712p.*

Borysiak, S. (2007) Determination of nucleating ability of wood for non-isothermal crystallisation of polypropylene. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 88(2): 455-462.

Bouafif H. (2009). Effet des caractéristiques intrinsèques des fibres de bois et des procédés de mise en forme sur la performance des matériaux composites bois/thermoplastiques. *Thèse de doctorat à l'institut des sciences et industries du vivant et de l'environnement, 215p.*

Bouafif H., Koubaa A., Perré P., Cloutier A. (2009) Effect of fibre characteristics on the physical and mechanical properties of wood plastic composites. *Composites: Part A*, (40): 1975-1981.

Bouafif H., Koubaa A., Perre P., Cloutier A., Riedl B. (2008) Analysis of among species variability in wood fiber surface using DRIFTS and XPS, effect on esterification efficiency. *Journal of Wood Chemistry and Technology*, (28): 296-315.

Bourai K. (2010) Étude du comportement thermique d'un composite bois-polymère pour une application en rotomoulage, *Mémoire de maîtrise, à Université Laval. 115p.*

Bouza R, Marco C, Martin Z, Gomez M.A, Ellis G, Barral L. (2006) Dynamic crystallization of polypropylene and wood-based composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 102(6) : 6028-6036.

Caillère S., Henin S. et Rautureau M. (1989) Les argiles. *Éditions SEPTIMA, Paris*, 126p.

Centre De Recherche Industrielle Du Québec. (2003) Profil des produits forestiers deuxième transformation. *Produits Composites Bois-Polymères*, Gouvernement du Québec, Ministère des ressources naturelles, 53p.

Chen C.H., Li H.C., Teng C.C., Yang C.H. (2006). Fusion, electrical conductivity, thermal and mechanical properties of rigid poly (vinyl chloride) (PVC)/Carbon Black (CB) composites, *Journal of Applied Polymer Science*, (99): 2167–2173

Choulak S. (2002) Modélisation et commande d'un procédé d'extrusion réactive, *Thèse De Doctorat, Université Claude Bernard-Lyon 1*. 329p

Cloutier A. (2005) Anatomie et structure du bois. Notes De Cours, *Chapitre 1. Département des sciences du bois et de la forêt, Université Laval*.

Colton J.S., Suh N.P. (1987). Nucleation of microcellular foam: Theory and practice. *Polymer Engineering Science*, (27): 500-503.

Corbet C. (2001) Memotech : Matières plastiques matériaux et outillages de mise en forme. *2ème Édition Casteilla*, 159p

Demir H, Atikler U., Balkose D., Tihmilioglu F. (2006). The effect of fibre surface treatments on the tensile and water sorption properties of polypropylene-luffa fibre composite, *Composite Part A*. (37): 447-456

Dubnikova I.I, Berezina S.M, Antonov A.V. (2004) Effect of rigid particle size on the toughness of filled polypropylene. *Journal of Applied Polymer Science*, (94): 1917-1926.

Falk R.H., Felton C., Lundin. T. (2001) Effects of weathering on color loss of natural fibre thermoplastic composites. *Journal of Composite in manufacturing*, 17(4): 382-385.

Farhadinejad Z., Ehsani M., Khosravian B., Ebrahimi G. (2012) Study of thermal properties of wood plastic composite reinforced with cellulose micro fibril and nano inorganic fibre filler. *Journal of wood production*, 70(6): 823-828.

Farhi R., Morel C., Chéron J. (2006) Matières plastiques et adjuvants hygiène et sécurité. *Centre d'étude des matières plastiques*. INRS, ED638, 231p

Faruk O., Bledzki A.K, Fink H.P, Sain M. (2012) Biocomposite reinforced with natural fibres. *Progress in Polymer Science*, 37(11): 1552-1596.

Faruk O., Matuana L.M. (2008) Nanoclay reinforced HDPE as a matrix for a wood-plastic composites. *Composites Science and technology*. 68(9): 2073-2077.

Fontanille M, Vairon P. (1994) Polymérisation, traité plastiques et composites. *Techniques De L'ingénieur* (A3 040).

Gamstedt E.K., Nygard.P, Lindstrom N.M. (2007) Transfer of knowledge from papermaking to manufacture of composites materials. *Proc 3rd Wood Fibre Polymer Composites Intern Symp. Bordeaux, France*.

George J., Sreekala M.S, Thomas.S. (2001) A review on interface modification and characterization of natural fiber reinforced plastic composites. *Journal of Polymer Engineering and Science*, 41(9): 1471-1482.

Gonzalez E.C.G, Costa D.M.R, Viscont L.L.Y, Nunes R.C.R. (2001) Silica and aluminum hydroxide filled compound. Processing and vulcanization monitoring. *Journal of Polymer Testing*, 20(2): 145-156.

Guo G, Park C.B, Lee Y.H, Kim Y.S, Sain M. (2007) Flame retarding effects of nanoclay on wood-fiber composites. *Journal of Polymer Engineering & Science*, (47): 330-336.

Guo G, Wang K.H, Park C.B, Kim Y.S, Li G. (2007). Effect of nanoparticles on the density reduction and cell morphology of extruded metallocene polyethylene/wood fibre nanocomposites. *Journal of Applied Polymer Science*, (104): 1058-1063.

Harrington J.J., Astley R.J., Tang S., Neumann J. (1997) Modelling the influence of microfibril angle on stiffness and shrinkage in radiata pine. *Microfibril Angle in Wood Proc. IAWA/IUFRO International Workshop on the Significance of Microfibril Angle to Wood Quality*: 272–295.

Haygreen J.G., Bowyer J.L. (1982) Forest products and wood science: an Introduction. Ames: Iowa State University, 459p.

Hetzer M., Kee D. (2008) Wood/Polymer/Nanoclay composites, environmentally friendly sustainable technology: A review, *Journal of Chemical Engineering*, (16): 1016– 1027.

Hongkwan L., Dae S.K. (2009) Preparation and physical properties of wood/polypropylene/Clay Nanocomposite. *Journal of Applied Polymer Science*, (111): 2769-2776.

Hugot F., Michaud F., Cazaurang G. (2007) Interface behaviour of moulded natural fibre composite. *Proceedings Of The International Conference On Recent Advances In Composite Materials (Icracm)*, 20-23.

Ismail S.H., Bakar A.A. (2006) Effects of chemical modification of paper sludge filled polypropylene (PP)/ethylene propylene diene terpolymer (EPDM) composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, (25)1: 43-52.

Joseph P.V., Joseph K., Thomas S., Pillai C.K.S, Prasad V.S., Groeninckx G., Sarkissova M. (2003) The thermal and crystallisation studies of short sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 34(3): 253-266.

Joseph P.V., Joseph K, Thomas S. (1997). Effect of processing variables on the mechanical properties of sisal-fibre-reinforced polypropylene composites. *Composite Science and Technology*, 59 (11): 1625-1640.

Julson J.L., Subbarao G., Stokke D.D., Gieselman H.H. (2004) Mechanical properties of biorenewable fibre/plastic composites. *Journal of Applied Polymer Science*, (93): 2484-2493.

Kaboorani A., Cloutier A., Wolcott. M.P. (2007). Effects of water absorption on the mechanical properties of HDPE/wood composites. Résumé *9th International Conference on Wood & Biofiber Plastic Composites*, Madison, WI. May 21-23.

Kaboorani A., Riedl B. (2012). Nano Aluminum oxide as a reinforcing material for thermoplastic adhesives. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* (18): 1076-1081.

Kato M., Usuki A., Okada A. (1997) Synthesis of polypropylene oligomer—clay intercalation compounds. *Journal of Applied Polymer Science.*, (66): 1781–1785.

Kline & Compagny. (2001) Opportunities for natural fibres in plastic composites. Résumé *6th International Conference On Wood Fiber Plastic Composite*. Madison, WI. May 15-16.

Kord B. (2011). Crystallization behaviour of natural fibre-reinforced plastic nanocomposites. *Journal of World Applied Sciences*, 13(6): 1329-1332.

Koubaa A., Cloutier A., Villeneuve E. (2004) Potentiel de l'écorce pour la fabrication de panneaux composites par extrusion. Résumé, *72e Congrès De L'ACFAS À Montréal*.

Koubaa A. (2004) Caractéristiques du bois et des produits dérivés du bois. Notes de cours, *Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue*.

Laachachi A., Cochez M., Ferriol M., Leroy E., Lopez-Cuesta J.M. (2005) Influence of TiO₂ and Fe₂O₃ fillers on the thermal properties of poly(methyl methacrylate) (PMMA). *Material Letters*, (59): 9-36.

Lee S.H., Kim J.E., Song H.H., Kim S.W. (2004). Thermal properties of maleated polyethylene layered silicate nanocomposites. *International Journal of Thermophysics*, 28(5): 1585-1595.

Lee Y.H., Kuboki T., Park C.B., Sain M., Kontopoulou M. (2010). The effect of clay dispersion on the mechanical, physical and flame retarding properties of wood fibre polyethylene/clay nanocomposites. *Journal of Applied Polymer Science* (118): 452-461.

- Li H., Law S., Sain M. (2004) Process rheology and mechanical property correlation of wood flour-polypropylene composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 23(11): 1153-1158.
- Li T.Q., Wolcott M.P. (2005) Rheology of wood plastics melt. Part 1. Capillary rheometry of HDPE filled with maple. *Journal of Polymer Engineering Science* (45): 549-559.
- Marcilla A., Reyes-Labarta J.A., Sempere F.J. (2001) DSC kinetic study of the transitions involved in the thermal treatment of polymers. *Methodological Considerations Polymer*, (42): 5343– 5350.
- Matuana L.M., Kim J. (2007) Fusion characteristics of rigid PVC / wood flour composites by torque rheometry. *Journal Vinyl Addict technology*, (13): 7-13.
- Mering J., Pedro J. (1969) Discussion à propos des critères de classification des hyllosilicates 2/1. *Bulletin Du Groupe Français Des Argiles*, (21) : 1-3.
- Michaud F. (2003) Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : aptitude au post formage. *Thèse De Doctorat. Université Laval*. 235p.
- Migneault S., Koubaa A., Erchiqui F., Chaala A., Englund K., Krause C. (2008) Effect of fiber length on processing and properties of extruded wood-fiber/HDPE composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 110(2): 1085–1092.
- Migneault S., Koubaa A., Perré P. (2014) Effect of fiber origin, proportion and chemical composition on the mechanical and physical properties of wood-plastic composites; *Journal of Wood Chemistry and Technology*, (34): 241-261.
- Nachtigall S.M.B, Cerveira G.S., Rosa S.M.L. (2007). New polymeric coupling agent for polypropylene / wood floor composites, *Polymer Testing* (26):619-628.
- Nezhad S.K., Orang H., Motallebi M. (2012) Crystallization shrinkage and mechanical characterisation of polypropylene/CaCO₃ nanocomposite. *Journal of Thermoplastic Composite Materiel*, 26(4): 544-554.

Panaiteescu D.M., Iorga M., Vuluga Z., Donescu D., Dan M., Serban S, Florea D. (2007) L'effet de l'interface dans les composites de fibres naturelles et de matières plastiques, *Revue Roumaine De Chimie*, 52(4): 409– 414.

Panaiteescu D.M., Notingher P.V., Ghiurea M., Ciuprina F., Paven H., Iorga M., Florea D. (2007) Properties of composite materials from polyethylene and cellulose microfibrils. *Journal of Optoelectronics And Advanced Materials*, (9): 2524-2528.

Galez P. (2011) Polymères et composites. *Site internet* : <http://www.iut-acy.univ-savoie.fr/fileadmin/DUT/MPH/fichiers/semestre3/structure-materiaux-polymeres-composites/Introduction-polymeres-composites.pdf> Consulté le 23 avril 2015.

Pinnavaia T.J. (1983) Intercalated clay catalysts. *Science*, 220(4595): 365-371.

Prat R. (2005) Biologie et multimédia. [Www.Snv.Jussieu.Fr/Bmedia/](http://www.Snv.Jussieu.Fr/Bmedia/). *Université Pierre Et Marie Curie-UFR De Biologie*.

Rana H.T., Gupta R.K., Ganga Rao H.V.S., Sridhar L.N. (2005) Measurement of moisture diffusivity through layered silicate nanocomposite. *American Institute of Chemical Engineers Journal* (51): 3249-3256.

RECORD. (2003) État de l'art concernant les grands procédés de mise en œuvre des matières plastiques issues de processus de régénération de déchets. *Efficacité économique des filières de recyclage des plastiques*, n° 00-0905/1A : p175. (http://www.record-net.org/storage/etudes/00-0905-1A/rapport/Rapport_record00-0905_1A.pdf) consulté le 23 avril 2015.

Reichert P., Nitz H., Klinke S., Brandsch R., Thomann R., Muelhaupt R. (2000) Poly(propylene)/organoclay nanocomposite formation: Influence of compatibilizer functionality and organoclay modification, *Macromolecular Material and Engineering*. (275): 8-17.

Roux C. (2008). Caractérisation in-situ des mécanismes de dispersion de la silice dans une matrice élastomère soumise à un cisaillement. *Thèse de doctorat de l'école nationale supérieure des mines de Paris*, 190p.

Sajjadi Jazi S.H., Nasr Esfahany M., Bagheri R. (2012) Investigation of the addition of Nano-CaCO₃ at dry mixing or onset of fusion on the dispersion, torque, and mechanical properties of compounded PVC. *Journal of Vinyl Addict Technology*, (18): 153– 160.

Saputra H., Simonsen J., Li K. (2004) Effect of extractives on the flexural properties of wood plastic composites. *Composite Interface*, 11(7): 515-524.

Schramm L.L. (1994) A practical approach to rheology and rheometr. Gebrueder Haake GmbH, Karlsruhe, 290p.

Schubel P.J., Johnson M.S., Warrior N.A., Rudd C.D. (2006) Characterisation of thermoset laminates for cosmetic automotive applications: Part III - Shrinkage control via nanoscale reinforcement. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, (37): 1757-1772.

Sherman L.M. (2004) Rheometers : Which Type Is The Right. *Journal of Plastic Technology* 25(4): 64-73.

Sheshmani S., Alireza A., Yahya H. (2010) Physical properties of polyethylene-wood fibre-clay nanocomposites. *Journal of Applied Polymer Science*, (118): 3255-3259.

Simonsen J., Freitag C.M., Silva A. Morell J.J. (2004). Wood/plastic ratio: effect on the performance of borate biocides against a brown rot fungus. *Holzforschung*, (58): 205-208.

Sjostrom E. (1993) Wood chemistry: fundamentals and applications. *San Diego, Academic Press Inc.* 277p

Soucy J. (2007) potentiel d'utilisation des fibres de papier dans la conception de composites bois-polymères par une technologie d'extrusion. *Mémoire de maîtrise, Université du Québec en Abitibi Témiscamingue.* 164p

Stark N.M., Rowlands R.E. (2003) Effects of wood fibre characteristics on mechanical properties of wood/polypropylene composites. *Journal of Wood Fiber Science* (35): 167-174.

Steckel V., Clemons C.M., Thoemen H. (2006) Effects of material parameters on the diffusion and sorption properties of wood-flour/polypropylene composites. *Journal of Applied Polymer Science* (103) : 752-763.

Trotignon J.P., Verdus J., Dobraczynski A., Piperau M. (1996) *Matières plastiques, structure-propriétés, mise en œuvre, normalisation*; Edition Nathan. 231p.

Viswanathan V., Laha T., Belani K., Agarwal A., Seal S. (2006) Challenges and advances in nanocomposite processing technique: A Review. *Journal of Material Science and Engineering*, (54): 121-285.

Wolcott M.P., Chowdhury M., Harper D., Li T., Heath R., Rials T. (2001) Coupling agent /lubricant interactions in commercial wood plastic formulations *6th International Conference on Wood Fiber-Plastic Composites*. Madison, WI. May 15-16.

Xing C. (2003) Characterization of urea-formaldehyde resin efficiency affected by four factors in the manufacture of medium density fibreboard. *Thèse De Doctorat, Université Laval, Québec, Canada*. 230p.

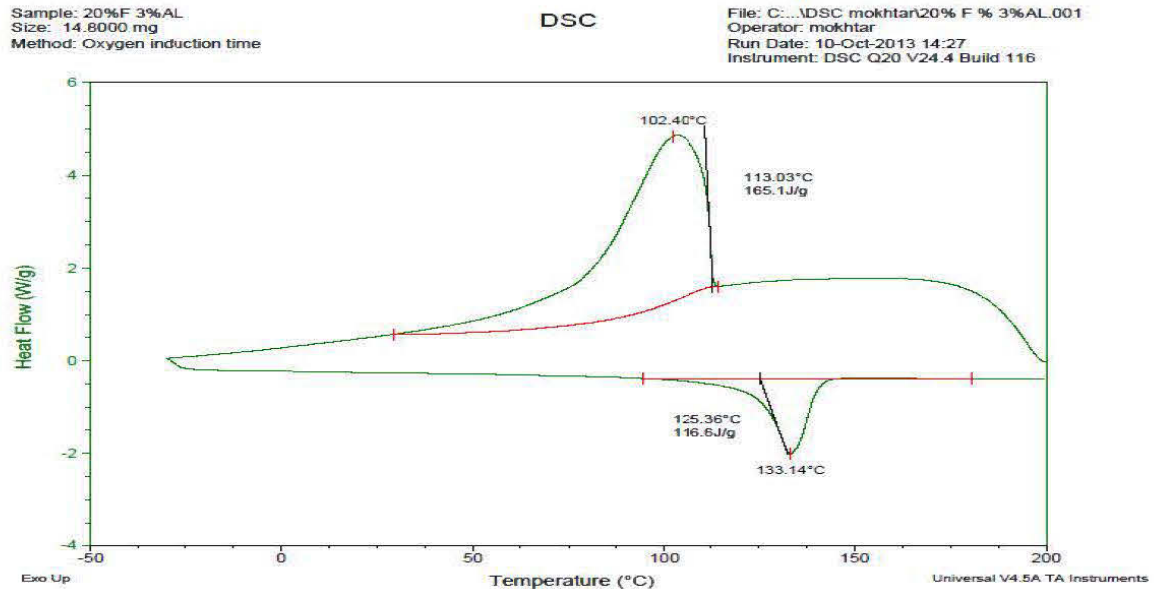
Yam K.L., Gogoi B.K., Lai C.C., Selke S.E. (1990) Composites from compounding wood fibers with recycled high density polyethylene. *Journal of Polymer Engineering and Science*, 30(11): 693-699.

Yemele M.N.C., Koubaa A., Cloutier A., Soulounganga P., Wolcott M.P. (2010) Effect of bark fiber content and size on the mechanical properties of bark/HDPE composites. *Composite Part A: Applied Science And Manufacturing* 41(1 Sp.Iss): 131-137.

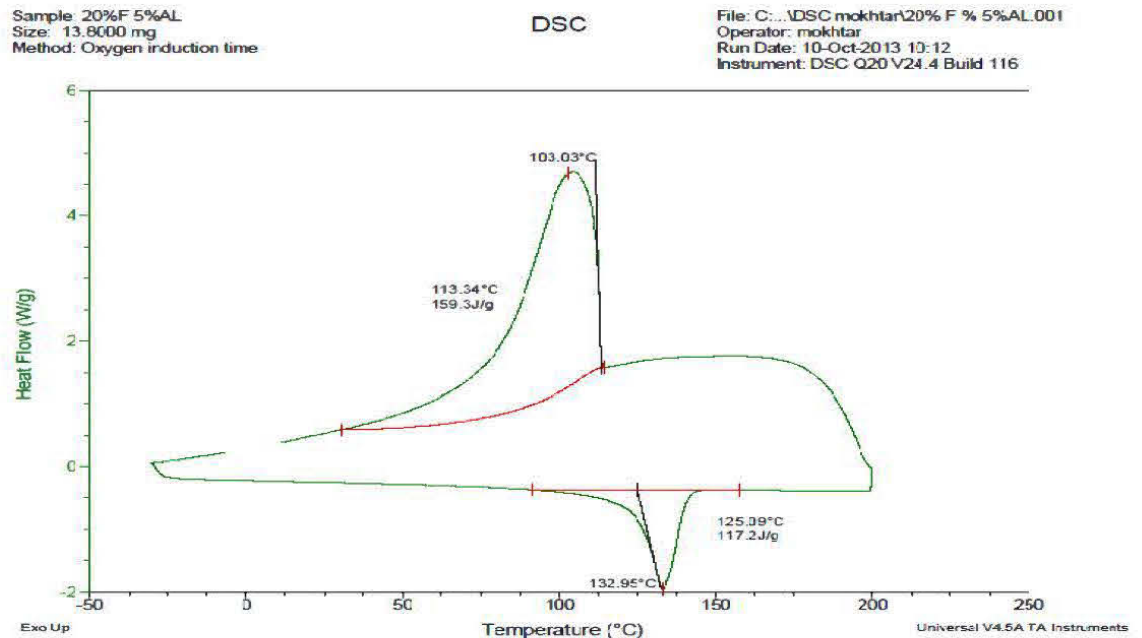
Zhong Y., Poloso T., Hetzer M., De Kee D. (2007) Enhancement of wood/polyethylene composites via compatibilization and incorporation of organoclay particles. *Journal of Polymer Engineering & Science*, 6(47): 797-803.

Ziaei Tabari H., Nourbakhsh A., Ashori A. (2011) Effects of nanoclays and coupling agents on the physico-mechanical, morphological and thermal properties of wood floor/polypropylene composite, *Journal of polymer engineering and science*, 51(2):272-277.

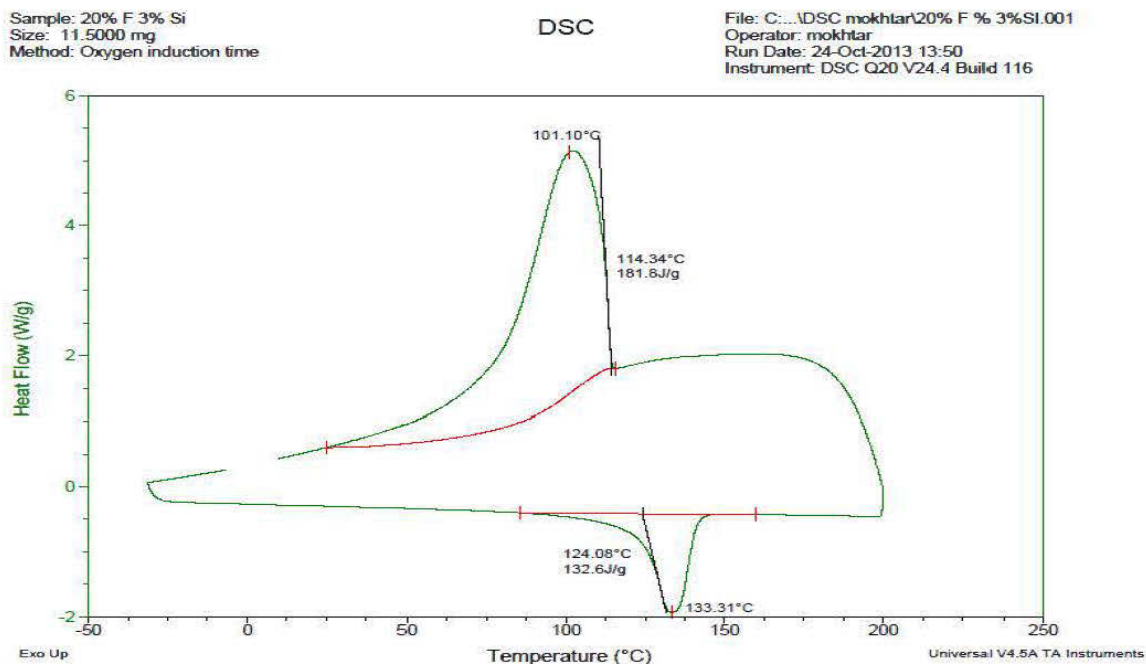
ANNEXE A



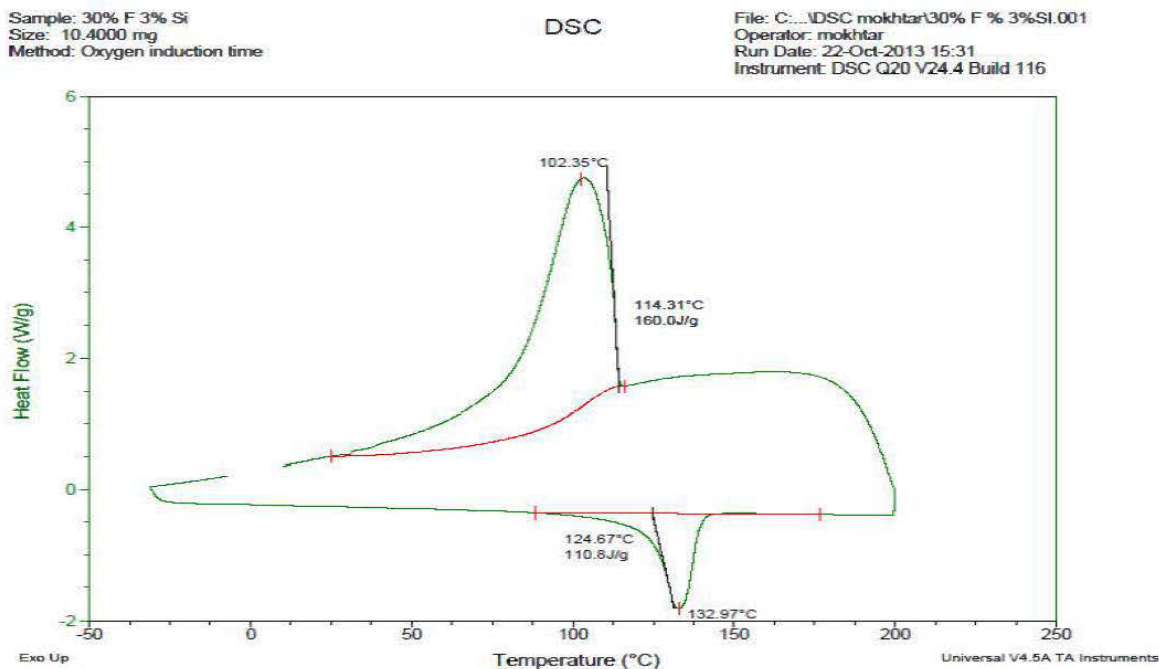
Annexe A.1 : Courbe du flux de chaleur en fonction de la température pour un composite à 20% de fibres et 3% d'alumine nanométrique.



Annexe A.2 : Courbe du flux de chaleur en fonction de la température pour un composite à 20% de fibres et 5% d'alumine nanométrique.



Annexe A.3 : Courbe du flux de chaleur en fonction de la température pour un composite à 20% de fibres et 3% de Silice nanométrique.

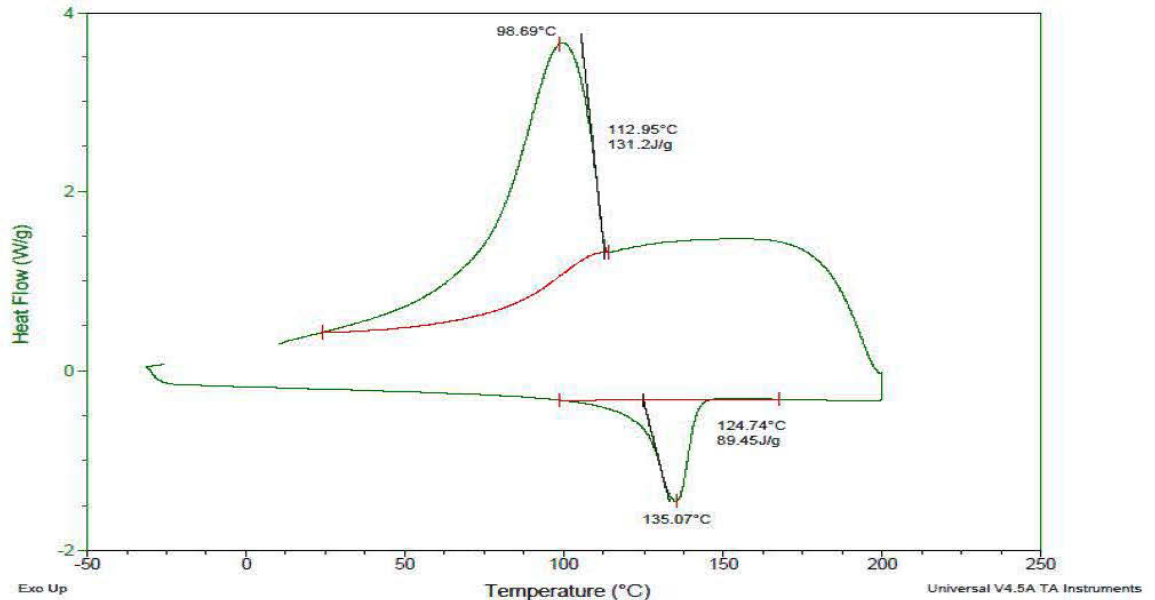


Annexe A.4 : Courbe du flux de chaleur en fonction de la température pour un composite à 30% de fibres et 3% de Silice nanométrique.

Sample: 40% F 3% Si
 Size: 12.0000 mg
 Method: Oxygen induction time

DSC

File: C:\...DSC mokhtar\40% F % 3%Si.003
 Operator: mokhtar
 Run Date: 24-Oct-2013 10:58
 Instrument: DSC Q20 V24.4 Build 116

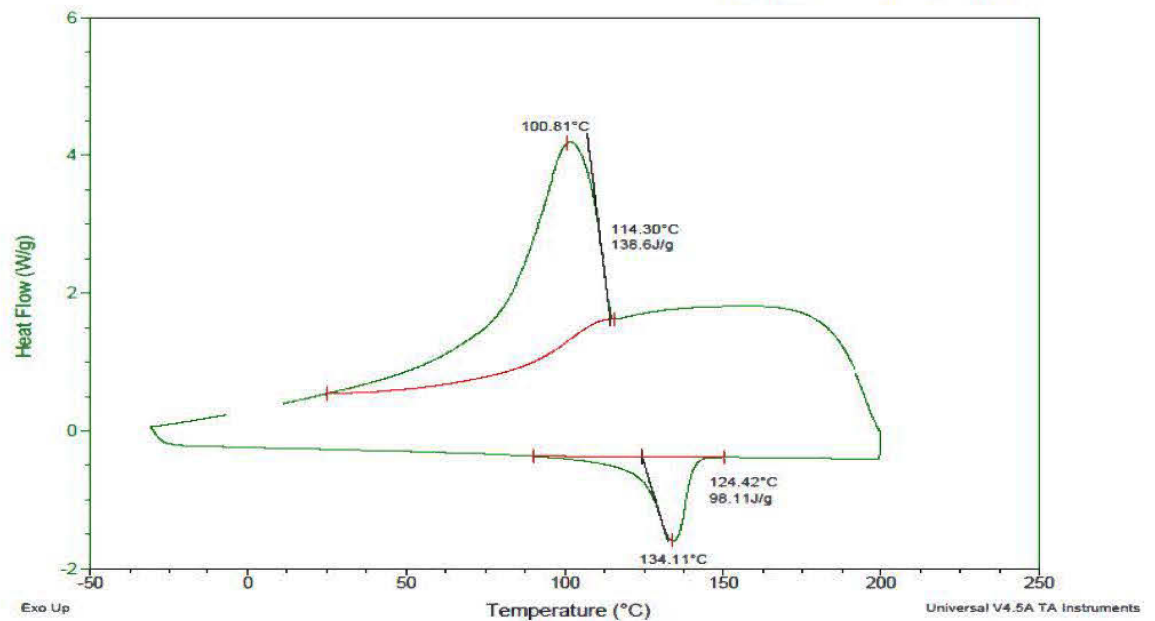


Annexe A.5 : Courbe du flux de chaleur en fonction de la température pour un composite à 40% de fibres et 3% de Silice nanométrique.

Sample: 40% F 5% Al
 Size: 11.5000 mg
 Method: Oxygen induction time

DSC

File: C:\...DSC mokhtar\40% F % 5%AL.001
 Operator: mokhtar
 Run Date: 24-Oct-2013 12:29
 Instrument: DSC Q20 V24.4 Build 116

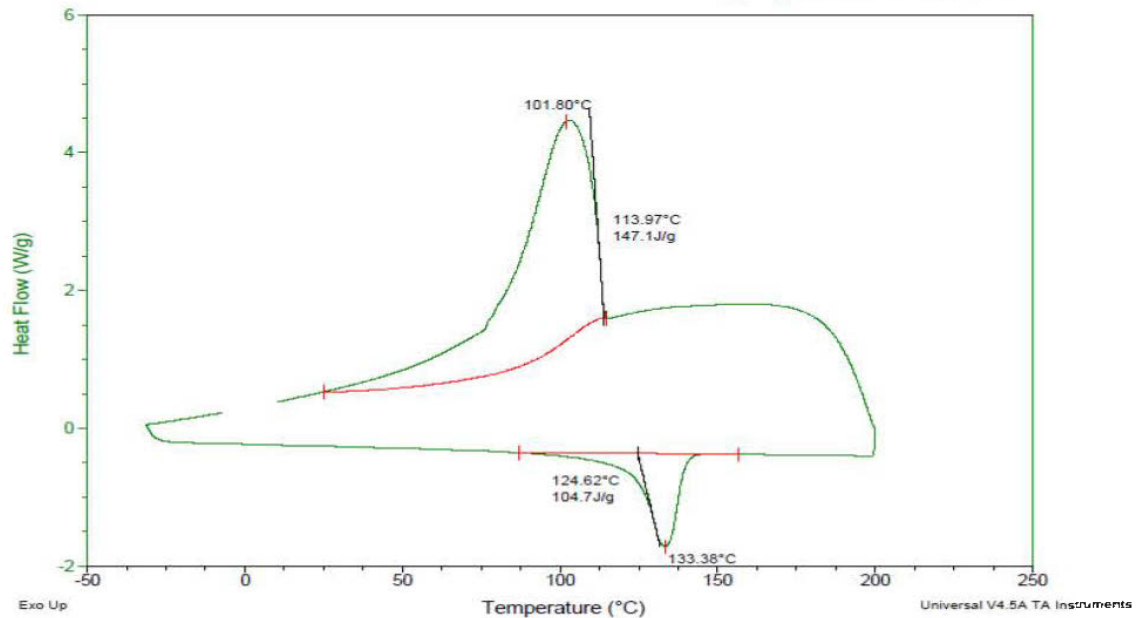


Annexe A.6 : Courbe du flux de chaleur en fonction de la température pour un composite à 40% de fibres et 5% d'alumine nanométrique.

Sample: 40% F 5% Si
Size: 12.8000 mg
Method: Oxygen induction time

DSC

File: C:\...DSC mokhtar\40% F % 5%Si.003
Operator: mokhtar
Run Date: 24-Oct-2013 15:12
Instrument: DSC Q20 V24.4 Build 116



Annexe A.7 : Courbe du flux de chaleur en fonction de la température pour un composite à 40% de fibres et 5% de Silice nanométrique.