



# 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 (UQAT) 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.

## Warning

The library of the Cégep de l'Abitibi-Témiscamingue and the Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT) obtained the permission of the author to use a copy of this document for nonprofit 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.

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC EN ABITIBI-TÉMISCAMINGUE

ÉCOLE DE GÉNIE

CARACTÉRISATION ET MODÉLISATION DU COMPORTEMENT HYGROSCOPIQUE DES  
BIOCOMPOSITES À BASE D'ÉCORCES ET DE POLYÉTHYLÈNE HAUTE DENSITÉ

MÉMOIRE

PRÉSENTÉE

COMME EXIGENCE PARTIELLE

DE LA MAÎTRISE EN INGÉNIERIE

PAR

WISSAL DAMMAK

MARS 2023

## AVANT-PROPOS

Ce travail est le fruit d'une collaboration entre l'Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT) et l'École Nationale d'Ingénieurs de Sfax (ENIS). J'aimerais remercier par conséquent, la Chaire de Recherche de Canada pour VAlorisation CAractérisation et Transformation du bois (CRC-VACAT) et l'Institut de Recherche sur les forêts (IRF) pour le support matériel et morale qui ont amené à l'aboutissement de ce projet.

Ce rapport de recherche est réparti sur trois chapitres :

Initialement, l'introduction présente une mise en contexte. Par la suite, les chapitres suivants sont présentés consécutivement :

- i. Le premier chapitre est consacré à la revue de littérature où il y a une présentation exhaustive et détaillée sur le bois et ces caractéristiques. Puis, on a spécifié l'écorce et leur domaine d'exploitation. Aussi, la synthèse sur les composites et leurs compositions. Enfin, une vue d'ensemble sur la modélisation de la stabilité dimensionnelle des composites.
- ii. Le deuxième chapitre décrit le matériel utilisé ainsi que la démarche méthodologique adoptée pour la réalisation de l'objectif général ainsi que les objectifs spécifiques. Puis, l'exploitation de la modélisation numérique hygroscopique.
- iii. Le troisième chapitre présente l'interprétation des résultats avec discussion sur les résultats de l'analyse de variance et les propriétés hygroscopiques et hygromécanique des composites utilisés. On clôture par une conclusion générale.

Un article scientifique et des présentations scientifiques ont été présentés mettant en valeur l'intérêt de ce projet :

- Article de recherche : Wissal Dammak, Ahmed Koubaa, Chedly Bradai, Jamel Mars, Aziz Laghdir. « Modeling of the hygroscopic behavior of wood-polymer composites ».

- Présentation orale: Wissal Dammak, Ahmed Koubaa, Chedly Bradai, Aziz Laghdir, Martin-Claude Yemele. « Modélisation du comportement hygroscopique des biocomposites à base d'écorce et de polyéthylène haute densité ». 89<sup>e</sup> Congrès de l'Acfas : L'industrie de la transformation du bois à l'heure de la transition écologique et énergétiques, Mai 2022.

- Présentation orale : Wissal Dammak, Ahmed Koubaa, Chedly Bradai, Aziz Laghdir, Martin-Claude Yemele. « Modélisation du comportement hygroscopique des biocomposites à base d'écorce et de polyéthylène haute densité ». 3<sup>e</sup> Colloque annuel de la Chaire de recherche du Canada en valorisation, caractérisation et transformation du bois (CRCBois), Les biomatériaux : une voie de valorisation et de développement durable, Juin 2022.

*« La science est une façon de vivre. La science est une perspective. La science est le processus qui nous amène de la confusion à la compréhension de manière précise, prédictible et fiable – c'est une transformation, qui, pour ceux qui ont la chance de la vivre, est enrichissante et émouvante. » Brian Greene*

## REMERCIEMENTS

Au terme de ce projet, j'aimerais exprimer mon sincère respect et ma gratitude à mon directeur de maîtrise, M. Ahmed Koubaa, professeur-chercheur en Abitibi-Témiscamingue et directeur du Laboratoire de science des biomatériaux à l'Université du Québec, pour ses encouragements et sa patience. Merci de m'avoir donné l'opportunité et la confiance de faire partie de votre équipe de recherche. Je tiens également à remercier mon co-directeur de recherche, M. Chedly Bradai, professeur titulaire à l'École Nationale des Ingénieurs de Sfax, pour son aide, son soutien, sa disponibilité et le partage de ses connaissances scientifiques en matériaux et simulations.

Je remercie également tous ceux qui ont contribué de près ou de loin tout au long de la durée de mon projet. Je tiens à remercier tous les membres de ma famille pour leur soutien spirituel et leurs encouragements malgré leur éloignement. Je tiens également à remercier tous mes collègues pour les bons moments passés ensemble et leur grand soutien pendant cette période difficile.

## RÉSUMÉ

Les composites bois-polymère (CBP) gagnent en popularité à cause des avantages économiques et environnementaux qu'ils procurent. Ils combinent les avantages du bois et des polymères. Ils sont faciles à mettre en forme à partir des résidus et du recyclage des fibres et des polymères. Leurs propriétés dépendent fortement de la nature des fibres et des polymères et de leur adhésion. L'écorce du bois, un résidu abondant dans les usines de transformation du bois, est utilisée majoritairement pour la production de bioénergie. Son potentiel pour la fabrication de CBP a été très peu étudié. De la même façon, peu d'études ont examiné la stabilité dimensionnelle et le comportement hydromécanique de ces composites. Ainsi, nous avons étudié et modélisé le comportement hygroscopique et hydromécanique des CBP fabriqués avec 50% et 60% de fibres d'écorces d'épinette noire et de peuplier faux-tremble et du polyéthylène haute densité. Les résultats indiquent que la nature de l'écorce influence la stabilité dimensionnelle des CBP et leur coefficient de diffusion de l'eau. La loi de Fick a permis de modéliser l'absorption de l'eau avec un excellent accord entre les données expérimentales et numériques. Par ailleurs, l'étude du comportement hydromécanique des CBP fabriqués avec l'écorce de peuplier faux-tremble montre que la proportion de fibres et le temps d'immersion ont des effets significatifs sur les propriétés en flexion des CBP. Finalement, cette étude a d'importantes implications pratiques, notamment en ce qui concerne l'avancement des connaissances sur le potentiel et la durabilité des CBP à base d'écorces.

**Mots clés :** Écorce, polymère, composite, caractérisation, modélisation, absorption.

## ABSTRACT

Wood-polymer composites (WPCs) are gaining popularity because of the economic and environmental benefits they provide. They combine the advantages of wood and polymers. They are easy to shape from residues and the recycling of fibers and polymers. Their properties strongly depend on the nature of the fibers and polymers and their adhesion. Wood, an abundant residue in wood processing plants, is used mainly to produce bioenergy. Its potential for the manufacture of WPCs has been very little studied. Similarly, only a few studies have examined the dimensional stability and hydromechanical behavior of these composites. Thus, we studied and modeled the hygroscopic and hydromechanical behavior of WPCs made with 50% and 60% black spruce and aspen bark fibers and high-density polyethylene. The results indicate that the nature of the bark influences the dimensional stability of WPCs and their water diffusion coefficient. Fick's law allowed the modeling of water absorption with excellent agreement between experimental and numerical data. Moreover, the study of the hydromechanical behavior of WPCs made with trembling aspen bark shows that the proportion of fibers and the immersion time have significant effects on their flexural properties. Finally, this study has important practical implications, particularly about the advancement of knowledge on the potential and sustainability of bark-based WPCs.

**Keywords:** Bark, polymer, composite, characterization, modeling, absorption.

## TABLE DES MATIÈRES

AVANT-PROPOS .....	II
REMERCIEMENTS .....	IV
RÉSUMÉ .....	V
ABSTRACT .....	VI
TABLE DES MATIÈRES .....	VII
LISTE DES FIGURES .....	X
LISTE DES TABLEAUX .....	XIII
INTRODUCTION .....	1
CHAPITRE I ÉTAT DES CONNAISSANCES .....	1
1.1 Le bois : matériau d'ingénierie .....	1
1.2 La composition chimique du bois .....	2
1.2.1 Cellulose .....	2
1.2.2 Hémicellulose .....	3
1.2.3 La lignine .....	3
1.3 Généralités sur l'écorce .....	6
1.3.1 Propriétés chimiques de l'écorce .....	8
1.3.2 Propriétés de l'écorce .....	9
1.3.4 Les domaines d'exploitation de l'écorce .....	11
1.4 Composites .....	12
1.4.1 Les domaines d'exploitation des composites .....	13
1.4.2 Élaboration des composites .....	14



1.4.3	La matrice.....	15
1.4.4	Le renfort.....	17
1.5	L'influence de l'absorption sur les propriétés mécaniques et la stabilité dimensionnelle des matériaux composites .....	20
1.6	Étude du composite écorce-polymère.....	23
1.6.1	Étude de l'influence de la morphologie sur les propriétés mécaniques des composites à base d'écorce d'épinette noire et d'écorce de peuplier faux-tremble.....	23
1.6.2	Étude de l'influence de la teneur en fibre sur les propriétés mécaniques des composites à base d'écorce d'épinette noire et d'écorce de peuplier faux-tremble .....	26
1.7	Modélisation de la stabilité dimensionnelle des composites.....	30
1.8	Conclusion.....	33
	<b>CHAPITRE II MATÉRIELS ET MÉTHODES .....</b>	<b>34</b>
2.1	Cadre conceptuel .....	35
2.1.2	Objectifs.....	37
2.1.3	Hypothèses.....	37
2.1.4	L'originalité.....	38
2.2	Matériel.....	38
2.3	Méthodes de préparation des matériaux .....	39
2.3.1	Traitement des fibres.....	40
2.3.2	Raffinage des fibres.....	40
2.3.3	Caractérisation morphologique .....	41
2.3.4	L'élaboration du composite.....	41
2.4	Méthodes et techniques de caractérisation des composites.....	43
2.4.1	Caractérisation hygromécanique .....	43
2.4.2	Caractérisation physique .....	44
2.5	L'approche statistique.....	45
2.6	Approche de la modélisation numérique hygroscopique.....	47

2.7 Conclusion.....	51
CHAPITRE III : RÉSULTATS ET DISCUSSION.....	52
3.1 Propriétés des fibres.....	52
3.1.1 Étude morphologique des fibres.....	52
3.1.2 Masse volumique des fibres.....	54
3.2 Résultats de l'analyse de variance.....	54
3.3 Caractérisation des propriétés des composites.....	57
3.3.1 Propriétés physiques.....	57
3.3.2 Propriétés hygromécaniques.....	61
3.4 La modélisation du comportement de sorption.....	63
CONCLUSIONS GÉNÉRALES.....	76
ANNEXE.....	78
ESTIMATION DES PARAMÈTRES DE DIFFUSION ET DES COURBES HYGROSCOPIQUES SUIVANT LE MODÈLE 2 (MATLAB).....	78
REFERNCES.....	82

## LISTE DES FIGURES

Figure 1.1. Les trois précurseurs monolignols constituant la lignine (Stevanovic & Perrin, 2009).....	6
Figure 1.2. Le mécanisme l'agent de couplage entre la fibre de bois et la matrice polyoléfine (Ghaffar et al., 2018).....	19
Figure 1.3. Analyse de l'influence de la morphologie des fibres et de l'extraction sur le module d'Young des composites à base d'écorce d'épinette noire .....	24
Figure 1.4. Analyse de l'influence du la morphologie des fibres et de l'extraction sur le module d'Young des composites à base de peuplier faux-tremble.....	25
Figure 1.5. Analyse de l'influence du la morphologie des fibres et de l'extraction sur le module de rupture des composites à base d'écorce d'épinette noire .....	25
Figure 1.6. Analyse de l'influence du la morphologie des fibres et de l'extraction sur le module de rupture des composites à base de peuplier faux-tremble.....	26
Figure 1.7. Analyse de l'influence du la teneur en fibre et de l'extraction sur le module d'Young des composites à base d'écorce d'épinette noire .....	28
Figure 1.8. Analyse de l'influence du la teneur en fibre et de l'extraction sur le module d'Young des composites à base d'écorce de peuplier faux-tremble .....	28
Figure 1.9. Analyse de l'influence du la teneur en fibres et de l'extraction sur le module de rupture des composites à base d'écorce d'épinette noire .....	29
Figure 1.10. Analyse de l'influence du la teneur en fibres et de l'extraction sur le module de rupture des composites à base d'écorce de peuplier faux-tremble .....	29
Figure 1.11. Courbe de la masse $Mt$ en fonction du temps, illustrant les types de sorption : fickienne (a), pseudo-fickienne (d), et anormale (b et c) (Abida, 2018) ....	31

Figure 2.1. Organigramme récapitulatif des différentes étapes méthodologiques pour la réalisation du projet.....	36
Figure 2.2. Extrudeuse double-vis utilisée au laboratoire de l'Université Washington State.....	42
Figure 2.3. Machine d'essai universelle Zwick / Roell Z020 d'une capacité de 20 kN avec un dispositif d'essai de flexion .....	43
Figure 2.4. Courbe de diffusion Fickienne décrivant l'évolution de la teneur en eau en fonction du temps (Deng et al., 2010).....	49
Figure 3.1. Distribution des fibres utilisées .....	53
Figure 3.2. Densité des fibres en fonction de la granulométrie .....	54
Figure 3.3. Analyse de l'influence de la granulométrie des fibres sur le gain massique des composites à 50 % d'écorces.....	60
Figure 3.4. Analyse de l'influence du type et de la teneur des fibres sur le gain massique des composites.....	60
Figure 3.5. Analyse de l'influence du temps d'immersion dans l'eau sur le module d'élasticité (MOE) des composites à fibre d'écorce de peuplier faux-tremble à différentes teneurs.....	61
Figure 3.6. Analyse de l'influence du temps d'immersion dans l'eau sur le module de résistance (MOR) des composites à fibre d'écorce de peuplier faux-tremble à différentes teneurs.....	62
Figure 3.7. Résultats des coefficients de diffusion D pour la présente étude et pour les études de Mrad et al. (2018) et d'Adhikary et al. (2008).....	67
Figure 3.8. Coefficients de sorption S pour cette étude et pour l'étude de Adhikary et al. (2008).....	70
Figure 3.9. Coefficients de perméabilité P pour la présente étude et pour l'étude d'Adhikary et al. (2008).....	71
Figure 3.10. Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques du comportement hygroscopique de composites extraites et non extraites de fibres d'épinette noire et peuplier faux-tremble à des teneurs de 50 %.....	72

Figure 3.11. Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques du comportement hygroscopique de composites extraites et non extraites de fibres d'épinette noire et peuplier faux-tremble à des teneurs de 60 % .....	73
Figure 3.12. Comparaison de l'évolution de $M_t/M_\infty$ en fonction du temps pour notre étude et pour l'étude de Mrad et al. (2018).....	74

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1. Composition chimique l'écorce et du bois de l'épinette noire et du peuplier faux-tremble (Hadidane, 2015; Vaucher, 1993) .....	9
Tableau 1.2. Propriétés de l'écorce de l'épinette noire et du peuplier faux-tremble (Vaucher, 1993) .....	10
Tableau 2.1. Distribution granulométrique des fibres.....	41
Tableau 3.1. Facteurs de forme des différentes fibres étudiées .....	53
Tableau 3.2. Résultats des analyses de variance (ANOVA) avec les valeurs des interactions et leurs niveaux significatifs pour chaque source de variation des propriétés physiques.....	56
Tableau 3.3. Résultats des analyses de variance (ANOVA) sur les effets de la proportion de la fibre du peuplier faux-tremble, du temps d'immersion et de leurs interactions sur les propriétés hygromécaniques.....	57
Tableau 3.4. Composition des mélanges à base de PEHD.....	63



## INTRODUCTION

Avec l'épuisement important des ressources fossiles et l'augmentation de la pollution causée par les émissions de gaz à effet de serre, la recherche d'alternatives renouvelables, durables et écologiquement responsables devient impérative. De ce point de vue, la biomasse lignocellulosique pourrait constituer une source attrayante et prometteuse de carburants et de produits chimiques alternatifs qui pourraient répondre au moins partiellement à ce besoin. Par conséquent, la génération de produits biosourcés à valeur ajoutée devient une solution possible pour les futurs besoins industriels. Il convient de mentionner qu'au Canada, la superficie forestière représente plus de 10 % de la superficie forestière totale du monde. De plus, la superficie forestière du Canada dépasse 400 millions d'hectares et fait partie des ressources naturelles ayant un impact très important sur l'économie nationale (Wright, 2014). En 2013, la foresterie représentait 1,25 % du PIB réel du Canada, soit 19,8 milliards de dollars canadiens. En 2016, le gouvernement du Québec a exporté à lui seul 9 milliards de dollars, soutenant près de 60 000 emplois directs dans le plan économique du secteur forestier (Québec, 2016). Le développement du bois comme matériau d'ingénierie a été remarquable dans le domaine de la construction ou dans la fabrication de panneaux composites bois-polymère. Cependant, le bois n'a cessé de susciter l'intérêt pour d'autres filières de valorisation par des transformations secondaires et tertiaires.

Dans un contexte de demande croissante pour les matériaux et pour des considérations environnementales, plusieurs laboratoires ont développé de nouveaux matériaux, dont les composites bois-polymères. La valorisation des matières résiduelles, dont les plastiques et les écorces, permet de minimiser les impacts environnementaux et



contribue ainsi à l'économie circulaire. En 2020, un portrait statistique du ministère des forêts a annoncé que la production d'écorces des scieries du Québec a dépassé 1,7 million de tonnes métriques (TMA) en 2020, dont la majorité a été utilisée pour des fins énergétiques, et environ 169 milles TMA étaient disponibles et non valorisés (ministère des forêts, 2020).

Le développement du bois comme matériau d'ingénierie a été remarquable dans les domaines de la construction et de la fabrication de panneaux composites bois-polymère. Cependant, le bois n'a cessé de susciter l'intérêt pour d'autres filières de valorisation par des transformations secondaires et tertiaires. L'écorce de bois est considérée comme un résidu indésirable. L'énergie est pratiquement la seule voie pour sa valorisation. Au cours des dernières décennies, les technologies de récupération et de valorisation des résidus du bois ont pu inclure des applications à haute valeur ajoutée telles que la production des panneaux et des composites.

Afin de concevoir des produits écoresponsables et de réduire l'empreinte carbone environnementale, l'accent sera mis sur le potentiel du développement des écorces dans notre étude.

Cette étude vise une application à haute valeur ajoutée de l'écorce en tant que matière première. Mais, la capacité des écorces à retenir l'eau représente une limite qui décourage la conception de nouveaux matériaux composites. Cette hygroscopicité affecte également les propriétés mécaniques des composites à court et à long terme. L'objectif principal a été de caractériser et de modéliser la stabilité dimensionnelle des biocomposites d'écorces (BCE). Des écorces d'épinette noire et de peuplier faux-tremble à des teneurs de 50 % et 60 % avec du polyéthylène haute densité a servi pour la production des BCE. Il convient de mentionner que, jusqu'à présent, aucune étude n'a été menée pour explorer les résultats expérimentaux hygroscopiques dans les modèles numériques. Outre ceci, peu d'études ont été effectuées pour étudier l'effet de l'immersion dans l'eau des composites sur les propriétés mécaniques.

## CHAPITRE I : ÉTAT DES CONNAISSANCES

### 1.1 Le bois : matériau d'ingénierie

Le bois est un biomatériau tridimensionnel qui se compose d'un réseau polymérique de trois composants principaux répartis en lignine, qui constitue 20 à 30 % (sur une base sèche) du bois et est naturellement entrelacée avec deux autres constituants majeurs, à savoir la cellulose (35% sur une base sèche) et l'hémicellulose (0 à 30 % sur une base sèche) (Lin & Dence, 2012).

Parmi ces trois polymères, la cellulose est la plus valorisée depuis les premières productions de papier. Au fil du temps, la production papetière a été effectuée majoritairement à partir du bois comme matière première. Diverses applications industrielles se sont liées à l'industrie papetière afin de valoriser ses résidus (Stevanovic & Perrin, 2009). D'autres travaux antérieurs ont incorporé des boues primaires et des boues secondaires générées par les procédés de la mise en pâte dans une matrice polyéthylène à haute densité. Ces travaux donnent des composites avec de meilleures propriétés mécaniques (Soucy et al., 2016).

En occurrence, le bois massif est un matériau durable et renouvelable ce qui lui a permis d'être industrialisé comme bois d'œuvre dans le domaine de la construction (Ross, 2010). D'ailleurs, la construction en bois a gagné en popularité puisqu'elle présente plusieurs avantages distinguables : une bonne isolation thermique qui permet une moindre utilisation d'énergie pour le chauffage et une réduction des émissions des gaz à effet de serre (Ross, 2010). En revanche, les industries du bois d'œuvre génèrent des sous-produits, qui, à leurs tours, ont pu être valorisables dans une variété d'applications. En outre, d'autres travaux antérieurs ont étudié l'effet de

l'augmentation de la proportion de bois dans les composites bois-polymère, l'effet de la variation de l'espèce, ainsi que l'effet de la variation de l'origine résiduelle (sciures, bois sous-utilisé, écorce, panneaux composites et boues résiduelles de pâte et papier) sur les propriétés mécaniques des composites (Migneault et al., 2014). Il a été conclu que les boues de désencrage avaient une meilleure stabilité dimensionnelle et une meilleure tenue mécanique par rapport aux autres résidus de bois (Migneault et al., 2014).

La valorisation de la cellulose a été la plus répandue et la plus étendue. Par contre, la valorisation de l'hémicellulose a été très rare, mais a pu servir pour la production de sucres (Isikgor & Becer, 2015). Quant à la lignine, elle était dans un passé récent une structure méconnue et par conséquent, elle a été perçue pour longtemps comme un déchet.

## 1.2 La composition chimique du bois

Le bois peut être considéré comme un matériau composite avec de l'hémicellulose et de la lignine comme matrice et de la cellulose comme support. La cellulose a une structure très rigide et elle est enrobée par la lignine (Mahfoudh, 2013). La composition chimique du bois dépend de l'essence, de la nature du bois (mûr, juvénile, initial ou final), de l'âge et des conditions climatiques. La paroi cellulaire du bois est principalement faite de polymères composés de trois macromolécules différentes, soit la cellulose, l'hémicellulose et la lignine.

### 1.2.1 Cellulose

La cellulose est le principal élément chimique des fibres lignocellulosiques, représentant 40 à 50% de la masse anhydre du bois. Sa composition chimique est  $(C_6H_{10}O_5)_n$ . La cellulose est composée de monomères de glucose répétés, qui sont liés entre eux par des liaisons glycosidiques 1,4- $\beta$ . Sa structure moléculaire est compacte, linéaire et ordonnée. Cette structure cristalline confère à la paroi cellulaire du bois une

stabilité physique et mécanique. De plus, la cellulose est l'élément du bois le plus stable chimiquement (Repellin, 2006). Cet élément principal a un degré élevé de polymérisation allant jusqu'à 15 000, ce qui fait que sa longueur de chaîne est d'environ 5  $\mu\text{m}$  (Williams, 2005). La cristallinité de la cellulose varie de 40% à 50% (Mbagou, 2017). L'humidité n'affecte pas la partie cristalline de la cellulose. Cependant, seuls les groupements hydroxyles présents dans la région amorphe peuvent former des liaisons chimiques incluant l'eau (Matuana, 2015).

### 1.2.2 Hémicellulose

L'hémicellulose est un hétéropolysaccharide ramifié. La chaîne principale est composée de sucres monomères tels que le D-glucose, le D-galactose, le D-mannose et d'autres aldoses (Ross, 2004). Comparée à d'autres composants des parois cellulaires du bois, la structure ramifiée de l'hémicellulose présente une fragilité évidente. De plus, les hémicelluloses sont rapidement hydrolysées en milieu acide, elles sont donc plus solubles que la cellulose (Sjostrom, 2013). De plus, ce polymère est le composant le plus hydrophile du bois. En effet, Siau (2012) a montré que les molécules d'eau réagissent avec les groupements hydroxyles libres de l'hémicellulose (Siau, 2012). D'autre part, l'hémicellulose est le premier composant du bois qui se dégrade sous l'influence de l'augmentation de la température. En effet, la dégradation de l'hémicellulose commence à une température avoisinante 180°C (Alen et al., 2002).

### 1.2.3 La lignine

#### a. L'origine de la lignine

La découverte de la lignine a été réalisée par le chimiste français Anselme Payen en 1838 (Northey, 2000). En effet, le mot « lignine » est un dérivé du terme latin « lignum » qui signifie « bois ». Des travaux antérieurs ont suggéré une structure aromatique. Cette structure est composée de monomères d'alcool conyférilique et/ou aldéhyde conyférilique. Cette même étude a utilisé l'acide sulfurique ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) comme

méthode de séparation et demeure largement utilisée dans les industries de pâtes à papier (Adler, 1977).

Des travaux antérieurs ont découvert que la lignine est un matériau ayant une structure désordonnée (amorphe) et que le réseau polymérique des unités structurales est relié par l'intermédiaire de liaisons carbone-carbone (C—C), ainsi que de liaisons éthers (C—O—C) liées préférentiellement à des fonctions aryles (un dérivé d'un hydrocarbure aromatique) ou alkyles (CH<sub>3</sub>) (Freudenberg, 1965). D'autres travaux ont proposé des structures monomériques élémentaires pour la lignine qui étaient composées d'unités de phénylpropane condensées par des liaisons carbone-carbone (C—C) et/ou des liaisons carbone-oxygène (C—O)(Adler, 1977).

Présentement, un schéma illustratif, complet et précis, de la structure de la lignine demeure un défi pour cette macromolécule en raison de sa complexité, de sa structure amorphe ainsi que des procédés d'isolement qui la dénature partiellement. Nonobstant ces limitations naturelles et technologiques pour son isolement et sa valorisation, la lignine a réussi à susciter l'intérêt pour certaines applications. Les tentatives visant à identifier, à isoler, à caractériser et à chercher des voies de valorisation de la lignine ont augmenté continuellement (Lin & Dence, 2012; Stewart, 2008).

#### b. Propriétés de la lignine

La lignine est un biopolymère qui se comporte comme un matériau thermoplastique (Sarkanen & Ludwig, 1971). En d'autres termes, l'application d'une température donnée (ou d'une plage de températures) induit le ramollissement de ce matériau, tandis qu'une diminution du chauffage engendre son durcissement. Mis à part cette réversibilité de l'état de matière, un thermoplastique conserve sa structure moléculaire et ne se dégrade pas lorsqu'il est chauffé exclusivement jusqu'à la température de transition vitreuse ( $T_g$ ). Ce comportement thermoplastique est étroitement lié à la masse moléculaire, au procédé d'isolement et à l'aptitude de la lignine à absorber l'eau (Sarkanen & Ludwig, 1971). Ainsi, la lignine a deux températures : la première est la

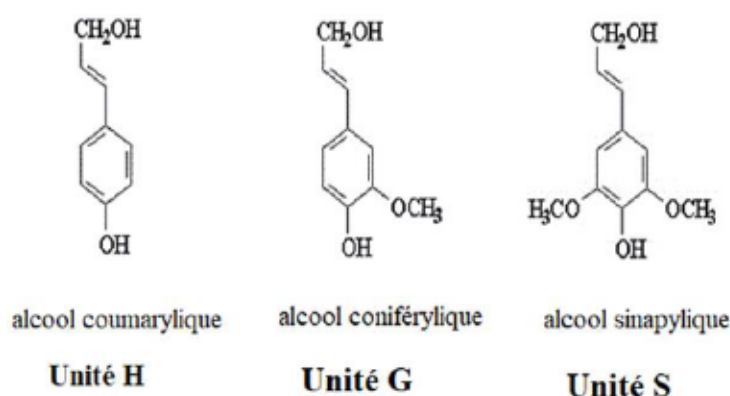
( $T_g$ ) et la seconde est la température de dégradation ( $T_d$ ). En effet, la  $T_g$  est, d'une part, directement proportionnelle au poids moléculaire et, d'autre part, dépend de l'essence du bois (la  $T_g$  peut varier de 90°C à 150°C) (Hatakeyama & Hatakeyama, 2005). Le début de dégradation commence entre 150°C et 275 °C, soit une température relativement basse ou modérée (Brebou & Vasile, 2010). Toutefois, l'étendue de l'intervalle de la  $T_d$  est large, étant donnée la grande diversité des groupements fonctionnels porteurs d'un atome d'oxygène (Brebou & Vasile, 2010; Lin & Dence, 2012; Nguyen et al., 1981). À cet effet, l'hétérogénéité moléculaire et les différences notées au voisinage moléculaire induisent la scission des liaisons oxygènes à différentes températures (Brebou & Vasile, 2010; Lin & Dence, 2012; Nguyen et al., 1981).

La décomposition thermique de la lignine est un processus complexe impliquant plusieurs réactions chimiques compétitives et/ou consécutives dépendamment du degré de condensation et/ou des contraintes stériques de cette molécule (Brebou & Vasile, 2010). La première étape de sa décomposition est due à la déshydratation à partir des groupements hydroxyles benzyliques (Nassar & MacKay, 2007). La seconde étape implique les groupements oxygénés corrélés par des liaisons  $\beta$ -aryle-étheralkyle puis  $\alpha$ -aryle-étheralkyle. Subséquemment, la décomposition de la chaîne aliphatique commence du côté aromatique et un clivage des liaisons carbone-carbone entre les unités monomériques suit. Finalement, suite à ces changements structuraux et à une plage de température plus haute (entre 500°C et 700 °C), un réarrangement moléculaire de la lignine survient et mène à une masse résiduelle de 30% à 50 % de charbon (Nassar & MacKay, 2007).

Ce polymère est structural et confère à la plante son caractère rigide, contrôle le débit et l'acheminement de la sève brute et joue un rôle protecteur en étant une barrière mécanique contre les attaques biologiques (Boerjan et al., 2003).

### c. Structure moléculaire de la lignine

La lignine est une macromolécule qui possède une structure amorphe et tridimensionnelle (Windeisen & Wegener, 2012). Étant de composition phénolique, la lignine est constituée de trois précurseurs monolignols, soit l'alcool p-coumarylique, l'alcool coniférylique et l'alcool synapylique (Figure 1.1) (Stevanovic & Perrin, 2009). Ces structures phénylpropanoïde sont encore couramment appelées unité H pour l'hydroxyphényl (alcool coumarylique), unité G pour guaiacol (alcool coniférylique) et unité S pour syringol (alcool synapylique) (Stevanovic & Perrin, 2009).



**Figure 1.1.** Les trois précurseurs monolignols constituant la lignine (Stevanovic & Perrin, 2009)

Il est à noter que la composition monomérique et polymérique de la lignine, dérivant de la biomasse lignocellulosique, est influencée par la nature de l'espèce : résineux ou feuillu (Sarkanen & Ludwig, 1971).

La lignine contient des groupements fonctionnels tels que les groupements hydroxyles phénoliques, hydroxyles aliphatiques, méthoxyles, carboxyles et carbonyles (Calvo-Flores et al., 2015; Sarkanen & Ludwig, 1971).

### 1.3 Généralités sur l'écorce

En 2019, le ministère des forêts a annoncé que la production d'écorces des scieries du Québec a dépassé 1,84 million de tonnes métriques (TMA), dont la majorité a été

utilisée pour des fins énergétiques (chaudières d'usine, fours à bois et cogénération) et environ 250 milles TMA étaient disponibles et non valorisés (ministère des forêts, 2019). De plus, la production québécoise de copeaux et de sciures est en baisse constante au cours des dernières années en raison des optimisations mises en place dans les usines de première transformation et de la réduction des coupes d'arbres recommandées par la commission d'étude sur la gestion de la forêt publique québécoise (Coulombe, 2004). De plus, des facteurs économiques tels que l'appréciation du dollar canadien, la crise du secteur de la construction résidentielle aux États-Unis et la concurrence des pays émergents (Chine, Brésil, etc.) ont compliqué la situation forestière au Québec et dans le reste du Canada. Selon le gouvernement du Québec, la fermeture à court terme des usines de transformation primaire en 2007 a suscité des inquiétudes quant à une forte baisse de l'approvisionnement en copeaux de bois provenant des usines de panneaux de particules et de pâtes à papier (Québec, 2007). Ce contexte suggère de trouver des sources alternatives pour les matières premières, telles que l'écorce. L'écorce, étant déjà présente dans l'usine de première transformation, offre l'avantage supplémentaire d'être moins chère.

L'écorce est la couche externe qui recouvre le tronc, les branches et les racines. Le terme « écorce » désigne les tissus situés à l'extérieur du cambium vasculaire, à savoir le phloème primaire ou secondaire, le cortex, le striatum et l'épiderme (Srivastava, 1964). L'écorce protège l'arbre des facteurs physiques et biologiques externes, assurant le transport des nutriments et le stockage des substances nocives pour le métabolisme de l'arbre. Selon Vaucher (1993), le fait de comprendre la structure et les caractéristiques de l'écorce permet d'identifier les arbres en fonction de l'apparence de l'écorce, de mieux comprendre leur physiologie et d'évaluer leur potentiel à des fins économiques (Vaucher, 1993). Pour des raisons de quantité et de qualité, l'importance économique de l'écorce est inférieure à celle du bois. En fait, en volume, le rapport écorce/bois de tige est d'environ 10%. Pour l'épinette noire, Singh et Kostecy (1986)



ont rapporté un rapport d'écorce de 12 à 14%. L'épaisseur de l'écorce varie d'une espèce à l'autre (Singh & Kostecky, 1986).

Il existe une différence considérable entre la structure anatomique de l'écorce et la structure anatomique du bois. Cependant, une analogie fonctionnelle peut être faite entre certains de leurs éléments. L'écorce se compose généralement de deux parties, soit l'écorce interne composée de tissu vivant (phloème) et l'écorce externe composée de tissu mort. L'écorce présente un processus de formation plus complexe et une structure plus variable par rapport au bois. Deux méristèmes (cambium et pourriture) sont impliqués dans la formation de l'écorce, alors que pour le bois, seul le cambium est impliqué. La structure de l'écorce change avec l'âge, comme pour le bois. Ainsi, dans les jeunes pousses, on observe les principales structures, à savoir l'épiderme, l'écorce et le phloème primaire. Il est difficile de déterminer le taux de croissance annuel de l'écorce, car les cernes de croissance sont quasi inexistantes, comme ceux que l'on trouve dans le bois. La structure régulière que l'on peut parfois observer dans le phloème provient de la continuité périodique du phloème dur et du phloème mou (Vaucher, 1993).

### 1.3.1 Propriétés chimiques de l'écorce

La composition chimique de l'écorce est différente de celle du bois, car les teneurs en polyphénols et extractibles sont supérieures à celle du bois, et le pourcentage de polysaccharides est plus faible. Le Tableau 1.1 montre la composition chimique de l'écorce et du bois. La composition chimique de l'écorce interne (phloème) est également différente de la composition chimique de l'écorce externe (liège) (Hadidane, 2015).

Les valeurs dans le Tableau 1.1 confirment la différence entre la composition chimique de l'écorce et celle du bois pour la même espèce. Les valeurs sont exprimées en pourcentage de la masse anhydre du matériau qui ne contient pas d'extractibles.

**Tableau 1.1.** Composition chimique l'écorce et du bois de l'épinette noire et du peuplier faux-tremble (Hadidane, 2015; Vaucher, 1993)

	Épinette noire		Peuplier faux-tremble	
	Bois	Écorce	Bois	Écorce
Lignine (%)	25-30	28,2	18-25	21,6
Polysaccharides (%)	66-72	7,0	74-80	22
Extractibles (%)	2-9	3,2	2-5	5
Cendres (%)	0,2-0,6	0,2	0,2-0,6	0,7

### 1.3.2 Propriétés de l'écorce

Compte tenu de l'importance de comprendre les propriétés de l'écorce dans la mise en œuvre et l'utilisation des différents secteurs industriels, cette section présente et compare les propriétés physiques, mécaniques, chimiques et thermiques de l'écorce et du bois. Steiner (1981) rapporte qu'en raison de leurs structures anatomiques, composition chimique aromatique et faible teneur en cellulose, les propriétés de l'écorce sont généralement différentes de celles du bois (Steiner, 1981). Selon Vaucher (1993), les caractéristiques de l'écorce utilisée dans son processus d'élaboration ont un pouvoir calorifique presque égal au pouvoir calorifique du bois. En revanche, la stabilité dimensionnelle et la résistance à la compression de l'écorce sont inférieures à celles du bois (Vaucher, 1993). La densité de l'écorce varie généralement considérablement. Fournier (1971) a rapporté des valeurs comprises entre  $240 \text{ kg/m}^3$  et  $780 \text{ kg/m}^3$ . L'écorce des feuillus tempérés a tendance à être plus dense que celle des conifères. La teneur en humidité de l'écorce et du bois varie. Le pourcentage élevé de composés phénoliques (30 à 70%) dans l'écorce affecte la répartition et la rétention d'humidité dans ce matériau (Fournier, 1971).

À cet égard, Harris et Nash (1973) ont montré qu'il est difficile de sécher l'écorce à l'air jusqu'à une teneur en humidité uniforme, car l'humidité est emprisonnée à l'intérieur.

Lorsque l'échantillon atteint une masse constante, l'écorce maintient son taux d'humidité entre 30% et 50%. Il existe également une différence significative d'humidité entre l'écorce interne et externe (Harris & Nash, 1973). De plus, l'humidité de la couche externe et l'humidité de la couche interne varient peu. Litvay (1973) a prouvé que la composition de l'écorce (le rapport de l'écorce interne à l'écorce externe) et des extractibles ont un effet significatif sur la teneur en eau d'équilibre (Litvay, 1973).

En termes de changements dimensionnels au cours du séchage, l'écorce est très différente du bois. De plus, l'écorce d'épinette noire et l'écorce de peuplier faux-tremble présentait un retrait longitudinal plus important que leur bois respectif (Harris & Nash, 1973).

Le Tableau 1.2 résume certaines propriétés de l'écorce de l'épinette noire et du peuplier faux-tremble.

**Tableau 1.2.** Propriétés de l'écorce de l'épinette noire et du peuplier faux-tremble (Vaucher, 1993)

Propriété	Épinette noire	Peuplier faux-tremble
Densité basale	0,30-0,46	0,45
Densité anhydre	0,44	0,42
Pouvoir calorifique (MJ/kg)	19,21-21,27	20,75
Teneur en cendres (%)	2	4

Par rapport au bois, les fibres de l'écorce sont plus courtes et moins résistantes (Fournier, 1971). Comme le bois, les propriétés anisotropes de l'écorce affectent également ses propriétés mécaniques (Troughton, 1997). Lin (1973) a rapporté que la résistance à la compression de l'écorce n'est que d'un sixième à un tiers de celle du bois (Lin, 1973).

### 1.3.3 Les extractibles de l'écorce

L'écorce est généralement plus riche en matières extractibles que le même bois (Martin & Crist, 1970). Cependant, on peut détecter qu'il existe d'énormes différences dans la nature et la quantité des diverses substances chimiques contenues dans l'écorce. Chez une même espèce, cela dépend de l'âge et de la croissance de l'arbre échantillonné, de la localisation et de la proportion de l'écorce examinée, etc (Harkin, 1971).

Les principaux composants extraits de l'écorce sont : les alcaloïdes, les terpènes, les glycosides, les saponines, les esters, les acides gras, les stéroïdes, les graisses, les résines et les polyphénols (Middleton, 1998). Les polyphénols ont un large éventail d'applications dans divers domaines, tels que la nourriture, les cosmétiques et la pharmacologie.

De nombreuses études ont montré qu'elles jouent un rôle important dans les domaines anti-inflammatoire, antiallergique, antiviral et dans la prévention du cancer (Savouret & Quesne, 2002) et des maladies cardiovasculaires (Frankel, 1993). Les polyphénols ont également des propriétés antioxydantes et peuvent piéger les radicaux libres produits dans le corps (Middleton, 1998).

De plus, certains polyphénols comme les tanins, qui peuvent être extraits de l'écorce. Ils sont à la base fabriqués de nombreuses colles naturelles (Pizzi, 2006). Les polyphénols sont des molécules synthétisées par les plantes et possèdent de multiples groupes phénoliques.

Les polyphénols extractibles comprennent les composés flavonoïdes et les composés non-flavonoïdes. Les non-flavonoïdes comprennent le stilbène et l'acide phénolique. Les flavonoïdes sont des composés polyphénoliques carbonés (Pizzi, 2006).

#### 1.3.4 Les domaines d'exploitation de l'écorce

L'écorce est principalement utilisée pour produire de la chaleur (chaudières d'alimentation, fours à bois de chauffage et usines) et de l'électricité (chaleur et électricité combinées). L'écorce sert également à fabriquer des briquettes. Le principal inconvénient de l'utilisation de l'écorce comme combustible est sa forte teneur en

humidité, qui varie selon l'espèce, la saison et les méthodes de manipulation des grumes. Cela a un impact direct sur l'énergie produite et l'efficacité de l'appareil de chauffage. En agriculture, l'écorce est utilisée pour l'amélioration des sols et la fertilisation, comme paillis pour réduire les mauvaises herbes, l'évaporation de l'eau et l'érosion des sols en surface (Vaucher, 1993). L'écorce séchée et hachée a une plus grande capacité de rétention des liquides et d'absorption des odeurs que le bois, ce qui aide à garder les animaux de ferme secs et propres. L'écorce est également utilisée pour fabriquer des produits à haute valeur ajoutée. Selon Vaucher (1993), les extractibles présents dans l'écorce sont généralement les mêmes que les extraits contenus dans le bois. Outre la fabrication de bouchons en liège, de nombreuses études sont en cours pour la fabrication de panneaux de particules, de fibres, d'isolants et de panneaux décoratifs, utilisant l'écorce comme substitut aux particules de bois (Vaucher, 1993).

#### 1.4 Composites

Un matériau composite est une combinaison de deux ou plusieurs composants différents, dont l'un est la matrice et l'autre est le matériau de renforcement.

L'objectif principal de la fabrication de matériaux composites est d'obtenir un matériau aux propriétés améliorées et d'utiliser les caractéristiques de chaque composant.

Les composites de bois-polymère sont généralement produits en ajoutant des fibres de bois en tant que charges dans une matrice polymère. Les composites de bois polymère sont formés par extrusion, consolidation thermique ou moulage par injection. Dans l'industrie du transport, l'utilisation de fibres naturelles pour les sièges d'avion et les réservoirs de carburant remonte à l'année 1896 (Bledzki & Gassan, 1999).

Dans les années 1990, cependant, les usines de composites renforcés de fibres ont de nouveau les faveurs du monde scientifique et industriel (Satyanarayana et al., 2009). Aujourd'hui, les principaux domaines d'application des fibres végétales se concentrent principalement dans les industries du transport, de l'emballage et des sports et loisirs. Aussi, ces matériaux composites sont largement utilisés, dans les meubles et les

planchers extérieurs et intérieurs, en raison de leur faible coût. Ainsi qu'en raison de leur résistance mécanique élevée et de la facilité et la simplicité de leur mise en forme. L'enjeu actuel est de remplacer les fibres traditionnelles par des fibres végétales, qui ont des propriétés structurelles et fonctionnelles comparables et la même résistance aux agressions environnementales (Abida, 2018).

Les polymères les plus couramment utilisés comme matrice sont le polyéthylène haute densité (PEHD) ou le polyéthylène basse densité (LDPE) (Slama, 2008), le polypropylène (PP) (Harrache, 2018), le polychlorure de vinyle (PVC) (Bouhank, 2017), le polystyrène (PS) (Boussehel, 2018) et l'acide Acide polylactique (PLA) (Bledzki et al., 2009).

Dans le cas des composites bois polymère, les fibres peuvent varier selon leur morphologie (Saddem et al., 2019); (Ringuette, 2011). Or, selon la granulométrie tel que les fibres papetières (Soucy, 2007) ou de boues papetières (Migneault, 2011).

#### 1.4.1 Les domaines d'exploitation des composites

Le but de la conception originale des composites bois-polymère est de combiner la résistance à l'humidité des polymères avec les bonnes propriétés mécaniques du bois. La production de composites bois-polymère permet également de réduire la proportion de matières premières pétrochimiques. Cela fournit les aspects écologiques en favorisant la consommation de ressources naturelles renouvelables.

Cela permet de réduire les coûts de production. Les composites bois-polymère ont le potentiel d'être utilisés dans une variété d'applications, en particulier pour les produits de construction avec des exigences structurelles limitées, comme les terrasses, les revêtements extérieurs pour les terrasses extérieures, les balcons, les portes, les fenêtres, les passerelles, et les panneaux intérieurs (Centre de recherche industrielle québec, 2004). Ils sont également utilisés pour les composants internes ou externes dans l'industrie automobile (Wang, 2019). Par rapport aux matériaux de renforcement synthétiques, la demande accrue des matériaux composites en bois-polymère dans

divers domaines est principalement due à la légèreté, à la résistance relativement élevée, au faible coût, à la biodégradabilité et à la disponibilité des fibres naturelles renouvelables (Mohammed et al., 2015).

#### 1.4.2 Élaboration des composites

L'extrusion est le processus de conversion de particules ou de poudres de plastique en produits tels que des tuyaux, des câbles, des films et des tiges. Dans l'industrie de transformation des matières plastiques et des matériaux composites, il existe deux types d'extrudeuses, à savoir : les extrudeuses monovis et les extrudeuses bivis, co-rotatives ou contre-rotatives (Fortini & Mazzanti, 2018). Le principe de fonctionnement de l'extrudeuse repose sur le rôle de sa vis d'Archimède sans fin. En effet, l'extrudeuse est constituée d'un manchon cylindrique réglé par un thermocouple, dans lequel tournent une ou deux vis. L'ensemble est alimenté par la trémie d'alimentation. La vis tourne et entraîne en continu le matériau fondu, comprimé et homogénéisé de la zone d'alimentation à la filière pour donner la forme finale de l'extrudât.

La vis sans fin en spirale est conçue pour faire fondre le matériau. A ce titre, elle est intervenue dans la conception d'extrudeuses bivis visant à éviter la dégradation, l'altération et le cisaillement de l'extrudât. Étant donné que les deux vis partagent la force, l'extrudeuse maintient les performances du plastique en réduisant l'auto-échauffement et le dégagement de chaleur par convection. Par conséquent, il est prévu d'utiliser une extrudeuse à double vis. Surtout pour les matériaux sensibles à la chaleur qui se dégradent facilement à haute température (Soucy, 2015). La spirale d'Archimède se compose de trois parties, à savoir :

- Zone d'alimentation : Le plastique est conduit entre la vis et le canon et commence à fondre en raison de la chaleur de la plaque chauffante. Cette zone est caractérisée par la présence de filetages pour favoriser l'entraînement de la matière dans le cylindre.

- Zone de compression : Située au centre de la vis, le frottement est le plus important. Au fur et à mesure que le diamètre de l'âme du filetage augmente, le flux de plastique à travers le filetage diminue. C'est la zone de fusion ou de plastification.
- Zone de pompage : La matière fondue est homogénéisée, c'est-à-dire la partie de la vis qui mélange la matière fondue. Le produit extrudé peut ne pas être le produit final, par exemple, le produit semi-fini du procédé peut ensuite être utilisé dans une machine de moulage par injection ou d'autres procédés de moulage tels que le moulage par soufflage et le calandrage.

Une étude parallèle a été menée pour optimiser les paramètres d'extrusion (Xanthos, 1983).

Les résultats rapportés montrent que la meilleure vitesse est d'environ 50 tr/min et la meilleure température d'extrusion se situe entre 170 et 180°C. Ces paramètres s'appliquent aux matériaux composites à base de fibre de bois et matrice polypropylène (Joseph et al., 1999).

On peut citer l'exemple du composite à fibre de lin avec un mélange de polyéthylène/polypropylène (Toupe, 2015).

#### 1.4.3 La matrice

Les polymères sont des macromolécules formées à plusieurs reprises à partir de nombreux monomères. L'agrégation ou bien l'agglomération de ces monomères représente un assemblage qui est la polymérisation. Les polymères peuvent se présenter sous différentes structures. Ils peuvent être linéaires, ramifiés, réticulés ou dendritiques. Dans la plupart des cas, ils sont amorphes, mais parfois ils peuvent être cristallins. Ils sont largement utilisés pour fabriquer des matériaux composites sous forme de matrice. La matrice est une phase continue, qui assure la cohésion et l'arrangement géométrique des fibres. Il apporte des propriétés chimiques et thermiques aux matériaux composites. De plus, il recouvre et protège également le renfort. On distingue selon les sources : les polymères naturels, les polymères artificiels et les



polymères synthétiques, qui sont des macromolécules d'origine pétrochimique. Ils sont généralement divisés en trois catégories en fonction de leurs propriétés thermodynamiques, à savoir : les plastiques thermodurcissables, les élastomères et les thermoplastiques. La température est un facteur important affectant l'état des thermoplastiques. En effet, ces polymères se ramollissent à haute température et durcissent en refroidissant. Par conséquent, leur moulage est possible sans affecter leurs propriétés mécaniques initiales, ce qui les rend recyclables.

La chaîne polymère est composée de monomères, qui sont reliés par des liaisons de van der Waals fragiles, qui se briseront sous l'action de la chaleur et des fortes contraintes. La plupart des thermoplastiques fondent dans la plage de température de 80 à 225 °C, c'est pourquoi ils sont utilisés comme matrice pour fabriquer des matériaux composites.

Le polyéthylène haute densité (PEHD) est un polymère obtenu par polymérisation Monomère d'éthylène de formule chimique ( $\text{CH}_2\text{-CH}_2$ ).

C'est une polyoléfine semi-cristalline, translucide et blanc cassé. Dans l'industrie, le HDPE est le thermoplastique le plus utilisé. Le HDPE est plus dense mais pas aussi dur que le PP, sa densité est de l'ordre de de 0,96. Le HDPE a une bonne résistance chimique et une bonne résistance à l'humidité à température ambiante. Cependant, il présente certains inconvénients, tels qu'une faible résistance aux UV et un mauvais retardement de flamme.

En 2016, les ventes combinées de résines plastiques (10 milliards de dollars) et de produits en plastique (25 milliards de dollars) au Canada sont estimées à 35 milliards de dollars, soit plus de 5 % des ventes de fabrication au Canada, avec 93 000 employés dans 1 932 installations (Environnement et changement climatique Canada, 2019).

Le plastique étant présent dans presque tous les produits modernes, la demande et la production mondiale de plastique augmentent. Au Canada, les produits en plastique sont nécessaires pour la plupart des secteurs de l'économie, avec environ 4 667 kilotonnes (kt) de plastique entrant sur le marché intérieur chaque année (plus de 125 kilogrammes par habitant). Trois catégories (emballage, construction et automobile)

affichent une demande particulière pour les plastiques, représentant 69 % des utilisations finales du plastique (Environnement et changement climatique Canada, 2019).

#### 1.4.4 Le renfort

Un renfort est considéré comme une particule si toutes les dimensions du renfort sont approximativement égales et inférieures aux autres dimensions du matériau. Les particules dures sont dispersées au hasard dans une matrice moins rigide (Prombut, 2007).

L'épinette noire (*Picea mariana* (Mill.)) et le peuplier faux-tremble (*Populus tremuloides* (Michx.)) sont les deux espèces couvertes par cette étude. Leur choix est basé sur leur importance économique dans la foresterie québécoise. L'épinette noire est un conifère qui occupe une vaste superficie dans le nord du Canada d'est en ouest (Viereck & Johnston, 1990).

La distribution de l'épinette noire dans l'Est s'étend du nord du Massachusetts au nord du Labrador et du sud de la Colombie-Britannique à l'Alaska sur la côte ouest. Commercialement, l'épinette noire, qui est principalement utilisée pour la pâte et la construction, est l'essence d'arbre la plus importante dans l'est du Canada Avec le mélèze, il représente environ 43 % du volume commercial total de toutes les essences forestières du Québec (Power, 2013).

Le peuplier faux-tremble est un feuillu qui, avec les autres peupliers, représente 8,3 % de toutes les essences commerciales au Québec. Selon la même source, près de 48 % des volumes de peupliers faux-tremble ont été utilisés en foresterie pour produire des panneaux à copeaux orientés (OSB) (Yemele et al., 2010). L'exploitation de chacune de ces deux espèces est une garantie supplémentaire de la disponibilité de leurs écorces.

#### 1.4.5 L'agent de couplage

L'agent de couplage agit comme un pont entre la matrice et les fibres de bois, formant des liaisons chimiques. Le mécanisme d'action de l'agent de couplage est représenté

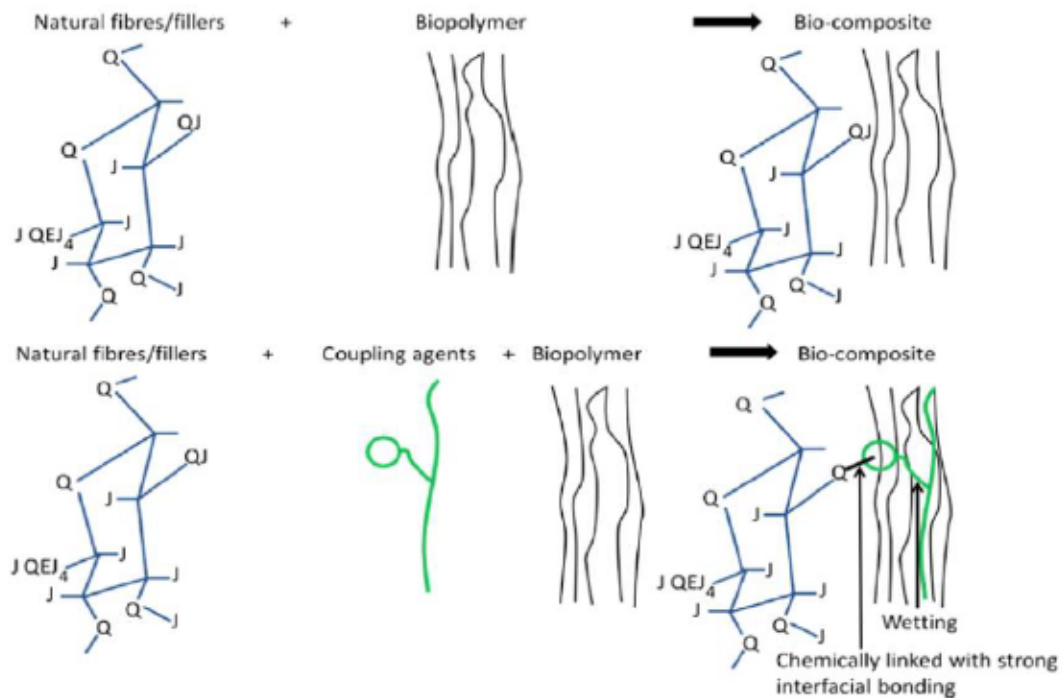
sur la Figure 1.2 (Ghaffar et al., 2018). Cette combinaison peut réduire l'hydrophilie des fibres de bois (Yang et al., 2007).

En effet, l'agent de couplage est greffé sur les groupements hydroxyles de la fibre d'un côté et de la matrice de l'autre par des liaisons covalentes et physiques (Xie et al., 2010). Les enchevêtrements résultants entre les chaînes polymères de l'agent de couplage et les polymères se comportent comme des réticulations physiques (Arbelaiz et al., 2005). Ainsi, la contrainte appliquée aux fibres sera efficacement transmise. Selon la littérature, les agents de couplage les plus utilisés sont les isocyanates, les silanes, les anhydrides et les copolymères modifiés par l'anhydride (Chowdhury & Wolcott, 2007). Dans le cas des composites bois polyoléfine, plusieurs études ont montré que la meilleure solution pour améliorer la compatibilité fibre-matrice est l'utilisation de polyoléfines à l'anhydride maléique (Selke & Wichman, 2004).

Par exemple, le polyéthylène et le polypropylène greffés d'anhydride maléique (MAPE, MAPP), selon la matrice PE ou PP utilisée (Kaboarani & Englund, 2011). L'incorporation d'agents de couplage dans des niveaux même faibles de compositions de composites réduit la viscosité du mélange et améliore l'aptitude au traitement des composites de bois-polymère (Adekomaya et al., 2016).

Des études parallèles ont conclu que la réduction des groupes hydroxyles libres, dans le bois et la réduction des vides entre la matrice et le renfort, favorisent la résistance à l'absorption d'eau des composites (Mohanty et al., 2004).

Selon Tufan et al. (2016), l'analyse morphologique de composites, contenant 3% de MAPE, a montré une bonne dispersion des fibres. Ainsi qu'il montre une meilleure adhérence des fibres après incorporation dans la matrice (Tufan et al., 2016).



**Figure 1.2.** Le mécanisme l'agent de couplage entre la fibre de bois et la matrice polyoléfine (Ghaffar et al., 2018)

Doan et al. (2016) ont rapporté que pour les composites à 50 % de fibres, les résistances maximales à la traction, à l'impact et à la flexion augmentent proportionnellement avec la teneur en MAPE (Doan et al., 2016). En améliorant l'adhérence à l'interface matrice/renfort (Martí-Ferrer et al., 2006). Selon Zhang et al. (2018), bien que le degré de greffage soit similaire, les composites d'agents de couplage HDPE greffés avec du méthacrylate de glycidyle ont de meilleures propriétés mécaniques que les composites d'agents de couplage HDPE greffés d'anhydride maléique (Zhang et al., 2018). Cela peut être lié à la réponse limitée. Les groupes hydroxyle et époxy sont relatifs aux groupes anhydride d'acide. Par conséquent, les propriétés mécaniques des composites avec agent de couplage HDPE greffé à l'anhydride maléique ont augmenté jusqu'à un maximum de 7 %.

### 1.5 L'influence de l'absorption sur les propriétés mécaniques et la stabilité dimensionnelle des matériaux composites

Les propriétés hydrophiles et polaires des fibres lignocellulosiques limitent leur compatibilité avec les polymères hydrophobes du composite bois-polymère. Dans ce contexte, certaines études ont porté sur l'amélioration de l'adhésion entre la matrice et les fibres. Ces études visent à trouver les meilleures alternatives qui favorisent les propriétés physiques et mécaniques du composites bois-polymères. L'un des principaux inconvénients de l'utilisation de fibres naturelles comme renforts dans le composite bois-polymère est leur absorption d'eau, en particulier dans des environnements à humidité variable. Cette absorption d'eau peut entraîner des changements dimensionnels des fibres et du composite bois-polymère, des microfissures et une mauvaise adhérence à l'interface fibre/matrice. Par exemple, l'absorption d'eau de 9 % de composite bois-polymère avec 40 % de fibres pendant 2000 heures entraîne une réduction de 39 % et 22 % du module d'élasticité et du module de rupture en flexion, respectivement. La perte de propriétés mécaniques après absorption d'eau a été attribuée à une mauvaise adhérence et à une concentration de contraintes lors de l'expansion du composite bois-polymère. La stabilité dimensionnelle des composites peut être améliorée par plusieurs méthodes ; tel que l'utilisation d'agents de couplage ou le traitement des fibres (Elleuch, 2020).

Dans leurs travaux, Joseph et al. (2002) ont analysé l'effet de l'absorption d'eau sur la résistance à la traction des composites sisal/polypropylène à une température égale et sous différentes charges en fibres. Ils ont constaté que la contrainte de l'attraction à la rupture diminuait avec le temps (Joseph et al., 2002).

Arbelaiz et al. (2005) ont étudié l'essai de vieillissement par immersion sur les propriétés mécaniques des composites lin/polypropylène. Ils ont observé qu'après 7 mois d'immersion à température ambiante, le module et la résistance à la traction du matériau composite diminuent par rapport aux matériaux composites non vieillis (Arbelaiz et al., 2005).

Les travaux antérieurs d'Albuquerque et al. (2000) sur les composites jute/polyester sont cohérents avec les résultats d'Arbelaiz et al. (2005) surtout pour une teneur élevée en fibres. De plus, les propriétés mécaniques dépendent de la durée d'immersion dans l'eau. Dans la même étude, il a été constaté que les propriétés mécaniques de la résine polyester peur étaient légèrement améliorées après absorption d'eau. La dégradation du matériau composite entraînera la dégradation de ces composants (fibre et matrice) seuls, mais elle affaiblit également l'interaction entre eux (Albuquerque et al., 2000). Les recherches de Dhakal et al. (2007) ont observé la dépendance entre l'absorption d'eau, les propriétés mécaniques et la teneur en fibres dans les composites chanvre/polyester. Ils ont remarqué une réduction de la contrainte à la rupture de 38 % pour la teneur de 15 % de fibre. Lors de l'augmentation de teneur en fibre à 21%, ils ont observé une réduction de la contrainte à la rupture de 15 % (Dhakal et al., 2007). Les études d'Espert et al. (2004) montrent que les propriétés mécaniques des composites cellulose/polypropylène diminuent après absorption d'eau. Ils l'expliquent par les changements dans la structure et les propriétés des fibres, de la matrice et de leurs interfaces produites par les molécules d'eau. De plus, la pénétration d'eau le matériau composite peut provoquer un gonflement des fibres (Espert et al., 2004). Cependant, la structure de la matrice est affectée par la quantité d'absorption d'humidité, entraînant une réorientation de la chaîne et une réticulation supplémentaire. Le vieillissement en immersion complète peut également entraîner une dégradation de la fibre de la matrice. De plus, l'absorption d'eau et ses effets associés conduisent à une mauvaise compatibilité entre la fibre et la matrice polymère entraînant une adhérence interfaciale affaiblie et une séparation ultérieure. De plus l'absorption à une température élevée entraîne la diminution de la résistance des composites de fibres végétales (Espert et al., 2004).

Hazzan et al. (2009) ont analysé et l'absorption d'eau de composites polyester pultrudés renforcés de fibre de jute et son effet sur les propriétés mécaniques. Ils ont observé que la résistance du module de flexion diminuent avec le temps immersion (Akil et al., 2009). Les résultats obtenus par Alvarez et al. (2004) sur les composites polymère

renforcé des fibres de sisal confirme bien ces résultats (Alvarez et al., 2004). Ainsi, toutes les études réalisées ont confirmé l'impact négatif de l'absorption sur les propriétés mécaniques des composites renforcés par des fibres végétales.

La déformation à la rupture augmente avec l'augmentation du temps d'immersion (Safiee et al., 2011). Cette augmentation peut être due à la pénétration d'eau dans les pores et les microfissures du matériau composite, agissant comme un plastifiant rendant la structure plus flexible. Par rapport aux matériaux composites renforcés de fibres synthétiques, les recherches sur le comportement mécanique humide des matériaux composites renforcés de fibres naturelles sont récentes et peu nombreuses. Peu d'études ont porté sur la caractérisation des matériaux composites à base de fibres végétales par absorption d'humidité. Alvarez et al. (2004) ont montré que la résine époxy biosourcée absorbe plus d'eau que la résine époxy ordinaire. De même, l'expansion de volume provoquée par la résine bioépoxy absorbant l'eau est plus importante. La déformation d'humidité maximale est mesurée dans le sens transversal, tandis que la déformation d'humidité longitudinale est pratiquement nulle (Alvarez et al., 2004). Alvarez et al. (2004) a également appliqué un modèle micromécanique qui peut prédire la quantité d'eau dans le matériau composite en fonction de la déformation d'absorption d'humidité et de la teneur en eau de la composition. Les composites chanvre/PET se caractérisent par une faible absorption d'humidité et de petits changements de taille isotropes latéraux. Presque tous les travaux publiés ont montré que l'absorption de grandes quantités d'eau pendant une longue période aura un impact négatif sur les performances des fibres végétales et des composites de fibres végétales. En effet, une forte absorption d'eau entraîne généralement une diminution des propriétés mécaniques. Lorsque les molécules d'eau pénètrent dans les fibres, elles décomposent les fibrilles de cellulose et les chaînes polymères matricielles (hémicellulose, lignine, pectine). Comme mentionné précédemment, les molécules d'eau affectent non seulement la fibre, mais également l'interface fibre/matrice (Alvarez et al., 2004).

Fehri (2018) a étudié le mécanisme de vieillissement de composites unidirectionnels renforcés de tissu de lin immergés dans l'eau. Ils ont constaté que la dégradation des fibres de lin est un facteur décisif dans le vieillissement des matériaux composites et la dégradation des propriétés mécaniques des composites. Contrairement aux matériaux composites renforcés de fibres minérales, la dégradation de la matrice contrôle la dégradation des propriétés mécaniques du matériau composite. Les auteurs ont découvert que les propriétés mécaniques des matériaux composites peuvent être restaurées par séchage jusqu'à ce que des dommages permanents (comme une dégradation mécanique des fibres) se produisent. La stratification de la matrice, l'expansion du matériau, les dommages à la structure de la matrice de la fibre de lin et de la résine époxy, et la dissolution de la fibre de lin sont les principaux mécanismes de vieillissement à l'humidité et à la chaleur des composites renforcés de tissu de lin (Fehri, 2018).

## 1.6 Étude du composite écorce-polymère

### 1.6.1 Étude de l'influence de la morphologie sur les propriétés mécaniques des composites à base d'écorce d'épinette noire et d'écorce de peuplier faux-tremble

Yemele et al. (2010) a fait des études sur les composites à base d'écorce d'épinette noire et d'écorce de peuplier faux-tremble (Yemele et al., 2010).

Les Figures 1.3, 1.4, 1.5 et 1.6 illustrent l'effet des différents types de fibre, leur teneur et leur granulométrie sur les propriétés mécaniques. Plusieurs paramètres peuvent être tirés, mais dans cette étude, l'accent a été mis sur les propriétés suivantes; le module d'Young et le module de rupture (Yemele et al., 2010).

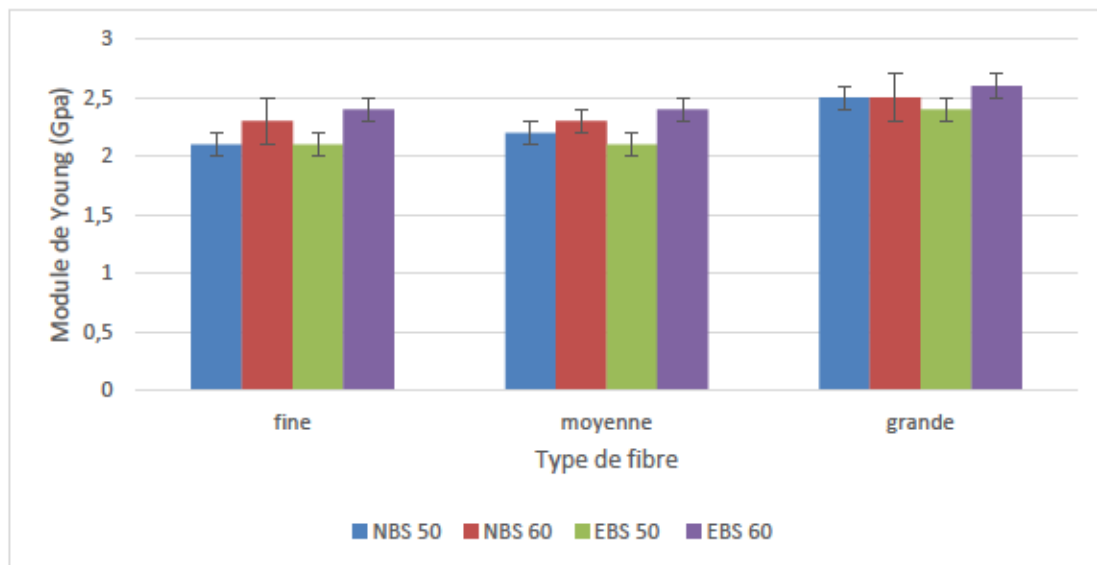
Pour ce qui est de l'effet de la granulométrie, les composites qui ont une grande morphologie d'écorce d'épinette noire présentent une légère augmentation dans le module d'Young. Les données reproduites sur la Figure 1.3 a démontrent une corrélation entre les types des fibres d'épinettes noires. D'autres part, l'effet de



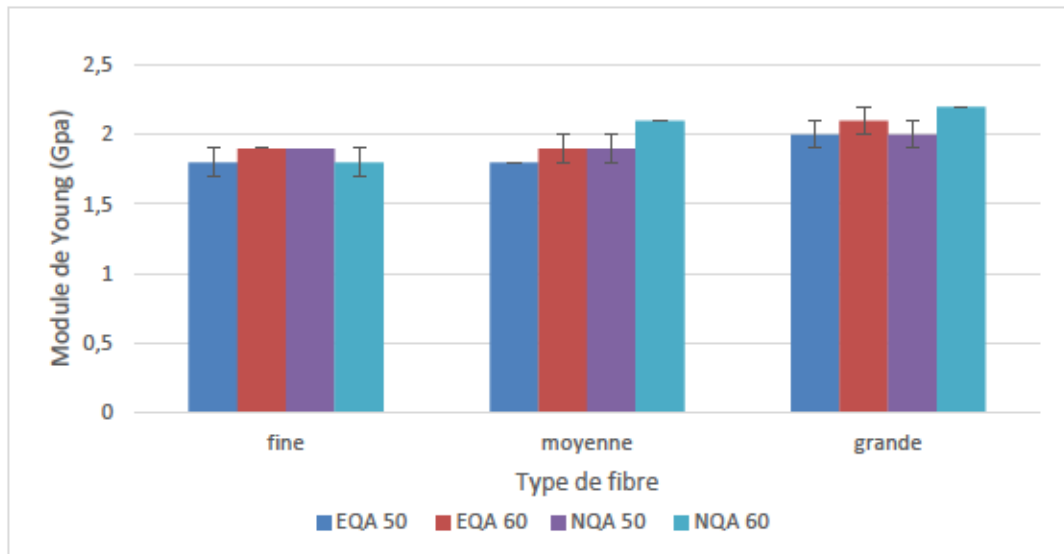
l'extraction montre que les composites à 50% et 60% d'écorce extraite et non extraite présentent un module d'Young qui varie entre 2 MPa et 2,5 MPa.

Cependant, pour les fibres de peuplier faux-tremble, la Figure 1.4 montre une variation du module d'Young entre 1,8 MPa et 2,2 MPa.

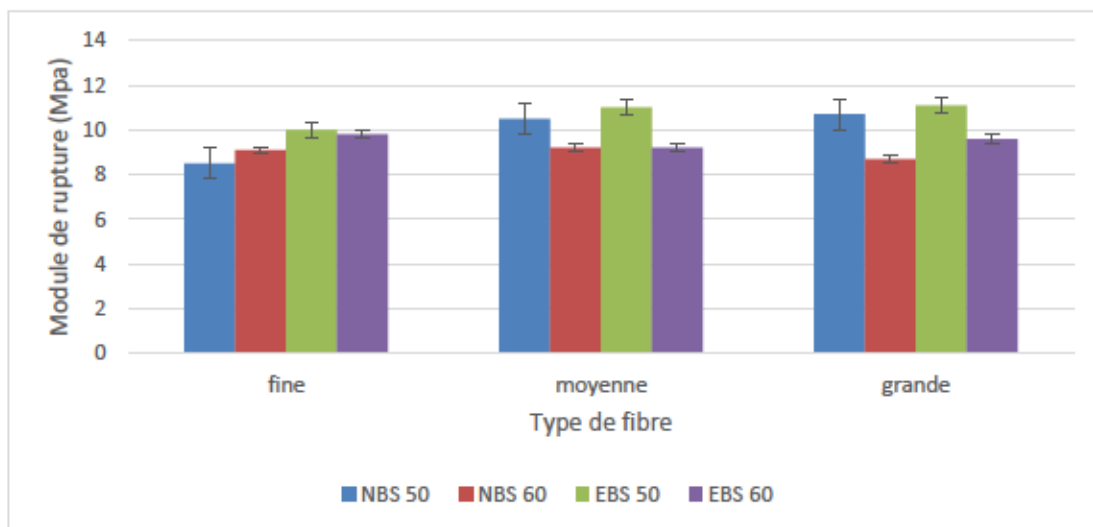
On peut estimer qu'une plus grande proportion de fibre d'écorce dans le composite favorise la propagation de fissure lorsque le matériau est soumis à des sollicitations mécaniques.



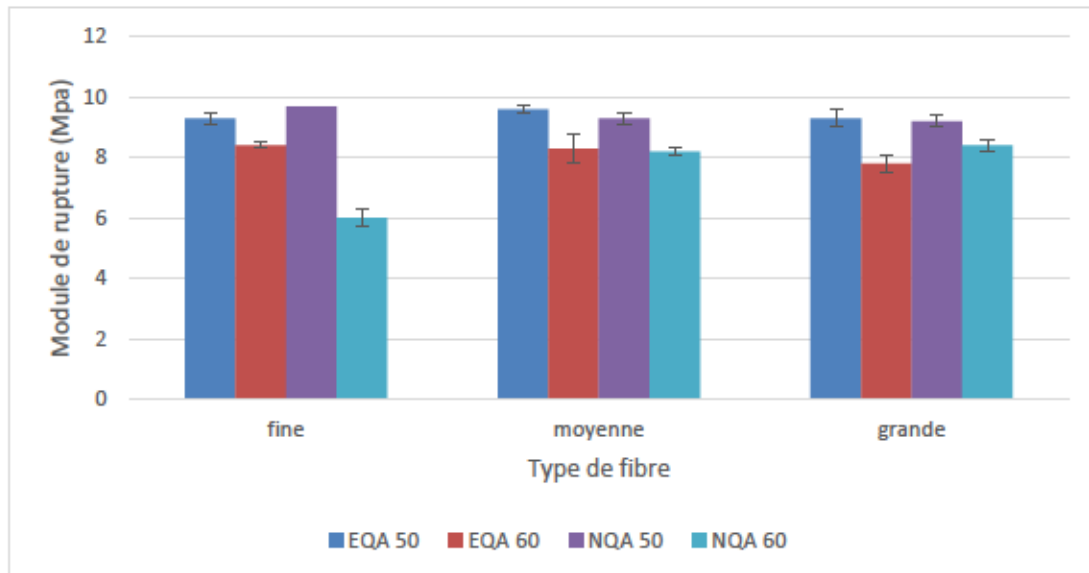
**Figure 1.3.** Analyse de l'influence de la morphologie des fibres et de l'extraction sur le module d'Young des composites à base d'écorce d'épinette noire



**Figure 1.4.** Analyse de l'influence de la morphologie des fibres et de l'extraction sur le module d'Young des composites à base de peuplier faux-tremble



**Figure 1.5.** Analyse de l'influence de la morphologie des fibres et de l'extraction sur le module de rupture des composites à base d'écorce d'épinette noire



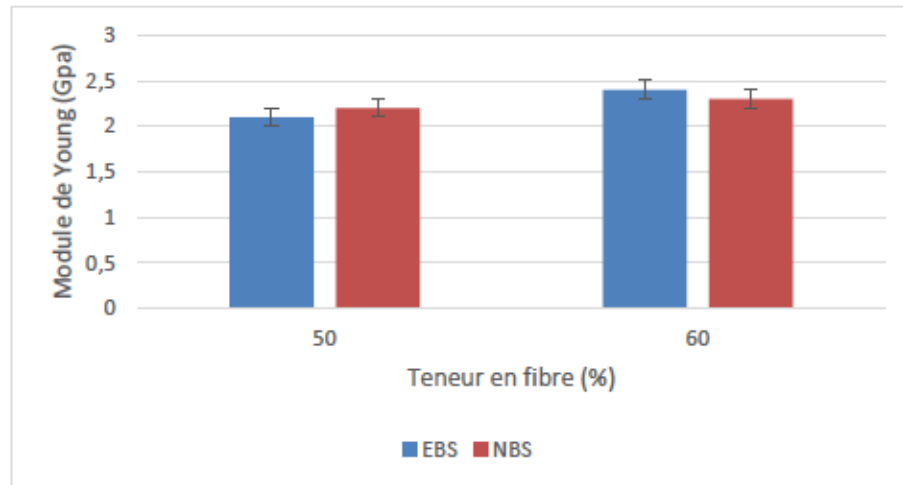
**Figure 1.6.** Analyse de l'influence de la morphologie des fibres et de l'extraction sur le module de rupture des composites à base de peuplier faux-tremble

#### 1.6.2 Étude de l'influence de la teneur en fibre sur les propriétés mécaniques des composites à base d'écorce d'épinette noire et d'écorce de peuplier faux-tremble

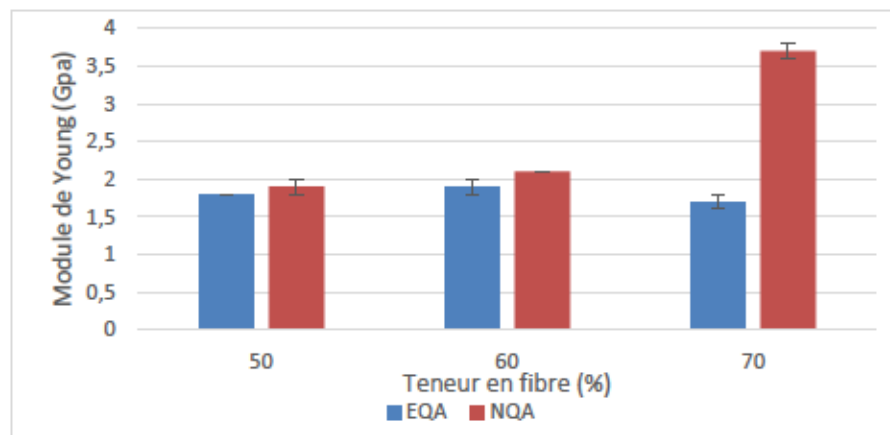
Yemele et al. (2010) a fait des études sur les composites à base d'écorce d'épinette noire et d'écorce de peuplier faux-tremble (Yemele et al., 2010). Les figures 1.7, 1.8, 1.9 et 1.10 illustrent l'effet des différents types de fibre et leur teneur sur les propriétés mécaniques. Le module d'Young augmente en passant de 50 à 60% de fibres, pour les deux types d'écorce. Pour une teneur de 50% de fibres, les fibres non extraites présentent des biocomposites avec un module d'Young légèrement meilleur que ceux avec des fibres extraites (Figures 1.7 et 1.9). Pour l'écorce d'épinette noire extraite, à 50% de teneur, procure un module d'Young égale à 2,1 MPa. Or l'écorce d'épinette noire non extraite, à 50% de teneur, admet un module de Young égale à 2,2 MPa. Tandis que, l'écorce peuplier faux-tremble, à 50% de teneur, présente un module d'Young égale à 1,8 MPa pour les fibres extraites. Ainsi que. Les fibres non extraites admettent un module de Young égale à 1,9 MPa. Ceci est probablement lié à la

réduction de l'efficacité de l'agent de couplage à cause de l'élimination des groupements hydroxyles des fibres (Tufan et al., 2016). Pour une teneur en renforts de 60%, l'écorce d'épinette noire non extraite procure les meilleurs composites avec un module d'Young (E) de l'ordre de 2,3 MPa tandis que l'écorce de peuplier faux-tremble non extraite présente toujours la plus faible valeur de module d'Young de l'ordre de 2,1 MPa. En ce qui concerne la résistance à la rupture, la nature des fibres montre un comportement différent. En effet, le module de rupture de tous les composites diminue en passant de 50 à 60% à part des composites ayant des fibres non extraites qui montrent une diminution de la résistance à la rupture,  $R_m$ . La diminution de la résistance maximale des composites en augmentant la teneur est attribuée à l'affaiblissement de l'adhésion entre les fibres et la matrice. Ce qui est dû aux faiblesses des fibres au niveau groupements hydroxyles. Donc, l'efficacité de l'agent de couplage sera réduite (Tjeerdsma & Militz, 2005). Cependant, les fibres peuplier faux-tremble non extraites à 70% de teneur ont donné les meilleures résistances maximales avec un maximum de 11 MPa. Ainsi qu'un module d'Young extraordinaire égale à 3,7 MPa. Bien que cette fibre ait la plus faible longueur de fibres et rapports de forme, il a donné les meilleures propriétés mécaniques. Ceci s'explique par une meilleure dispersion des fibres dans la matrice qui engendre l'amélioration de l'adhésion entre la fibre et la matrice (Sihombing et al., 2012). Auprès de la revue de la littérature, les études montrent que plus la taille des fibres est importante, plus la résistance des composites augmente (Väisänen et al., 2017). Dans notre cas, le traitement des fibres n'a pas montré d'amélioration des performances mécaniques. Ces résultats inattendus peuvent être expliqués par la mauvaise dispersion des fibres dans la matrice. Ceci réduit les performances mécaniques des composites à cause du manque de transfert de contraintes entre la fibre et la matrice. Même si l'agent de couplage est présent dans les composites. De plus, l'extraction pourrait causer des fissurations au niveau des fibres et la dégradation partielle de l'un des compositions chimiques. La perte des performances mécaniques peut être attribuée à la diminution des degrés de

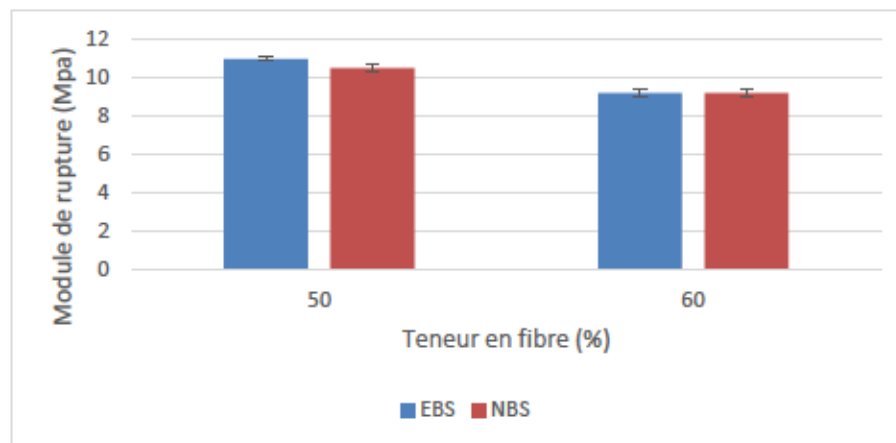
crystallisation et de polymérisation ainsi que l'apparition des fissures internes dans les fibres (Yemele et al., 2010).



**Figure 1.7.** Analyse de l'influence de la teneur en fibre et de l'extraction sur le module d'Young des composites à base d'écorce d'épinette noire

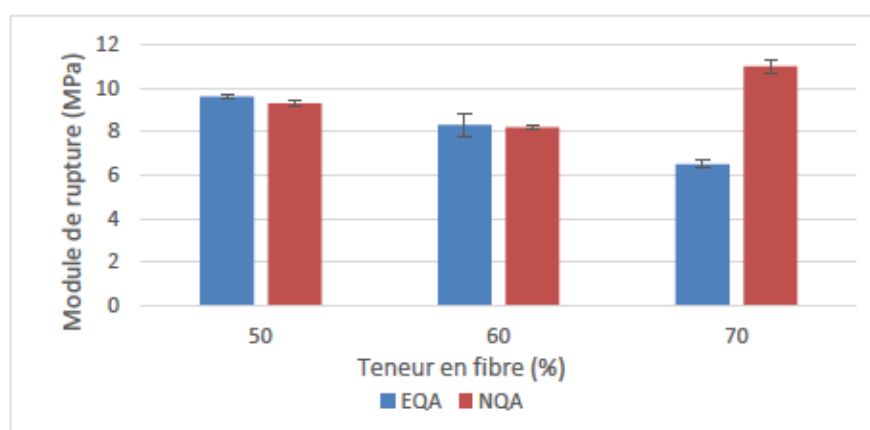


**Figure 1.8.** Analyse de l'influence de la teneur en fibre et de l'extraction sur le module d'Young des composites à base d'écorce de peuplier faux-tremble



**Figure 1.9.** Analyse de l'influence de la teneur en fibres et de l'extraction sur le module de rupture des composites à base d'écorce d'épinette noire

En s'appuyant sur la figure 1.10, il est clair que le module à la rupture diminue suite à l'incorporation des renforts extraits et ceux pour tous les types et teneurs de fibres. Ces résultats sont similaires à d'autres recherches qui ont signalé qu'une amélioration de la rigidité des composites est accompagnée par une diminution de l'allongement. En effet, cette rigidité limite la mobilité des chaînes polymériques dans la matrice (Matuana et al., 1997).



**Figure 1.10.** Analyse de l'influence de la teneur en fibres et de l'extraction sur le module de rupture des composites à base d'écorce de peuplier faux-tremble

### 1.7 Modélisation de la stabilité dimensionnelle des composites

Les fibres végétales admettent une sensibilité aux variations atmosphériques. Elles possèdent un caractère hydrophile qui représente une limite avec l'absorption des molécules d'eau. La faible résistance à l'absorption de l'eau représente un problème qui lutte contre le développement des recherches sur les composites biosourcés. Donc, il faut bien caractériser et maîtriser le phénomène de sorption.

En effet, la sorption d'eau engendre le gonflement des fibres végétales. Cela s'effectue à travers des mécanismes tels que l'action capillaire à travers le lumen de la fibre ou par les liaisons capillaires entre les fibres. Voire même à travers la porosité présentée sur la surface de la fibre (Clair, 2014). Au niveau des matériaux composites, il existe trois modes de la pénétration de l'eau. Le premier consiste à la diffusion des molécules d'eau dans des microcavités qui se trouvent entre les chaînes polymériques. Mais, elle n'agit pas sur l'interaction eau / polymère. Le deuxième mode se caractérise par le transport capillaire au niveau de l'interface fibre/matrice à travers les porosités et les défauts. Ces défauts sont dû à une mauvaise adhésion ou bien un éventuel décollement entre les fibres et la matrice. Le résultat sera une imprégnation incomplète des fibres par la matrice polymère. Le troisième mode se caractérise par le transport à travers les microfissures et les porosités dans la résine. Ces défauts sont formés durant la phase d'élaboration. Il existe plusieurs auteurs qui ont affirmé que les contraintes d'interface entre les fibres végétales et la matrice sont dues au gonflement différentiel. Il provoque des défauts tels que la dégradation, la fissuration, la décohésion de l'interface fibre / matrice. Ça affecte également les propriétés mécaniques. Des études antérieures montrent que les propriétés mécaniques se dégradent linéairement en fonction de l'absorption d'eau (Azwa et al., 2013). Généralement, on peut distinguer le comportement de diffusion au sein des polymères selon la mobilité relative du pénétrant et des segments du polymère. Au sein des composites bois-polymère, le comportement de sorption se présente sous forme d'un transport de molécule d'eau dans le polymère chargé par le renfort naturel.

La figure 1.11 représente les catégories de comportement de diffusion (Abida, 2018).

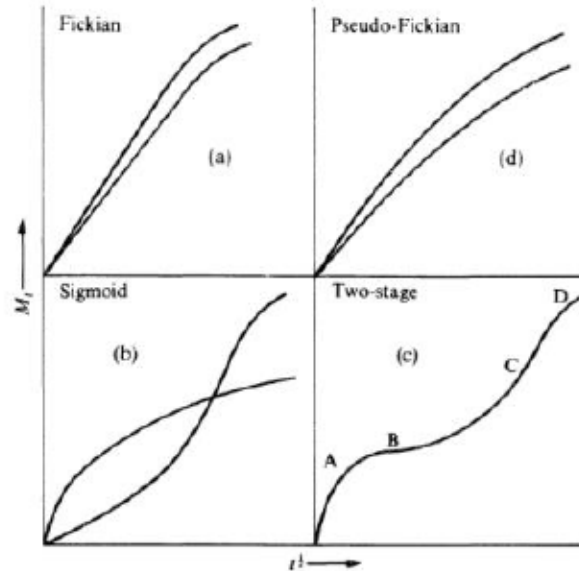


Figure 1.11. Courbe de la masse  $M_t$  en fonction du temps, illustrant les types de sorption : fickienne (a), pseudo-fickienne (d), et anormale (b et c) (Abida, 2018)

Tel que montre la Figure 1.11, le comportement de diffusion peut être classé en trois catégories :

- Diffusion Fickienne (a) : dans cette catégorie la mobilité des segments de chaîne est supérieure à la vitesse de diffusion. Alors, l'équilibre est rapidement atteint et indépendant du temps.
- Diffusion de pseudo-fickienne (d) : la mobilité du pénétrant est plus élevée que les mobilités des chaînes de polymère. Donc, il y a un front mobile entre la partie qui est responsable de l'absorption du pénétrant et le noyau du polymère. Le noyau diminue en taille jusqu'à l'obtention d'une concentration à l'équilibre dans tout le matériau.
- Diffusion anormale (b et c) : cette catégorie admet un comportement qui se balance entre la diffusion Fickienne et la diffusion de relaxation. Les vitesses de diffusion et de mobilité des chaînes sont comparables.



Selon les théories de la diffusion, l'absorption de l'eau à l'intérieur du matériau est régie par deux groupes de quantités caractéristiques :

- La capacité d'absorption maximale  $M_{\infty}$  correspondant au niveau maximal d'eau susceptible d'être absorbé par le matériau;
- Le coefficient de diffusion  $D$  correspondant au taux de pénétration dans le milieu.

Pour l'étude du mécanisme de sorption de l'eau par des composites, les données expérimentales sont ajustées avec l'équation suivante (1.1):

$$\frac{M_t}{M_{\infty}} = k \times t^n \quad (1.1)$$

Où  $M_t$  désigne la teneur en eau à l'instant  $t$ ,  $M_{\infty}$  la teneur en eau à saturation tandis  $k$  et  $n$  sont constantes à déterminer.

Ce dernier est utilisé pour définir le mécanisme d'absorption de l'eau par le composite. Leur valeur est déterminée graphiquement en faisant appel à la régression linéaire.  $k$  est un paramètre caractéristique du polymère, qui décrit l'interaction entre le polymère et l'eau, tandis que le paramètre  $n$  sert à caractériser le mécanisme de sorption.

Plusieurs études ont mis l'accent sur le phénomène de diffusion à travers la modélisation du comportement de sorption des composites (Mrad et al., 2018).

Espert et al. (2004) a constaté que le comportement de sorption de ces composites PP/fibres naturelles (sisaal, coc...) suit le modèle de diffusion de Fick. Comme, il a trouvé que les valeurs de  $n$  sont proches de 0,5 pour les différents niveaux de températures (23°C, 50°C et 70°C) et pour les différents teneurs en fibre (10%, 20% et 30%) (Espert et al., 2004). Ce dernier a remarqué que la teneur et la nature des fibres et de la matrice ont un impact sur les paramètres de diffusion (Espert et al., 2004).

Le même comportement Fickien a été observé par Slama (2008) dans ces travaux sur les composites bois-polymère provenant de la valorisation des résidus des panneaux MDF. Elle trouvé que les valeurs de  $n$  expérimentales sont proches la valeurs théorique  $n=0,5$  pour les différents taux de fibres lignocellulosiques (25%, 35%, 45%). Ce qui fait,

l'absorption d'eau dans ces échantillons suit la loi de diffusion de Fick (Slama, 2008). Pour les composites, la loi de Fick ne peut être appliquée que sous quelques conditions. Ces composites doivent être homogène, dense et que la diffusion suit une seule direction (la négligence de l'épaisseur devant les autres directions). Aussi, on doit considérer que le mécanisme de diffusion se fait par transport de petites molécules d'eau par un gradient de concentration. La courbe de la loi de Fick se comporte par deux parties. Une première partie linéaire qui décrit la pénétration des molécules d'eau suivie par une concavité puis un plateau de saturation. Les coefficients de la loi de Fick  $n$  et  $k$  sont calculés à partir de la partie linéaire.

Le plus grand souci présent jusqu'à date, pour la modélisation du mécanisme de sorption des composites, c'est que réellement le matériau composite est hétérogène comme il se compose par plusieurs composants (Elleuch, 2020).

## 1.8 Conclusion

A travers ce chapitre, l'état des connaissances sur les propriétés des composites bois-polymères, notamment les thermoplastiques, les fibres d'écorces, et leur mise en œuvre est présenté. En particulier, cette section aborde diverses alternatives possibles pour améliorer la stabilité dimensionnelle du composite écorce-polymère et minimiser les effets néfastes de l'absorption d'eau sur les changements dimensionnels et les modifications des propriétés physiques de ces matériaux. De plus, la modélisation de la stabilité dimensionnelle des composites a été décrite.

## CHAPITRE II : MATÉRIELS ET MÉTHODES

Ce chapitre décrit en détail le matériel expérimental et la méthode d'élaboration et de caractérisation des éprouvettes ainsi que l'identification des caractéristiques des fibres. Les expériences ont été réalisées selon un plan expérimental bien détaillé et une analyse de variance (ANOVA) a été effectuée sur les résultats. De plus, les notions théoriques et l'approche de modélisation de la stabilité dimensionnelle seront présentées.

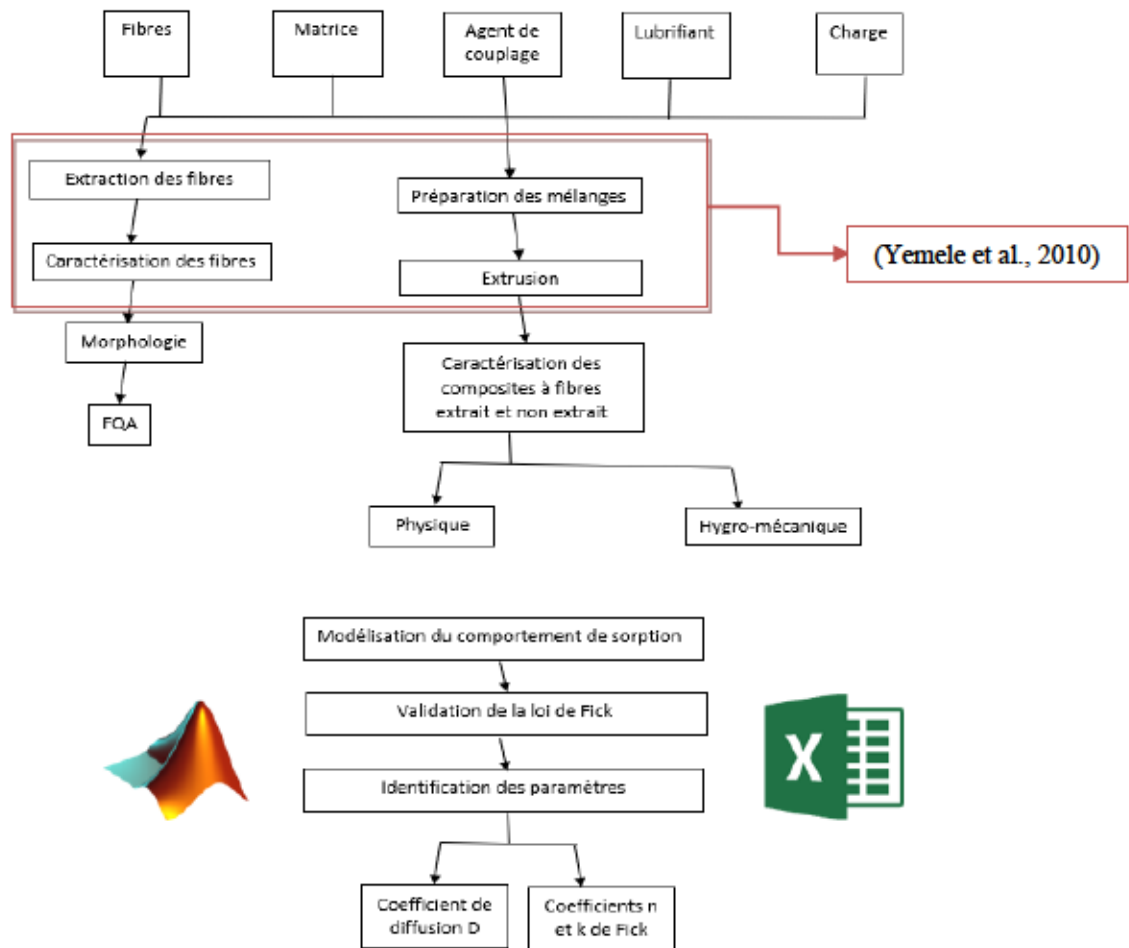
L'ensemble des étapes méthodologiques aboutissant à la réalisation des composites, qui représentent la suite des travaux de Yemele et al. (2010), permettant d'atteindre les objectifs de cette étude se résume comme suit :

- A. Préparation des fibres d'écorce par extraction à l'eau chaude (à l'Université de Laval) (Yemele et al., 2010).
- B. Caractérisation morphologique des fibres d'écorces (le présent travail).
- C. Élaboration des composites écorces-polymères par extrusion et la caractérisation mécanique (à l'Université Washington State) (Yemele et al., 2010).
- D. Caractérisation physico-mécanique des éprouvettes : (le présent travail).
  - Physique : immersion dans l'eau (gonflement)
  - Hygromécanique : flexion couplée avec l'immersion dans l'eau

## 2.1 Cadre conceptuel

Premièrement, les matériaux biocomposites utilisés dans l'étude ont été développés au laboratoire de l'Université de Washington State (Yemele et al., 2010) et caractérisés au Centre de recherche des matériaux renouvelables de l'Université Laval et au Laboratoire de biomatériaux de l'UQAT. Yemele et al. (2010) a fait la distinction des fibres en utilisant une extraction à l'eau chaude. Donc, une partie des fibres a été extraite et une partie sans extraction à garder ces extractibles. Un agent de couplage et un lubrifiant ont été employés. La matrice utilisée était le PEHD (Yemele et al., 2010). Une caractérisation morphologique des écorces d'épinette noire et de peuplier faux-tremble a été effectuée. Donc, une étude de l'effet de l'extraction des fibres sur les propriétés physiques a été effectuée en utilisant le test de l'immersion dans l'eau des composites écorce-polymère.

L'organigramme ci-après résume la démarche expérimentale et l'approche numérique proposée afin de réaliser la modélisation de la stabilité dimensionnelle des composites.



**Figure 2.1.** Organigramme récapitulatif des différentes étapes méthodologiques pour la réalisation du projet

### 2.1.1 Problématique

À l'heure actuelle, il y a plusieurs domaines d'exploitation des composites. On trouve les composites dans le domaine de la construction, l'automobile et l'aéronautique. Plusieurs travaux antérieurs sur le développement de ces matériaux existent. Cependant, ces études ont montré que les conditions climatiques (l'humidité, le vent, la pluie, la neige) et environnantes ont un impact sur les propriétés des composites à base de fibres naturelles. Aussi, ils ont mis l'accent sur plusieurs autres lacunes qui

peuvent avoir un impact sur les caractéristiques des biocomposites. Parmi ces lacunes, on note l'hygroscopicité qui joue un rôle très important dans la durée de vie des biocomposites. Cependant, peu d'études ont proposé d'utiliser de l'écorce et d'étudier l'effet du couplage hygroscopique et mécanique.

### 2.1.2 Objectifs

L'objectif général de la présente étude consiste à caractériser et modéliser le comportement hygroscopique des biocomposites à base d'écorce et de polyéthylène haute densité, dont les propriétés physiques respectent les exigences des normes en vigueur. Les objectifs spécifiques de ce travail sont :

- 1- Évaluer l'effet de la proportion des fibres et du type de fibre sur les propriétés d'absorption et la durabilité des biocomposites.
- 2- Évaluer l'influence de la morphologie des fibres sur le gain massique des différents biocomposites.
- 3- Évaluer l'effet de l'immersion dans l'eau sur les propriétés mécaniques en flexion du composite à base de peuplier faux-tremble extrait avec différentes teneurs en fibres.
- 4- Modéliser le comportement hygroscopique des biocomposites à base d'écorce.

### 2.1.3 Hypothèses

Les hypothèses sur lesquelles repose ce projet ont été formulées comme suit :

- 1- Le traitement de l'extraction des écorces à l'eau chaude affecte les propriétés d'absorption et la durabilité des composites écorces-polymères
- 2- Les composites avec des écorces non extraites absorbent plus d'eau que les composites à base d'écorces extraites.
- 3- L'amélioration des caractéristiques physiques des composites dépend de la teneur et de la granulométrie des écorces.

- 4- Le comportement hygroscopique des composites à base d'écorces polymères suit le modèle de la loi de Fick.

#### 2.1.4 L'originalité

Jusqu'à présent, les résidus d'écorces de bois ne sont pas très valorisés et peu de travaux ont caractérisé le comportement hygromécanique des biocomposites. Des études sur la modélisation hygroscopique des biocomposites écorces et polyéthylène haute densité ne semble pas exister, une comparaison entre les valeurs expérimentales et les valeurs numériques non plus.

Pour cette étude, une application à développer sera considérée : produire des mélanges d'écorces dans un polymère thermoplastique. La production de biocomposites à haute teneur en fibres avec l'extrudeuse est visée afin de construire de nouveaux matériaux de revêtement extérieur. La durabilité des biocomposites sera étudiée et leur comportement hygroscopique sera modélisé.

L'originalité de ce projet provient de l'évaluation du comportement hygromécanique de biocomposite à base d'écorce de peuplier faux-tremble à différents pourcentages en fibres, ainsi que de la modélisation numérique du comportement hygroscopique des composites à base d'écorces.

## 2.2 Matériel

La matière première utilisée dans cette étude a abouti à des composites qui ont été fabriqués dans le cadre des travaux de Yemele et al. (2010). La matière première a été recueillie directement après l'écorçage des billes de bois. Deux types de résidus ont été utilisés :

- Écorce d'épinette noire fournie par la scierie Arbec à L'Ascension, Québec, Canada,
- Écorce de peuplier faux-tremble fournie par une usine de panneaux à lamelles orientées (Louisiane Pacific Canada, division Québec, Chambord).

Le choix des essences repose principalement sur des hypothèses déjà évoquées : la différence entre les structures résineuses et feuillues. La raison derrière le choix de ces deux essences en particulier, n'est autre qu'une raison financière, dont la disponibilité de ces deux espèces dans le laboratoire (Yemele et al., 2010).

La densité anhydre de l'écorce d'épinette noire est de l'ordre de  $639 \text{ kg/m}^3$ , en revanche celle du peuplier faux-tremble est de l'ordre de  $707 \text{ kg/m}^3$  (Yemele et al., 2010).

Les écorces ont passé au déchiquetage pour les réduire en copeaux. Par la suite, ils ont été lavés afin de se débarrasser des impuretés minérales ou métalliques. Finalement, les résidus ont été stockés dans une chambre froide avant défibrage.

Le polyéthylène haute densité (PEHD) utilisé a été fourni par Equistar Chemical Company (Houston, TX, États-Unis). Le PEHD était la matrice dans les formulations des composites. Ce polymère se caractérise par une densité d'environ  $950 \text{ kg/m}^3$  et son indice de fluidité à chaud est de l'ordre de  $0,40 \text{ g/10 min}$  selon la norme ASTM D 1238. Le polyéthylène greffé à l'anhydride maléique (MAPE) est l'agent de couplage qui a été fourni par Honeywell (Morristown, New Jersey, États-Unis) (Yemele et al., 2010). L'addition du copolymère avait pour objectif l'amélioration de l'adhésion entre la fibre et la matrice. Les lubrifiants utilisés étaient :

- Le stéarate d'ester (OP-100) fourni par Honeywell OptiPak,
- Le stéarate de zinc (Zn St) fourni par Chemical Distributors Inc,
- La cire d'éthylène bis-stéaramide (EBS) fourni par GE Specialty Chemicals.

### 2.3 Méthodes de préparation des matériaux

Cette section décrit la préparation des fibres et la mise en œuvre des composites. Ces composites ont été évalués thermiquement et mécaniquement par Yemele et al. (2010). Le comportement hygroscopique de ces composites a été étudié dans la présente étude (Yemele et al., 2010).



### 2.3.1 Traitement des fibres

Une partie des copeaux d'écorce a été extraite à l'eau chaude selon la procédure suivante : 150 litres d'eau contenant 6 kg d'écorce ont été bouillis pendant 5 heures. La matière ligneuse a ensuite été rincée à l'eau chaude, égouttée et séchée, premièrement à l'air et par la suite dans un four à une température de 60 °C jusqu'à l'obtention d'une teneur en humidité de 5%. Une chambre de conditionnement a été utilisée pour l'entreposage (Yemele et al., 2013).

### 2.3.2 Raffinage des fibres

La dernière étape de préparation des écorces est le raffinage. Le but du défibrage est de dissocier l'écorce en fibres élémentaires. En fait, la défibreuse broie le bois. Elle contient un disque fixe et un disque mobile pourvu de rainures radiales de plus en plus fines et serrées vers la périphérie qui tournent à très grande vitesse. Les copeaux sont réduits en particules par la force centrifuge des rainures. Les particules sont ensuite transformées en fibres à l'aide d'un raffineur de type Pallmann (Yemele et al., 2010).

Les écorces extraites et non extraites ont été tamisées afin d'analyser leur granulométrie. Le principe est basé sur le passage de la matière à travers plusieurs tamis dont les caractéristiques sont connues. On commence par une quantité aléatoire de fibre d'écorce et on la dépose au sommet d'un empilement de tamis de maille décroissante. Puis, on applique un mouvement vibratoire manuel ou mécanique durant 5 à 30 minutes. Lorsque le tamis vibre, les particules plus petites que la taille de l'ouverture traversent le tamis, tandis que les particules plus grosses sont retenues. Les particules se répartissent de manière inégale sur chacun des tamis. La portion restante sur chaque tamis est ensuite pesée pour déterminer la distribution granulométrique (Yemele et al., 2010).

Le Tableau 2.1 indique que la technique de raffinage adopté a produit majoritairement des fibres comprises entre 60 et 32 mesh (250µm et 545µm). Les facteurs susceptibles

d'influencer les résultats du tamisage sont, entre autres, les variations hygrométriques ou la charge électrostatique de l'air ambiant (Yemele et al., 2010).

**Tableau 2.1.** Distribution granulométrique des fibres

Taille des fibres d'écorce (mesh)	Épinette noire (%)		Peuplier faux-tremble (%)	
	Non extraites	Extraites	Non extraites	Extraites
80-60 (177-250 $\mu\text{m}$ )	18	16	8	13
60-32 (250-545 $\mu\text{m}$ )	61	54	73	51
32-16 (545-1190 $\mu\text{m}$ )	20	30	19	36

### 2.3.3 Caractérisation morphologique

Dans le but de connaître la distribution de la taille des écorces, on a eu recours à l'analyseur de la qualité de la fibre (FQA). Il a été utilisé pour évaluer la distribution des fibres et d'extraire leurs rapports de forme, longueur et diamètre. Le FQA suit la norme TAPPI 271 qui se base sur la prise des images lors de la dilution des fibres dans de l'eau distillée.

### 2.3.4 L'élaboration du composite

Les composites ont été élaborés à l'Université Washington State. Le premier passage du mélange était à travers un mélangeur à tambour pendant 10 minutes. Ensuite, le mélange a été transporté vers une trémie d'alimentation d'une extrudeuse à double vis conique contrarotative de 35 mm (Cincinnati, Milacron, Batavia, OH, États-Unis) (Figure 2.3). L'extrudeuse se divise en trois zones, soit la zone d'alimentation, la zone de compression par la suite et finalement la zone de pompage. La forme conique de la vis dégage un plus grand espace dans la zone d'alimentation. Elle permet également à la pression de monter progressivement. L'avantage principal d'une forme conique est le fait qu'elle permet un court temps de séjour dans la dernière zone de la vis, ce qui réduit le temps de décomposition ou dégradation des fibres d'écorce. Les paramètres

utilisés pendant tout le processus d'extrusion étaient une température de 171°C et une pression de 0,9 bar.

L'extrusion a été réalisée avec une vitesse de rotation de l'ordre de 6 à 7 tr/min pour le composite à base d'écorce d'épinette noire/polymère et de 10 à 12 tr/min pour celui à base de peuplier faux-tremble. L'optimisation de la température et la vitesse de rotation étaient basées sur la forme de la filière et les caractéristiques du profilé recherché. Au bout de la filière, la matière sort d'une fente mesurant 15,25 cm × 1,25 cm. Finalement, l'extrudât dimensionner (38,1 mm × 9,5 mm) a été refroidi par pulvérisation à eau et air à une température de 20 °C.



**Figure 2.2.** Extrudeuse double-vis utilisée au laboratoire de l'Université Washington State

Le plan de l'expérience comportait plusieurs facteurs :

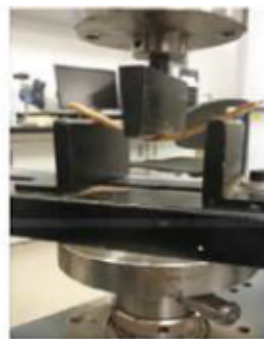
- Le type de fibres : écorce d'épinette noire (EN) et écorce de peuplier faux-tremble (PFT);
- La qualité du renfort : extrait et non extrait;
- La quantité du renfort : 50 %, 60 % et 70 % ;
- Ajout ou non d'un agent de couplage (MAPE) (2 %);
- La quantité de lubrifiant : 1 %, 2 %, 2,4 % et 7 %;
- L'influence de la charge : avec (7 %) et sans talc.

## 2.4 Méthodes et techniques de caractérisation des composites

Cette section adresse les méthodes et les techniques de caractérisation des deux types de fibres. Les analyses effectuées avaient comme objectif l'évaluation de l'influence de la charge et de l'agent de lubrification, ainsi que l'effet de l'ajout d'un agent de couplage sur les propriétés d'absorption et la durabilité des composites.

### 2.4.1 Caractérisation hygromécanique

Cette caractérisation a été réalisée après l'obtention des éprouvettes de flexions élaborer à l'Université Washington State. Les propriétés physique-mécaniques des composites à base d'écorce de peuplier faux-tremble extraite à 60% de teneur et à granulométrie moyenne ont été mesurées avec l'essai de flexion accompagné par immersion dans l'eau. Cinq essais ont été réalisés pour chaque composite. L'essai de flexion permet de déterminer le module d'élasticité ( $E_f$ ), la résistance à la flexion ( $R_{mf}$ ) et la contrainte de flexion maximale. Le test de flexion a été réalisé conformément à la norme ASTM D790. Les échantillons ont été testés en utilisant une machine d'essai universelle Zwick/Roell Z020 (Allemagne) d'une capacité de 20 kN (Figure 2.3). Compte tenu de l'isotropie de la planche, au moins cinq échantillons dans une direction donnée étaient jugés suffisants pour faire la moyenne et obtenir l'écart type.



**Figure 2.3.** Machine d'essai universelle Zwick / Roell Z020 d'une capacité de 20 kN avec un dispositif d'essai de flexion

Cet essai a été réalisé afin d'évaluer l'influence hygroscopique sur les propriétés mécaniques en fonction du temps. Ceci engendre une étude de la stabilité des composites en variant le pourcentage des fibres dans chaque formulation.

#### 2.4.2 Caractérisation physique

La diffusion de l'eau dans les composites à fibres naturelles est un phénomène largement répandu. L'essai de sorption a été réalisé afin de mesurer la reprise d'eau dans nos matériaux. Cette technique a pour but de mesurer la quantité d'eau absorbée par l'échantillon au cours du temps jusqu'à l'obtention d'un niveau de saturation. On peut déduire les paramètres de cette reprise d'eau tels que le coefficient de diffusion, la vitesse de pénétration d'eau et la teneur en eau à la saturation. Le test d'immersion dans l'eau a été effectué afin d'étudier la stabilité dimensionnelle et l'hygroscopicité des différents mélanges. Trois éprouvettes de chaque formulation ont été immergées dans de l'eau déminéralisée jusqu'à l'obtention d'une masse et d'un volume stables conformément à la norme ASTM D 570. Une balance analytique de marque Mettler Toledo (à  $\pm 0,001$  g) a été utilisée pour obtenir la masse. Une mesure de la dimension (longueur, épaisseur et largeur) de l'éprouvette à l'aide d'un micromètre digital avec afficheur LCD (à  $\pm 0,001$  mm) a été effectuée à 4h, 24h, 168h, 336h, 720h, 1440h et 2160h, permettant ainsi le suivi de l'évolution du gonflement en volume de l'échantillon ainsi que l'évolution du gain de poids en fonction du temps. Les courbes expérimentales des gains massiques et volumiques en épaisseur en fonction du temps ont été employées dans la modélisation du comportement de sorption. Le taux d'absorption d'eau a été calculé selon la formule (2.1) :

$$A\% = \frac{M_{H_2O}}{M_0} \times 100 = \frac{M_h - M_0}{M_0} \times 100 \quad (2.1)$$

Avec :

$A\%$  : Taux d'absorption;

$M_{H_2O}$  : Masse de l'eau;

$M_0$  : Masse initiale de l'échantillon;

$M_h$  : Masse de l'échantillon humide.

La masse de l'échantillon à l'état humide a été calculée selon la formule (2.2) :

$$M_h = \frac{m_t - m_0}{m_0} \times 100 \quad (2.2)$$

Avec :

$m_t$  : masse à l'instant t;

$m_0$  : masse à l'instant zéro.

## 2.5 L'approche statistique

L'analyse choisie est l'analyse de variance (ANOVA) faite à l'aide du logiciel SPSS.

En effet, la compilation des données a permis l'analyse en termes de :

- Significativité du modèle mathématique;
- Significativité des facteurs étudiés qui a été fixé à un niveau  $\alpha=0,05$ ;
- L'interaction entre les facteurs et leurs influences sur la réponse;

L'analyse de variance (ANOVA) évalue l'existence des corrélations significatives entre les différents paramètres étudiés et la réponse. Les tests de Fisher (F) de l'ANOVA sont des outils statistiques qui permettent de vérifier le niveau significatif du modèle mathématique choisi. Les résultats sont significatifs quand le niveau de probabilité  $\alpha$  des valeurs du test F qui est inférieurs à 0,05. Mis à part le niveau significatif du modèle, celui de chacun des facteurs (F, E, P, G, T) et leurs interactions ont aussi été étudiés.

Dans cette partie, on s'intéresse à décrire les relations qui existent entre les résultats des propriétés physiques et mécaniques en fonction des paramètres tels que la teneur et le type de fibre. Le dispositif est composé de variables indépendantes et de variables dépendantes. Un dispositif factoriel complet, dont les variables dépendantes sont

l'absorption et le gonflement, a été utilisé pour les propriétés physiques. Les variables indépendantes sont :

- Type de fibre (F) : écorce de peuplier faux-tremble, écorce d'épinette noire;
- Le traitement d'extraction (T) : extraite, non extraite;
- La granulométrie (G) : fine (177-250  $\mu\text{m}$ ), moyenne (250-545  $\mu\text{m}$ ), grosse (545-1190  $\mu\text{m}$ );
- La proportion de fibres (P) : 50 % et 60 %;
- Temps d'immersion (T) : 4h, 168h, 720h, 1440h, 2160h (l'immersion dans l'eau a été à court terme, car la stabilité fut atteinte après 3 mois).

Un dispositif factoriel complet, dont les variables dépendantes sont le module d'élasticité (MOE) et le module de rupture (MOR,) a été utilisé pour les propriétés hygromécaniques. Les variables indépendantes sont:

- La proportion de fibres (P) : 50 %, 60 %, 70%;
- Temps d'immersion (T) : 4h, 168h, 720h, 1440h, 2160h (l'immersion dans l'eau a été à court terme, car la stabilité fut atteinte après 3 mois).

L'équation du modèle est :

$$Y = \mu + F + P + E + T + F \times P + F \times E + F \times T + P \times E + P \times T + E \times T + \varepsilon \quad (2.3)$$

Avec :

$Y$  : la réponse

$\mu$  : l'intercepte

$F$  : type de fibres

$P$  : teneur en fibres

$E$  : extraction

$T$  : temps d'immersion

$\varepsilon$  : erreur résiduelle

$F \times P, F \times E, F \times T, P \times E, P \times T, E \times T$  : les interactions entre les différents facteurs.

## 2.6 Approche de la modélisation numérique hygroscopique

Cette partie de la modélisation et la simulation ont été réalisées à la suite du test d'immersion dans l'eau des composites. Les résultats expérimentaux ont été transcrits dans des fichiers Excel. Puis, le modèle de Fick a été programmé avec le logiciel MATLAB afin d'obtenir des figures et de voir la corrélation entre les résultats numériques et les résultats expérimentaux. Les figures définissent la cinétique d'absorption d'eau des composites et l'effet de la nature et la teneur en écorces sur les paramètres de diffusion.

Afin d'étudier le type de mécanisme de sorption d'eau par les composites, les données expérimentales ont été ajustées avec l'équation (2.4) (Adhikary et al., 2008):

$$\frac{M_t}{M_\infty} = k \times t^n \quad (2.4)$$

Où

$M_t$  : Masse d'eau absorbée à l'instant  $t$ ;

$M_\infty$  : Masse d'eau à l'équilibre (saturation);

$k$  et  $n$  : Paramètres contrôlant la cinétique de diffusion.

$k$  est une constante qui représente l'interaction entre le matériau et l'espèce diffusante. Le coefficient  $n$  est un exposant qui permet d'identifier le comportement de diffusion. Cette équation permet de distinguer le comportement de diffusion qui est classé selon les catégories suivantes (Espert et al., 2004; Wang et al., 2006) :

- 1) Diffusion Fickienne :  $n = 0,5$ .
- 2) Diffusion de relaxation :  $n \geq 1$ .
- 3) Diffusion anormale :  $0,5 < n < 1$ .
- 4) Diffusion pseudo-fickienne :  $n < 0,5$

Cette équation a été exprimée comme suit :

$$\log \frac{M_t}{M_\infty} = \log k + n \times \log t \quad (2.5)$$



Les polymères suivent généralement la loi de Fick. Tandis que, les autres matériaux peuvent suivre plusieurs types de diffusion non Fickienne ou anormale (Slama, 2008). La loi de Fick a été établie en 1855. Elle décrit un modèle de diffusion d'un solvant dans un matériau solide. La première loi de Fick est le modèle le plus simple. Il repose sur l'hypothèse que le flux de macromolécules  $\vec{\phi}$  suit un gradient de la concentration  $C$ , tel que montre l'équation (2.6) :

$$\vec{\phi} = -D \times \frac{\partial C}{\partial X} \quad (2.6)$$

Où

$\vec{\phi}$  : Flux de particules;

$D$  : Coefficient de diffusion ( $mm^2/s$ );

$C$  : Concentration massique de l'eau;

$X$  : Direction de diffusion selon l'épaisseur.

Le signe négatif indique que le flux passe des zones de concentration élevée vers des zones à concentration faible.

La deuxième loi de Fick est un modèle qui décrit une diffusion unidirectionnelle pour des solides à faible épaisseur devant les deux autres dimensions (longueur et largeur) afin d'éliminer l'effet de bord. Ainsi, il faut admettre l'hypothèse de l'isotropie du matériau afin de considérer la diffusivité indépendante de la direction de diffusion. Aussi, le coefficient de diffusion est indépendant du temps, de la concentration et est homogène dans le matériau (Wang et al., 2006). Cette loi est obtenue par la combinaison de l'équation précédente avec la loi de conservation de la masse, et donne l'équation (2.7) :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = -\frac{\partial}{\partial X} \left( D \times \frac{\partial C}{\partial X} \right) \quad (2.7)$$

D'après des travaux antérieurs, les hypothèses décrit précédemment sont admises de même pour les composites à fibres longues (Fehri et al., 2017).

La solution de cette équation donne la masse de l'espèce diffusante (2.8):

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \left[ \frac{1}{(2n+1)^2} \times e^{\left( \frac{-(2n+1)^2 \times \pi^2 \times D \times t}{h^2} \right)} \right] \quad (2.8)$$

Où

$M_t$  : Masse d'eau absorbée à l'instant  $t$ ;

$M_\infty$  : Masse d'eau à l'équilibre (saturation);

$h$  : Épaisseur de diffusion;

$D$  : Coefficient de diffusion;

$t$  : Temps de diffusion.

En se basant sur l'équation précédente, on a tracé une courbe qui présente le pourcentage d'eau prise en fonction de la racine carrée du temps. La Figure 2.4 montre que le modèle se caractérise par deux zones : une zone linéaire au début suivie d'une zone concave à l'abscisse.

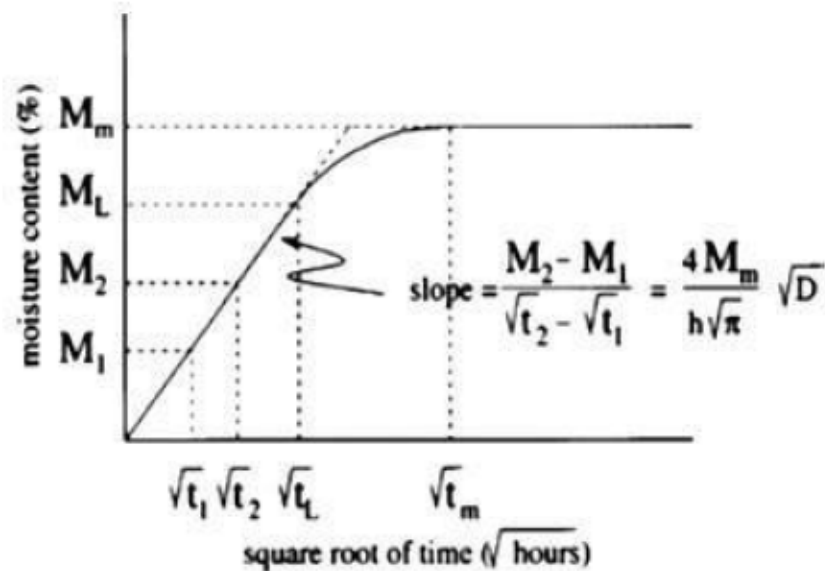


Figure 2.4. Courbe de diffusion Fickienne décrivant l'évolution de la teneur en eau en fonction du temps (Deng et al., 2010).

Le coefficient de diffusion  $D$  a été déduit de la mesure expérimentale de  $M_t$  et la teneur en eau à saturation  $M_\infty$  en fonction du temps.

Shen et Springer (1976) ont modélisé la partie linéaire de la courbe  $M_t = f\left(\frac{\sqrt{t}}{h}\right)$  et déduis la diffusivité  $D$  à partir de la pente de la courbe. Donc, la relation précédente a été simplifiée pour les courtes périodes, ie.  $\frac{M_t}{M_\infty} < 60\%$ , par l'équation (2.9) :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = \frac{4}{h} \times \sqrt{\frac{D \times t}{\pi}} \quad (2.9)$$

D'où, le coefficient de diffusion est calculé comme suit :

$$D = \frac{\pi \times a^2 \times h^2}{16} \quad (2.10)$$

Pour les longues périodes, ie.  $\frac{M_t}{M_\infty} > 60\%$ , l'équation devient :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \frac{8}{\pi^2} e^{\left(\frac{-D \times \pi^2 \times t}{h^2}\right)} \quad (2.11)$$

La méthode d'analyse numérique permet une prédiction du comportement de sorption d'eau à travers la modélisation de la loi de Fick. Les processus de diffusion ont été simulés à l'aide du modèle de Fick fondé sur des connaissances expérimentales des phénomènes d'absorption d'eau. Pour permettre la modélisation, il faut connaître les paramètres de diffusion, tels que les dimensions de l'échantillon (épaisseur, longueur, largeur, volume).

On a utilisé le modèle optimisé de la loi Fick pour une plaque fine représentée par l'équation (2.8). À partir des formules analytiques du modèle de Fick et des valeurs expérimentales de l'absorption d'eau dans le temps, il a été possible de déterminer les coefficients de diffusion. Nous avons ensuite comparé les valeurs expérimentales et théoriques des composites. Les paramètres de diffusion  $n$ ,  $k$  et  $D$  ont été identifiés par

la méthode des moindres carrés non linéaire à l'aide du logiciel MATLAB. Les calculs analytiques ainsi que le programme Matlab des modèles figurent à l'annexe.

## 2.7 Conclusion

En résumé, les objectifs et les hypothèses sont présentés en fonction des intérêts généraux du projet. De plus, ce chapitre détaille le protocole expérimental utilisé et les différentes techniques de caractérisation pour le nouveau composite. Le test morphologique a été utilisé pour corréler les propriétés physiques et hygromécaniques des composites avec les mécanismes d'interaction entre les fibres et la matrice. Les méthodes analytiques et les concepts théoriques pour la modélisation numérique du comportement d'absorption d'eau du composite via la loi de Fick sont mis en évidence.

## CHAPITRE III : RÉSULTATS ET DISCUSSION

L'objectif de cette étude était de comparer le comportement des composites à base d'écorces et à matrice polymérique hygroscopique expérimentalement et de le valider avec un modèle numérique dont les propriétés physiques respectent les exigences des normes en vigueur. Enfin, une modélisation du comportement de sorption des composites par la loi de Fick est réalisée après les tests d'immersion dans l'eau.

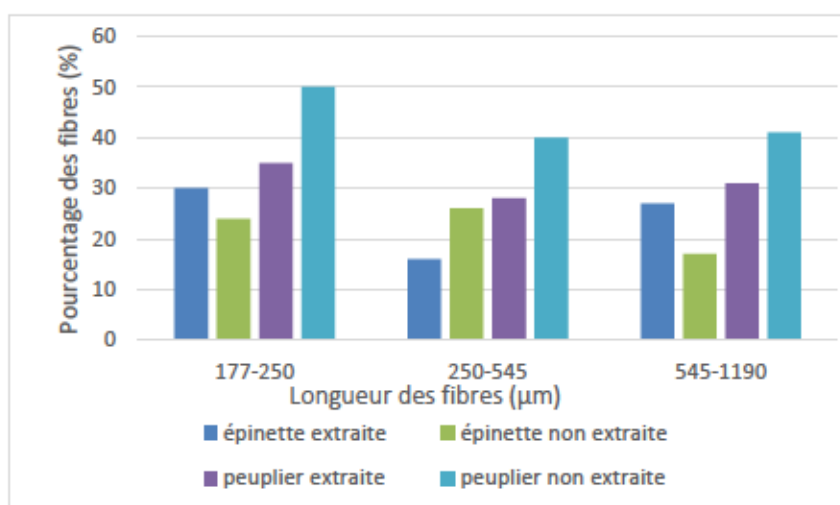
### 3.1 Propriétés des fibres

#### 3.1.1 Étude morphologique des fibres

Les résultats sont résumés dans la Figure 3.1 et le Tableau 3.1. En se référant à la Figure 3.1, il est clair que la distribution des longueurs des différentes fibres est uniforme avec une variation des proportions. On constate aussi que la proportion de fibres de peuplier non extraites est plus élevée par rapport aux autres fibres dans la classe de longueur entre 177 et 250  $\mu\text{m}$ , ayant un pourcentage de l'ordre de 50%. Tandis que les fibres d'épinette noire extraites et non extraites sont distribuées moyennement entre 20% et 35% en fonction des classes de longueur.

En ce qui concerne le facteur de forme :  $\frac{\text{Longueur moyenne}}{\text{Diamètre moyen}} = \frac{L_m}{D_m}$ , le Tableau 3.1 montre que les fibres de peuplier ont le rapport de qualité le plus faible. Ce Tableau 3.1 montre aussi que les écorces extraites d'épinette noire et de peuplier faux-tremble présentent des valeurs de  $\frac{L_m}{D_m}$  plus élevées que les écorces non extraites des mêmes espèces. Les écorces extraites présentent des longueurs moyennes plus grandes que les écorces non extraites. De plus, si on regarde la taille des écorces, on remarque que le facteur de forme le plus grand correspond aux écorces de grande taille (545  $\mu\text{m}$  -1190  $\mu\text{m}$ ). Les

écorces étudiées ont le même diamètre. Alors, cela est proportionnel, plus la longueur de l'écorce augmente plus le rapport de qualité augmente. On peut conclure que le facteur de forme varie selon la nature et la taille des écores.



**Figure 3.1.** Distribution des fibres utilisées

**Tableau 3.1.** Facteurs de forme des différentes fibres étudiées

	Tamis (μm)	$L_m$ (μm)	$D_m$ (μm)	$L_m / D_m$
Épinette noire non extraite (EN-NE)	545-1190	560	40,5	13,82
	250-545	360	38,1	9,44
	177-250	340	38,4	8,85
Épinette noire extraite (EN-E)	545-1190	540	35,9	15,04
	250-545	500	37	13,51
	177-250	250	36	6,94
Peuplier faux-tremble non extraite (PFT-NE)	545-1190	410	38,4	10,67
	250-545	240	42,8	5,6
	177-250	180	47	3,82
Peuplier faux-tremble extraite (PFT-E)	545-1190	540	33,8	15,97
	250-545	350	40,8	8,57
	177-250	210	42,6	4,92

### 3.1.2 Masse volumique des fibres

La Figure 3.2 illustre la densité en fonction de la taille des fibres. Les résultats montrent que les densités les plus élevées correspondent aux plus petites fibres. Donc, les fibres de grande taille sont les fibres qui ont la plus faible densité. La densité est liée à la rigidité des fibres, plus les fibres ont une faible densité, plus qu'ils sont légers et plus leur rigidité et leur dureté sont supérieures. Ceci les permet de conserver leurs caractéristiques au-delà de 100 °C.

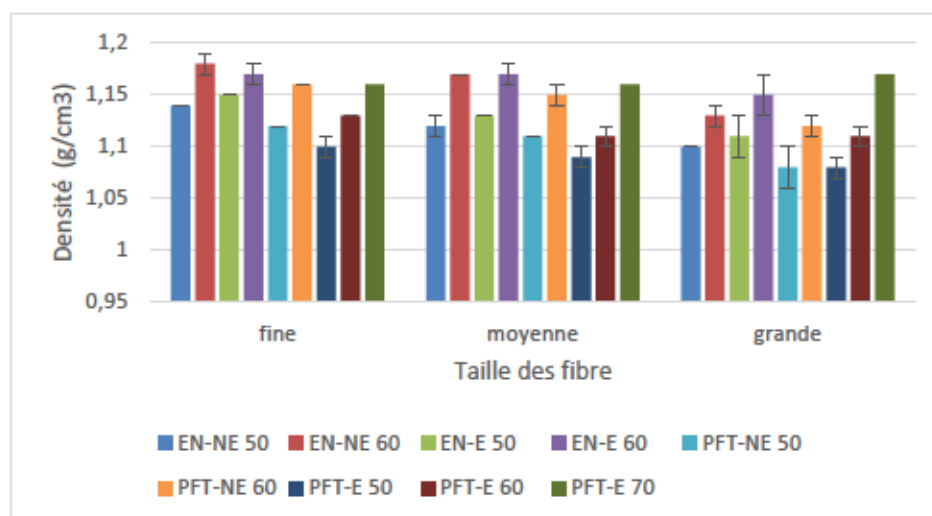


Figure 3.2. Densité des fibres en fonction de la granulométrie

On remarque que les composites d'épinette noire ont une densité plus élevée que ceux de peuplier faux-tremble dans cette étude. Des études antérieures ont rapporté que les composites d'écorces polymères ont une densité plus faible que les composites bois polymères. Cela s'explique par le fait que la fibre d'écorce possède une densité plus faible que celle du bois (Vaucher, 1993).

### 3.2 Résultats de l'analyse de variance

L'analyse des facteurs influençant la réponse physique a été effectuée en utilisant un modèle factoriel complet. Cette méthodologie a permis, d'une part, l'analyse des

interactions entre chaque facteur sur la réponse et, d'autre part, l'effet des différents facteurs. La compilation des données a permis l'analyse des résultats obtenus en termes des niveaux significatifs du modèle mathématique, des facteurs étudiés et de l'interaction des facteurs. Les tests de Fisher (F) de l'ANOVA sont des outils statistiques qui permettent de vérifier le niveau significatif du modèle mathématique choisi. Pour les valeurs des coefficients de régression ( $R^2$ ) et ( $R_{Ajusté}^2$ ), plus qu'ils sont proches de 100%, plus l'adéquation entre les valeurs mesurées et proposées par le modèle est bonne.

Le Tableau 3.2 présente les résultats de l'analyse de variance (ANOVA) pour les propriétés physiques tels que l'absorption et le gonflement (en épaisseur, longueur, largeur et volume) avec les valeurs des interactions et leur niveau significatif pour chaque source de variation (type de fibre (F), extraction des fibres (E), teneur des fibres (P) et le temps d'immersion (T)).

Selon l'ANOVA, le modèle mathématique établi pour les paramètres physiques étudiés était significatif. En se fiant aux coefficients de régression  $R^2$  qui sont compris entre 91,6% et 98,5%. Le pourcentage de chance, que les valeurs expérimentales ne seraient pas explicables par le modèle, compris entre 1,5% et 8,6%.

De plus, selon le tableau 3.2, les valeurs  $prob > F$  pour P, T, P×T sont toutes inférieures à 0,0001 indiquant ainsi un effet hautement significatif sur toutes les propriétés physiques. À ceci s'ajoute, le facteur F et les interactions F×P, F×T et F×P×T indiquant un effet hautement significatif sur le gonflement en longueur et le gonflement en épaisseur. L'analyse montre que la teneur en fibres (P) et le type de fibre (F) influencent d'une manière significative les propriétés physiques. Finalement, les résultats indiquent que les différents facteurs et leurs interactions sont très significatifs surtout en ce qui concerne leurs effets sur les propriétés physiques.



**Tableau 3.2.** Résultats des analyses de variance (ANOVA) avec les valeurs des interactions et leurs niveaux significatifs pour chaque source de variation des propriétés physiques

Source de variation	Propriétés physiques				
	Absorption	Gonflement en			
		Longueur	Largeur	Épaisseur	Volume
Modèle corrigé	136,7***	63,4***	32,5***	22,3***	44,2***
Constante	7381,6***	1392,7***	1806,1***	1689,2***	3267,7***
Type de fibre (F)	2,4 n.s	142,8***	1,6 n.s	43,2***	1,8 n.s
Extraction (E)	5,4*	1,2 n.s	6,5*	1,1 n.s	4,9*
Proportion (P)	276,2***	350,3***	39,3***	57,2***	122,2***
Temps (T)	1131,8***	298,7***	232,6***	155,1***	330,8***
F×E	7,7**	1,1 n.s	0,1 n.s	0,9 n.s	9,5**
F×P	5,1*	64,1***	19,2***	12,7***	0,2 n.s
F×T	18,1***	43,1***	2,3 n.s	6,8***	0,4 n.s
E×P	6,7*	0,6 n.s	17,4***	4,4*	31,5***
E×T	5,5***	0,2 n.s	2,8 *	1,6 n.s	1,1 n.s
P×T	58,2***	89,6***	30,7***	8,7 ***	32,9***
F×P×E	13,7***	10,9***	0,9 n.s	19,9***	2,2 n.s
F×E×T	9,5***	2,1 n.s	4,5**	1,4 n.s	3,2*
F×P×T	7,5***	37,88***	10,7***	1,4 n.s	9,7***
E×P×T	19,1***	0,8 n.s	8,6***	4,1**	7,9***
R <sup>2</sup> (%)	98,5	96,9	94,1	91,6	95,1
R <sup>2</sup> <sub>Ajusté</sub> (%)	97,8	95,3	91,2	87,5	93,4

Niveaux significatifs : \*  $0,05 \geq F > 0,01$  ; \*\*  $0,01 \geq F > 0,001$  ; \*\*\*  $0,001 \geq F$  : \*\*\*

Le Tableau 3.3 présente les résultats de l'ANOVA pour les propriétés hygromécaniques du peuplier faux-tremble. Les valeurs de F hautement significatifs pour P, T, P×T indiquent un effet hautement significatif de ces facteurs sur toutes les

propriétés hygromécaniques (Tableau 3.3). Les coefficients de détermination ( $R^2$ ) élevés obtenus indiquent que les modèles de régression obtenus expliquent entre, 89,8% et 98,8% de la variation des propriétés hygroscopiques.

**Tableau 3.3.** Résultats des analyses de variance (ANOVA) sur les effets de la proportion de la fibre du peuplier faux-tremble, du temps d'immersion et de leurs interactions sur les propriétés hygromécaniques.

Source de variation	Flexion		
	MOE	MOR	Énergie rupture
Modèle corrigé	38,5***	62,1***	358,3***
Constante	11156,9***	12704,6***	10684,9***
Proportion (P)	77,1***	240,5***	1475,9***
Temps d'immersion (T)	58,9***	12,9***	53,1***
P×T	15,4***	27,2***	138,5***
$R^2$ (%)	89,8	93,4	98,8
$R^2$ ajusté (%)	87,5	91,9	98,5

Niveaux significatifs : \*  $0,05 \geq F > 0,01$  ; \*\*  $0,01 \geq F > 0,001$  : \*\*\*  $0,001 \geq F$  : \*\*\*

### 3.3 Caractérisation des propriétés des composites

#### 3.3.1 Propriétés physiques

- Influence de la morphologie de la fibre

Selon la Figure 3.3, on voit que les gains massiques sont en évolution croissante lorsque la taille de la granulométrie des fibres augmente pour les différents types de fibre à 50% de teneurs. On remarque une augmentation du gain massique pour les grandes fibres. En fait, la capacité d'absorption d'eau est plus grande pour les fibres de grandes tailles que pour les fibres de petites tailles. En premier lieu, cela est dû à la nature de

l'écorce. En deuxième lieu, les grandes fibres vont créer des vides entre eux et des espaces malgré la présence de l'agent de couplage dans les composites.

En effet, le polyéthylène modifié à l'anhydride maléique (MAPE) améliore l'adhésion entre fibre et matrice. La réaction chimique entre les groupements hydroxyles des fibres et les groupements anhydride des réactifs réduit la quantité de groupement OH libre, réduisant ainsi la diffusion des molécules d'eau dans le composite (Prasad et al., 2016). Ceci améliore l'adhérence entre les deux phases du composite en réduisant les défauts de forme de notamment les fibres de petite taille. Cela garantit que les fibres sont recouvertes par la matrice et forment une interface solide entre elles. Cette compatibilité peut confiner les vides et les microcavités où l'eau peut se loger. On constate que l'agent de couplage joue un rôle majeur dans l'amélioration de la résistance à l'absorption d'eau du matériau composite (Tufan et al., 2016).

- Influence du type et de la teneur de la fibre.

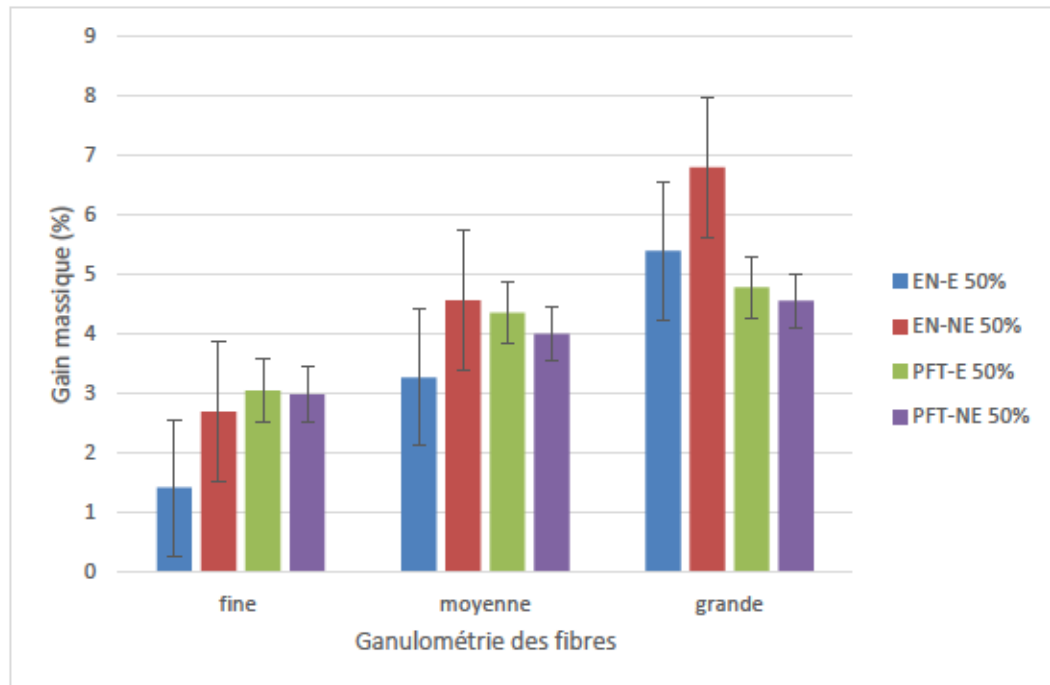
Le type d'écorce et l'extraction jouent un rôle dans le gain massique. On remarque que les fibres non extraites sont capables d'accueillir une plus grande quantité d'eau que les écorces extraites. Cela peut être dû à la porosité qui a été créée dans les biocomposites à base d'écorce non extraite, ainsi qu'à la mauvaise adhésion entre les écorces non extraites et la matrice. En fait, après l'extraction à l'eau chaude, il n'aura plus de lignine, d'extractible ou de poussière, donc, la surface des fibres d'écorces sera hydrophile. En revanche, les écorces non extraites vont garder une surface hydrophobe vue la présence de l'extractible et de la poussière, ce qui va créer un espace dans l'interface fibre/matrice et une porosité au sein du biocomposite.

Dans l'étude de Yemele (2008), les mêmes types d'écorces ont été comparés dans des panneaux. Cette comparaison a montré que le traitement à l'eau chaude a augmenté leur hydrophobie. L'étude a ainsi confirmé que le traitement à l'eau chaude enlève les composés des groupes -OH tels que les polyphénols et les glucides libres. Ces groupes -OH contribuent à une meilleure absorption. Des groupes -OH plus nombreux de disponibles signifient une plus grande probabilité d'interaction entre la matière et l'eau.

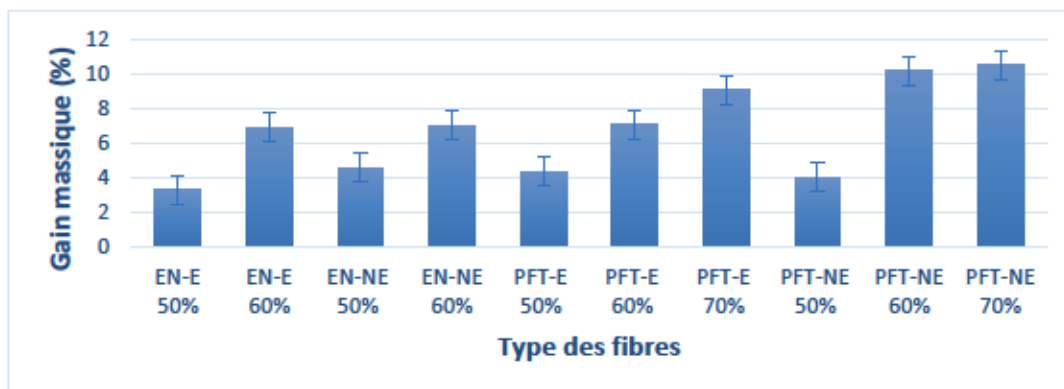
En revanche, le traitement avec de l'eau chaude diminue la capacité d'absorption de l'écorce. Yemele (2008) a confirmé que l'écorce non soustraite absorbe la majeure partie de l'eau. En conséquence, son poids augmente plus que l'écorce extraite après absorption et ces différences s'expliquent par les caractéristiques structurales et morphologiques des particules de l'écorce (Yemele, 2008).

L'épinette noire extraite (EN-E) a une faible capacité de gain massique par rapport au peuplier faux-tremble extraite (PFT-E) pour les fines et moyennes tailles de fibres. Alors que pour les grandes tailles de fibres, l'épinette noire extraite (EN-E) a une plus grande capacité de gain massique par rapport au peuplier faux-tremble extraite (PFT-E). Cependant, les écorces non extraites ont un gain massique similaire pour les deux types d'écorces.

Dans la Figure 3.4, la morphologie des fibres est fixée sur une granulométrie moyenne et le type et la teneur des fibres varie. Lorsque la teneur des fibres augmente, on remarque une augmentation du gain massique. Ceci est dû au caractère hydrophobe des fibres qui permet d'accueillir plus d'eau dans les composites. Ces résultats concordent avec ceux de Mrad et al (2018). Mrad et al (2018) ont montré que l'absorption d'eau augmente proportionnellement avec l'augmentation des fibres pour les composites à 40% d'écorce d'épinette noire et à 40% d'écorce de peuplier faux-tremble (Mrad et al., 2018).



**Figure 3.3.** Analyse de l'influence de la granulométrie des fibres sur le gain massique des composites à 50 % d'écorces

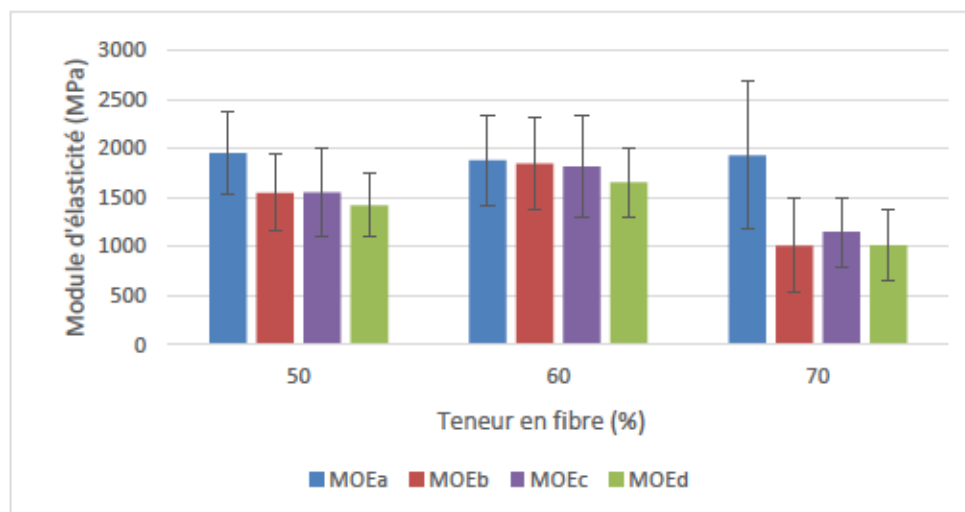


**Figure 3.4.** Analyse de l'influence du type et de la teneur des fibres sur le gain massique des composites.

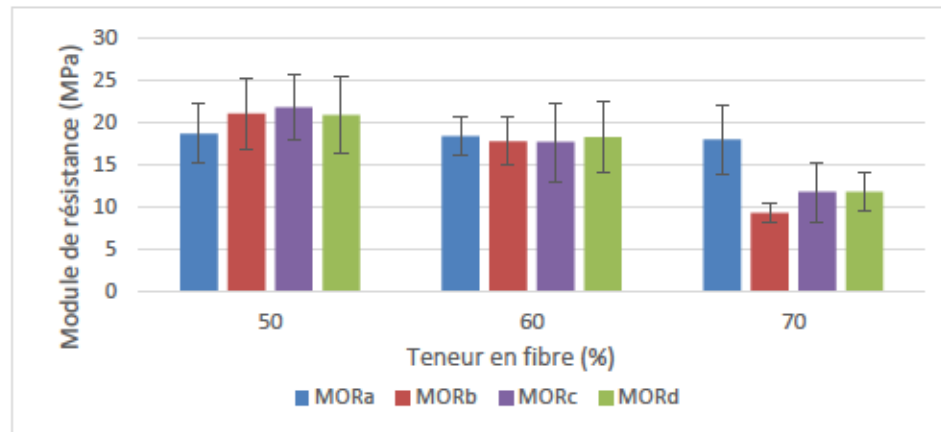
### 3.3.2 Propriétés hygromécaniques

Les Figures 3.5 et 3.6 illustrent l'effet de la teneur en fibres du peuplier faux-tremble sur les propriétés mécaniques lors d'une immersion progressive dans l'eau. L'écorce de peuplier faux-tremble a été choisie, car elle a donné un rapport de qualité (facteur de forme) plus faible, ayant une densité plus faible que l'épinette noire.

Donc, on a voulu voir l'effet du couplage mécanique et hygroscopique sur le composite à base de peuplier faux-tremble extraite à 60 % de teneur en fibres et à une granulométrie moyenne. Un essai de flexion a été fait sur des éprouvettes qui ont été immergées pendant 24h, 48h et 96h. Après les cycles d'immersion dans l'eau, on observe une diminution significative du module d'élasticité, de la résistance ultime et de la rigidité pour les biocomposites à 50 %, 60 % et 70% d'écorce de peuplier faux-tremble. Lors d'un essai de traction, Yemele et al. (2010) ont constaté qu'un composite à 60% d'écorce de peuplier faux-tremble présente une meilleure rigidité et une résistance plus faible qu'un composite à 50 % d'écorce.



**Figure 3.5.** Analyse de l'influence du temps d'immersion dans l'eau sur le module d'élasticité (MOE) des composites à fibre d'écorce de peuplier faux-tremble à différentes teneurs.



**Figure 3.6.** Analyse de l'influence du temps d'immersion dans l'eau sur le module de résistance (MOR) des composites à fibre d'écorce de peuplier faux-tremble à différents teneurs.

Les lettres en minuscules désignent le temps d'immersion : <sup>a</sup> : composites n'ayant pas été immergés dans l'eau; <sup>b</sup> : composites ayant été préalablement immergés pendant 24 H dans l'eau; <sup>c</sup> : composites ayant été préalablement immergés pendant 48 H dans l'eau; <sup>d</sup> : composites ayant été préalablement immergés pendant 96 H dans l'eau.

Presque tous les travaux publiés ont montré que l'absorption à court ou à long terme de grandes quantités d'eau peut avoir un impact négatif sur les fibres végétales ainsi que sur les performances des composites à faible teneur en fibres. En fait, une forte absorption d'eau réduit souvent les propriétés mécaniques, telles que la résistance à la traction et le module d'élasticité. Lorsque les molécules d'eau pénètrent dans les fibres, elles dégradent les fibrilles de cellulose et les chaînes polymères de la matrice (hémicellulose, lignine, pectine). Comme mentionné précédemment, les molécules d'eau affectent non seulement les fibres, mais également l'interface fibre/matrice (Stamboulis et al., 2000). Peu d'études ont étudié l'effet synergique des conditions environnementales (humidité, température) sur les propriétés mécaniques des fibres d'écorces et de leurs composites.

### 3.4 La modélisation du comportement de sorption

La modélisation a été faite après l'obtention des résultats d'immersion des composites dans l'eau. Le Tableau 3.4 présente la composition des composites. La teneur en écorces variait de 50% et 60% pour une matrice PEHD et pour deux types d'écorces (EN et PFT). L'extraction a été employée pour une partie des écorces et on a testé les deux types d'écorces non extraites.

Pour la modélisation du comportement de sorption, on a eu recours à deux modèles, le modèle général de la loi de Fick et le modèle simplifié de la deuxième loi de Fick. Les courbes expérimentales et théoriques sont présentées en fonction des différentes formulations.

**Tableau 3.4.** Composition des mélanges à base de PEHD

Formulations	PEHD (%)	EN	PFT
PFT-E 50	50	0	50
PFT-NE 50	50	0	50
EN-E 50	50	50	0
EN-NE 50	50	50	0
PFT-E 60	40	0	50
PFT-NE 60	40	0	50
EN-E 60	40	60	0
EN-NE 60	40	60	0

La modélisation a été effectuée selon l'équation optimisée de  $\frac{M_t}{M_\infty}$  décrite ci-dessous :

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \left[ \frac{1}{(2n+1)^2} \times e^{\left( \frac{-(2n+1)^2 \times \pi^2 \times D \times t}{h^2} \right)} \right] \quad (3.1)$$

Où

$M_t$  : Masse à l'instant t de l'échantillon;



$M_{\infty}$  : Masse d'eau à l'équilibre (saturation);

$h$  : Épaisseur de diffusion;

$D$  : Coefficient de diffusion;

$t$  : Temps de diffusion.

Donc, l'équation optimisée a été simplifiée pour les courtes périodes par l'équation (3.2) :

$$\frac{M_t}{M_{\infty}} = \frac{4}{h} \times \sqrt{\frac{D \times t}{\pi}} \quad (3.2)$$

Pour bien modéliser le comportement de sorption des différentes formulations et assurer la correspondance des courbes au modèle de Fick, on a calculé les coefficients de diffusion  $D$  utilisant la formule suivante :

$$D = \frac{\pi \times a^2 \times h^2}{16} \quad (3.3)$$

Le coefficient de diffusion  $D$  permet de définir et de contrôler le comportement de sorption tout au long du temps d'immersion étant donné que le coefficient de diffusion mesure le rapport entre le flux molaire provoqué par la diffusion moléculaire et le gradient de concentration de l'espèce chimique considérée.

Les constantes  $n$  et  $k$  permettent d'identifier le mécanisme d'absorption d'eau par le composite. La constante  $k$  caractérise l'interaction entre le matériau et l'eau. Tandis que la constante  $n$  permet d'identifier le mécanisme de sorption.

Les coefficients  $n$ ,  $k$  et  $D$  de toutes les formulations ont été calculés et sont présentés dans le Tableau 3.5. De plus, d'autres résultats correspondant à d'autres études sont présentés afin de comparer nos résultats avec la littérature.

Prenons le cas des composites à écorces de peuplier faux-tremble extraites (PFT-E) et non extraites (PFT-NE), on voit qu'ils présentent une valeur de  $n$  proche de la valeur théorique ( $n=0,5$ ). C'est aussi le cas des composites avec écorces d'épinette noire extraites (EN-E) et non extraites (EN-NE). Donc, on peut faire l'hypothèse que

l'absorption de l'eau par les composites se fait suivant le comportement Fickien. Plusieurs études antérieures ont porté sur la variation de l'absorption d'eau des composites bois-polymères. À cet égard, Mrad et al. (2018) a trouvé que le processus de diffusion suit le modèle théorique de la loi de Fick.

**Tableau 3.5.** Les coefficients n, k et D de toutes les formulations de cette étude et d'autres formulations présentées dans littérature

Formulations	Les coefficients de diffusion		
	n	K	D ( $m^2/s$ )
Résultats de cette étude			
PFT-E 50	0,42	0,02	$1,2(\times 10^{-9})$
PFT-NE 50	0,43	0,02	$2,8(\times 10^{-9})$
EN-E 50	0,34	0,03	$23,5(\times 10^{-9})$
EN-NE 50	0,49	0,01	$6,2(\times 10^{-9})$
PFT-E 60	0,57	0,01	$0,9(\times 10^{-9})$
PFT-NE 60	0,54	0,01	$2,9(\times 10^{-9})$
EN-E 60	0,65	0,01	$27,3(\times 10^{-9})$
EN-NE 60	0,55	0,01	$14,7(\times 10^{-9})$
Formulations	Les coefficients de diffusion		
	n	K	D ( $m^2/s$ )
Résultats de l'étude de Mrad et al. (2018)			
40% écorce d'épinette noire	0,4	0,08	$1,7(\times 10^{-10})$
40% écorce de peuplier faux-tremble	0,4	0,04	$5,9(\times 10^{-11})$
30% écorce d'épinette noire	/	/	$5,6(\times 10^{-10})$
30% écorce de peuplier faux-tremble	0,33	0,07	$1,1(\times 10^{-10})$
20% écorce d'épinette noire	/	/	$5,2(\times 10^{-11})$
20% écorce de peuplier faux-tremble	0,42	0,02	$5,4(\times 10^{-11})$
40% bois d'épinette noire	0,38	0,06	$2,7(\times 10^{-10})$
40% bois de peuplier faux-tremble	0,41	0,05	$1,4(\times 10^{-10})$
Formulations	Les coefficients de diffusion		
	n	K	D ( $m^2/s$ )
Résultats de l'étude de Adhikary et al. (2008) : (Adhikary et al., 2008)			
40% farine de bois	0,35	0,08	$3,95(\times 10^{-12})$
50% farine de bois (	0,38	0,08	$9,45(\times 10^{-12})$

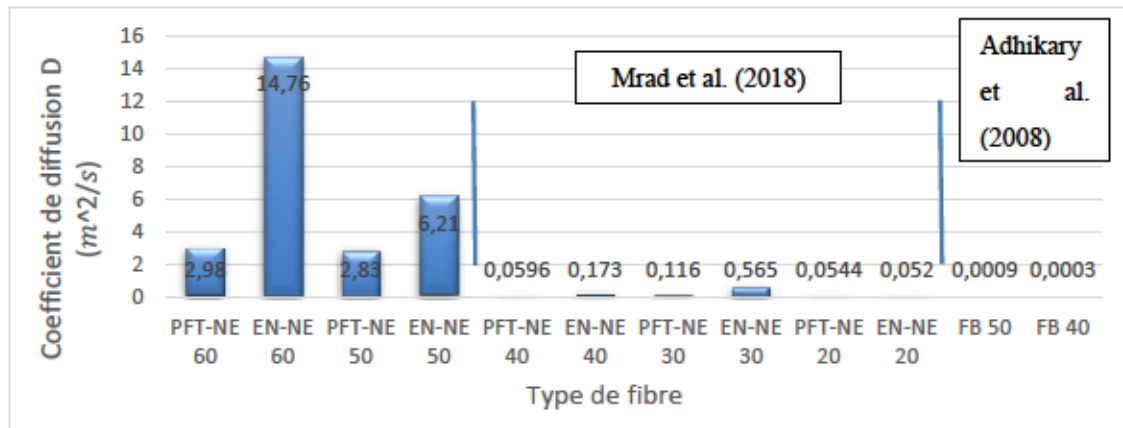
Par ailleurs, le coefficient n subit une augmentation lorsque le pourcentage des fibres augmente et la constante k diminue lorsque la teneur en fibres augmente. Dans l'étude de Mrad et al. (2018), on trouve une contradiction au niveau la constante k. En fait, il

a trouvé une valeur de  $k$  de 0,08 pour un composite à 40% d'écorce d'épinette noire avec PEHD. Cependant, on a trouvé une valeur de 0,01 pour un composite à 50% d'écorce d'épinette noire. De plus, Mrad et al. (2018), ont rapporté une valeur de 0,04 pour un composite à 40% d'écorce de peuplier faux-tremble, qui est proche de notre valeur de 0,02 pour un composite à 50% d'écorce de peuplier faux-tremble. Aussi, dans l'étude de Mrad et al. (2018), on trouve une correspondance dans les résultats du coefficient  $n$  avec nos résultats.

De plus, Mrad et al. (2018) a trouvé une valeur de  $n=0,4$  pour des composites à 40% d'écorce de peuplier faux-tremble et d'épinette noire. Cette valeur est proche de nos valeurs de 0,42 pour le composite à 50% d'écorce de peuplier faux-tremble et de 0,43 pour le composite à 50% d'écorce d'épinette noire.

Mrad et al. (2018) a comparé un mélange contenant des écorces et un autre mélange contenant du bois. Le mélange avec 40% de bois d'épinette noire avait des coefficients ( $n=0,38$  et  $k=0,06$ ) légèrement inférieurs aux coefficients du mélange avec 40% d'écorce d'épinette noire ( $n=0,4$  et  $k=0,08$ ). En revanche, le mélange avec 40% de bois de peuplier faux-tremble avait des coefficients ( $n=0,41$  et  $k=0,05$ ) légèrement supérieurs aux coefficients du mélange avec 40% d'écorce de peuplier faux-tremble ( $n=0,4$  et  $k=0,04$ ). Cela peut être dû à l'effet de l'humidité au sein de l'arbre étant donné que la partie extérieur est plus exposée aux changements climatiques (lumière, poussière, vent, pluie) que les parties intérieurs de l'arbre (Mrad et al., 2018).

La Figure 3.7 illustre une comparaison entre les coefficients de diffusion  $D$  trouvés pour la présente étude et ceux des études de Mrad et al. (2018) et d'Adhikary et al. (2008). On remarque que la teneur et la nature des fibres exercent une influence sur le coefficient de diffusion d'eau ( $D$ ).



**Figure 3.7.** Résultats des coefficients de diffusion D pour la présente étude et pour les études de Mrad et al. (2018) et d'Adhikary et al. (2008)

L'étude de Mrad et al. (2018) confirme que les coefficients de diffusion D semblaient être moins impactés par la teneur et la nature des fibres que l'absorption d'eau. En effet, l'augmentation de la teneur en fibres d'écorce de peuplier faux-tremble (PFT) entraîne une légère augmentation du coefficient de diffusion D. Le coefficient de diffusion D des formulations à base d'écorces d'épinette noire (EN) augment, en passant de 20% à 30 %. Cependant, on remarque une légère baisse du coefficient de diffusion D lors de l'augmentation de la teneur en fibres de 30% à 40%.

Les résultats des formulations avec le peuplier faux-tremble (PFT) et l'épinette noire (EN) sont semblables aux résultats obtenus par Mrad et al. (2018). Prenons l'exemple des composites EN-NE dans notre étude, les coefficients de diffusion passent de  $6,2 \times 10^{-9} \left(\frac{m^2}{s}\right)$  à  $14,7 \times 10^{-9} \left(\frac{m^2}{s}\right)$  pour les teneurs 50% et 60%, respectivement. Cette évolution peut être expliquée par l'augmentation des groupements hydroxyles libres qui sont la cause principale de l'absorption d'eau.

Il n'y a pas une corrélation entre nos résultats et les résultats de Mrad et al. (2018) pour le coefficient de diffusion D. Pour les composites à 40% d'écorce de peuplier faux-tremble avec PEHD, Mrad et al. (2018) a trouvé un coefficient de  $5,9 \times 10^{-11} \left(\frac{m^2}{s}\right)$ , ce qui est très loin de notre composite à 50% d'écorce de peuplier faux-tremble qui est

égale à  $2,8 \times 10^{-9} \left(\frac{m^2}{s}\right)$ . En revanche, pour le composite à 40% d'écorce d'épinette noire avec PEHD, Mrad et al. (2018) a trouvé un coefficient de diffusion D de  $1,7 \times 10^{-10} \left(\frac{m^2}{s}\right)$ , qui est donc près de celui de notre composite à 50% d'écorce d'épinette noire ( $6,2 \times 10^{-9} \left(\frac{m^2}{s}\right)$ ).

Mrad et al. (2018) a fait une comparaison entre le coefficient de diffusion d'un mélange à base d'écorce et un à base de bois. Le mélange avec 40% de bois d'épinette noire avait un coefficient de diffusion ( $2,7 \times 10^{-10} \left(\frac{m^2}{s}\right)$ ) légèrement supérieure au coefficient de diffusion du mélange avec 40% d'écorce d'épinette noire ( $1,7 \times 10^{-10} \left(\frac{m^2}{s}\right)$ ). En revanche, le mélange avec 40% de bois de peuplier faux-tremble avait un coefficient de diffusion ( $1,4 \times 10^{-10} \left(\frac{m^2}{s}\right)$ ) supérieure au coefficient de diffusion du mélange avec 40% écorce de peuplier faux-tremble ( $5,9 \times 10^{-11} \left(\frac{m^2}{s}\right)$ ).

On peut conclure que les formulations qui ont des teneurs en fibres plus élevées peuvent absorber plus d'eau, la diffusion serait plus prononcée dans les zones interfaciales.

La perméabilité des molécules d'eau à travers l'échantillon composite est dépendante de la diffusivité ainsi que de la sorption ou la solubilité de l'eau dans le composite. Le coefficient de sorption S, qui est lié à la sorption à l'équilibre de l'eau, est calculé en utilisant l'équation suivante :

$$S = \frac{M_{\infty}}{M_0} \quad (3.4)$$

Où

S : coefficient de sorption;

$M_0$  : Masse initiale de l'échantillon à l'état anhydre;

$M_{\infty}$  : Masse d'eau à l'équilibre (saturation).

Le coefficient de perméabilité P est le produit des coefficients de diffusion et de sorption. Le coefficient P est considéré comme l'effet combiné de la sorption et de la

diffusion. Il définit la perméabilité du composite aux molécules d'eau et est exprimé par l'équation suivante :

$$P = D \times S \quad (3.5)$$

P : Coefficient de perméabilité;

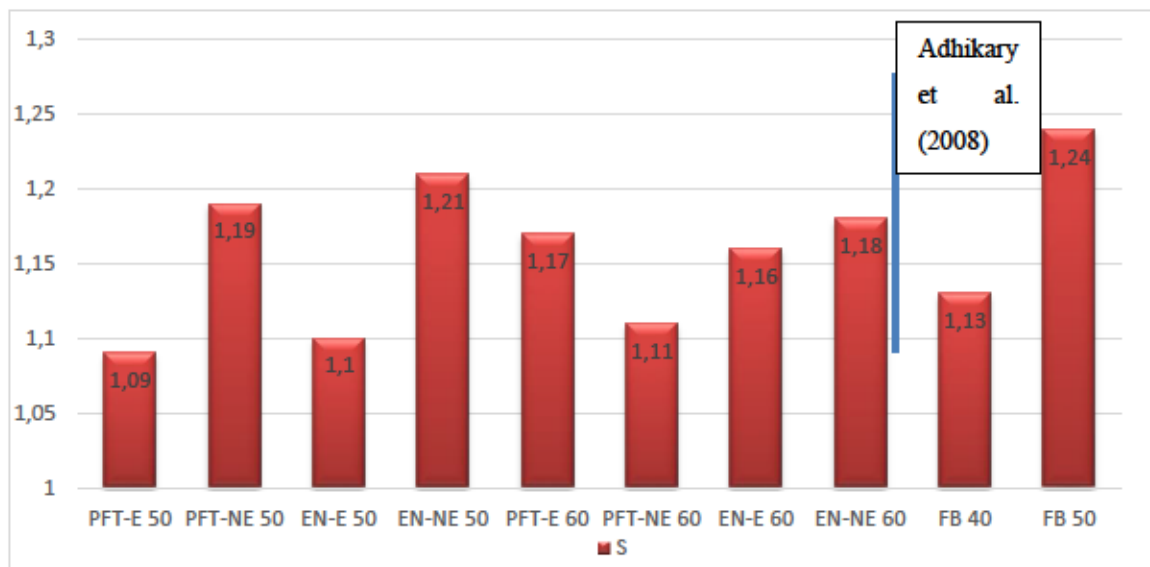
D : Coefficient de diffusion;

S : coefficient de sorption;

Les valeurs des coefficients de perméabilité P et de sorption S de toutes les formulations sont réunies dans le Tableau 3.6.

**Tableau 3.6.** Les valeurs des coefficients P, S et D de toutes les formulations de cette étude et d'autres formulations dans la littérature

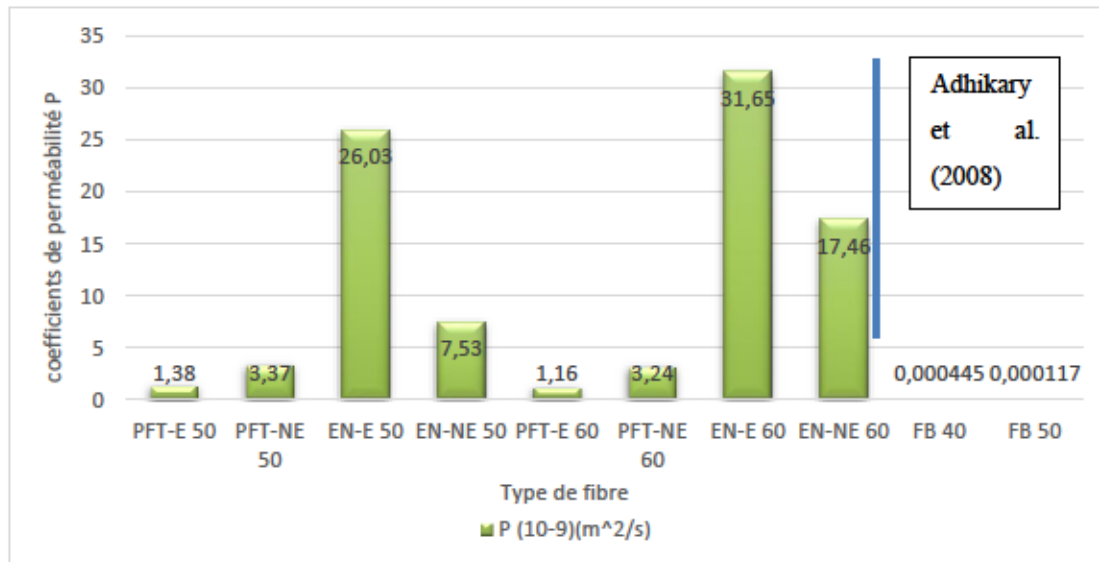
Formulations	D ( $m^2/s$ )	S	P ( $m^2/s$ )
Résultats de cette étude			
PFT-E 50	1,2( $\times 10^{-9}$ )	1,09	1,3( $\times 10^{-9}$ )
PFT-NE 50	2,8( $\times 10^{-9}$ )	1,19	3,3( $\times 10^{-9}$ )
EN-E 50	23,5( $\times 10^{-9}$ )	1,10	26( $\times 10^{-9}$ )
EN-NE 50	6,2( $\times 10^{-9}$ )	1,21	7,5( $\times 10^{-9}$ )
PFT-E 60	0,9( $\times 10^{-9}$ )	1,17	1,1( $\times 10^{-9}$ )
PFT-NE 60	2,9( $\times 10^{-9}$ )	1,11	3,2( $\times 10^{-9}$ )
EN-E 60	27,3( $\times 10^{-9}$ )	1,16	31,6( $\times 10^{-9}$ )
EN-NE 60	14,7( $\times 10^{-9}$ )	1,18	17,4( $\times 10^{-9}$ )
Formulations	D ( $m^2/s$ )	S	P ( $m^2/s$ )
Résultats de l'étude de Adhikary et al. (2008) : (Adhikary et al., 2008)			
40% farine de bois	3,9( $\times 10^{-12}$ )	1,13	4,4( $\times 10^{-12}$ )
50% farine de bois	9,4( $\times 10^{-12}$ )	1,24	1,1( $\times 10^{-12}$ )



**Figure 3.8.** Coefficients de sorption S pour cette étude et pour l'étude de Adhikary et al. (2008)

Dans notre étude, le coefficient de sorption S augmente lorsque la teneur augmente de 50% à 60% pour les écorces d'épinette noire et de peuplier faux-tremble extraites. Ce résultat est en accord avec l'étude de Adhikary et al. (2008) où le coefficient de sorption augmentait lorsque la teneur en fibres de bois passait de 40% à 50%. Pour les écorces d'épinette noire et de peuplier faux-tremble non extraites, on remarque une diminution du coefficient de sorption S lorsque la teneur en fibres augmente l'extraction des fibres a donc un léger effet sur la sorption. Comme illustre la Figure 3.8, il n'y a pas de variation notable entre le coefficient de sorption de l'épinette noire comparé au peuplier faux-tremble.

La Figure 3.9 montre la comparaison entre les coefficients de perméabilité P trouvés pour la présente étude et ceux rapportés par Adhikary et al. (2008).



**Figure 3.9.** Coefficients de perméabilité P pour la présente étude et pour l'étude d'Adhikary et al. (2008)

Dans notre étude, le coefficient de perméabilité P des écorces de peuplier faux-tremble extraites et non extraites diminue légèrement lorsque la teneur augmente de 50% à 60%. Ce résultat est comparable avec celui de l'étude d'Adhikary et al. (2008) où le coefficient de sorption diminuait légèrement lorsque la teneur en fibres de bois passait de 40% à 50%. Le coefficient de perméabilité P des écorces d'épinette noire extraites et non extraites augmente lorsque la teneur en fibres augmente de 50% à 60%. On peut constater que l'extraction des fibres n'a pas d'effet sur la perméabilité. Cependant, le type de fibre aurait un impact sur la perméabilité qui pourrait être dû au groupement d'hydrogène.

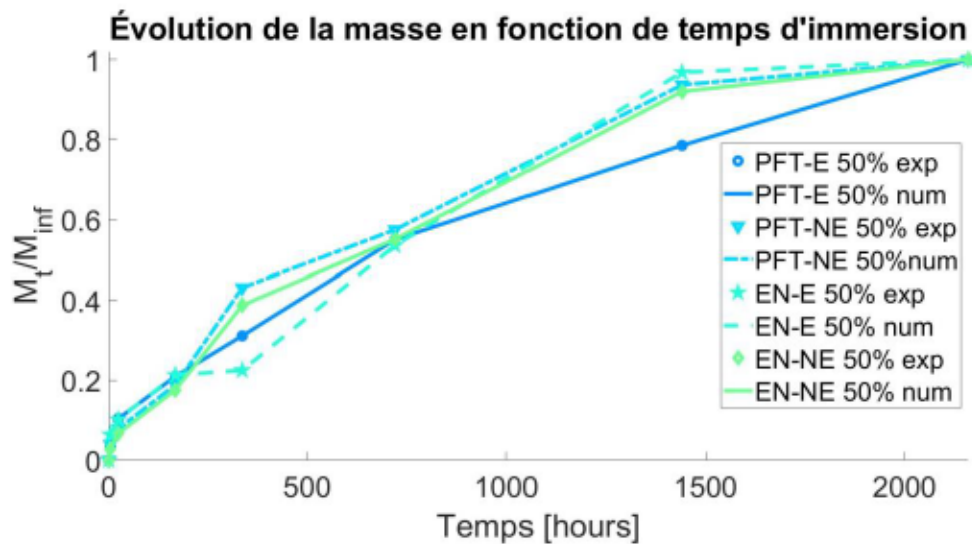
La Figure 3.9 démontre que les coefficients de perméabilité de l'étude d'Adhikary et al. (2008) sont plus petits par rapport à nos résultats. Ceci peut être dû à la nature des fibres. Les coefficients de perméabilité P d'Adhikary et al. (2008) sont aussi plus petits, ce qui est normal, car le coefficient de perméabilité P est proportionnel au coefficient de diffusion D.



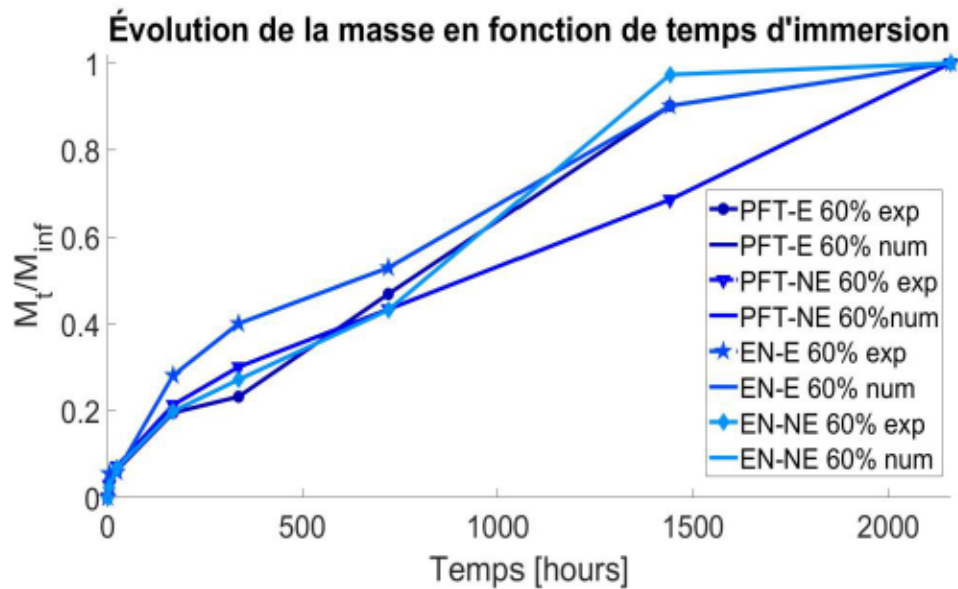
Plus le coefficient de sorption est élevé, plus la quantité d'eau pénétrante est importante dû au taux de porosité présente dans les fibres. On peut conclure ça de l'équation qui est le rapport de la masse d'eau dans l'échantillon à l'équilibre sur la masse initiale de l'échantillon à l'état anhydre.

Par ailleurs, il est évident que le coefficient de perméabilité  $P$  est aussi corrélé au taux de porosité. Malheureusement, on n'a pas eu l'occasion de calculer le taux de porosité.

Les Figures 3.10 et 3.11 illustrent l'évolution des valeurs théoriques et expérimentales de la variation de  $\frac{M_t}{M_{\infty}}$  en fonction du temps d'immersion.



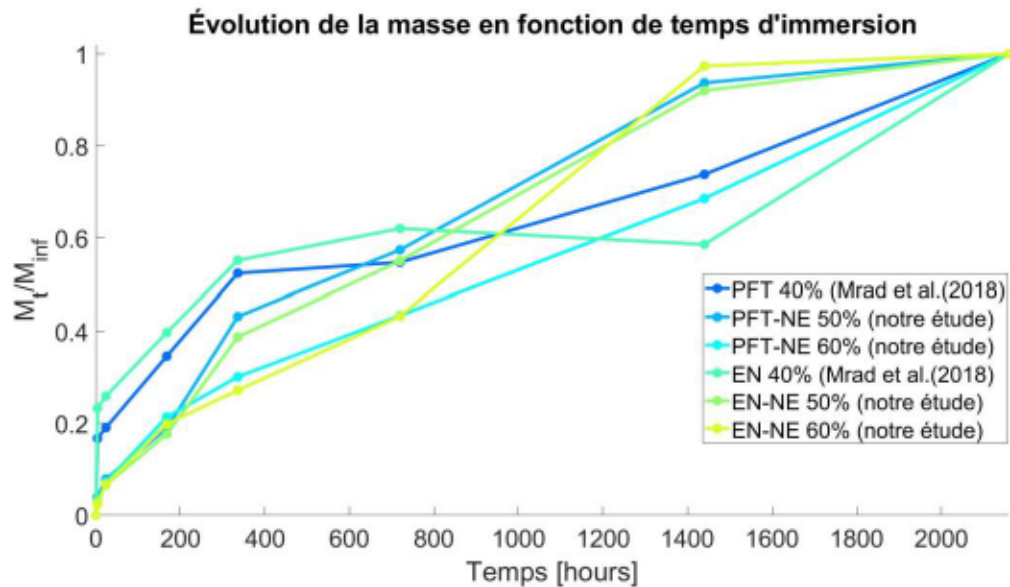
**Figure 3.10.** Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques du comportement hygroscopique de composites extraites et non extraites de fibres d'épinette noire et peuplier faux-tremble à des teneurs de 50 %.



**Figure 3.11.** Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques du comportement hygroscopique de composites extraites et non extraites de fibres d'épinette noire et peuplier faux-tremble à des teneurs de 60 %

En effet, ces courbes d'montrent une superposition de la plupart des valeurs expérimentales et simulées à partir du modèle de Fick simplifié. Nous pouvons constater que le modèle théorique et les valeurs expérimentales sont comparables pour tous les composites étudiés. Donc, on peut conclure que les données expérimentales correspondent bien au modèle de Fick pour la diffusion des composites. Nos résultats sont en accord avec les résultats de Slama (2008) pour des composites bois-plastique provenant de la valorisation des résidus de panneaux MDF. Elle a trouvé une concordance des données expérimentales avec le modèle de Fick pour la diffusion des composites à faible teneur en fibres.

La Figure 3.12 compare les résultats de l'évolution de la masse en fonction de temps d'immersion pour notre étude et pour celle de Mrad et al. 2018.



**Figure 3.12.** Comparaison de l'évolution de  $M_t/M_\infty$  en fonction du temps pour notre étude et pour l'étude de Mrad et al. (2018)

On a comparé nos composites à 50 % et 60 % de teneur en écorces de peuplier faux-tremble et d'épinette noire non extraites avec les composites de Mrad et al. (2018) à 40 % de teneur d'écorces. Le composite à base de 40% d'écorces de peuplier faux-tremble avait un taux de diffusion élevé par rapport à celui de 60% d'écorces. La même tendance a été observée pour les écorces d'épinette noire, sauf pour les temps d'immersion supérieurs à 600h pour le peuplier faux-tremble et à 800h pour l'épinette noire où les taux de diffusion étaient très faibles. Cette zone en bas de 800h a des formules avec un équilibre très lent et indéterminé. Sachant que les mesures expérimentales faites à 2016h ont un processus de diffusion quasi équilibré, il est évident qu'il y a une certaine incertitude dans la mesure de l'absorption de masse dans cette zone à cause du très faible taux de sorption. En termes de sorption, Bouvet et al. (2017) ont déclaré qu'au début les molécules d'eau vont établir des liaisons hydrogène avec les fibres, mais qu'il va y avoir beaucoup de molécules d'eau à la fin de la sorption. Dans cette situation, l'énergie de la diffusion de l'eau va permettre aux

fibres inaccessibles de devenir des fibres accessibles aux molécules d'eau. Aussi, il y a une certaine différence due à la nature de la fibre.

### 3.5 Conclusion

Donc, on peut conclure que l'ajout d'agent de couplage améliore les propriétés physiques des composites. Les fibres extraites donnent une meilleure stabilité dimensionnelle aux composites. Les composites à fibres non extraites ne sont pas recommandés pour des applications extérieures. Ainsi, le modèle simplifié de la loi de Fick procure une simulation plus performante du comportement de sorption d'eau des composites.

## CONCLUSIONS GÉNÉRALES

L'objectif de cette étude visait à caractériser et à modéliser le comportement hygroscopique des composites à base d'écorces d'épinette noire et de peuplier faux-tremble et à matrice polymérique afin de produire de nouveaux biocomposites. Pour ce faire, les écorces ont été initialement séparées en deux. Une partie extraite à l'eau chaude et on a laissé l'autre partie non extraite. Ces biocomposites avaient une teneur de 50%, 60% et 70% en écorces et une matrice PEHD. Subséquemment, l'effet du type d'écorce, de la granulométrie, et de la teneur ont été testés afin d'étudier leurs effets sur les propriétés d'absorption et de durabilité des composites.

L'analyse morphologique de l'écorce a été réalisée via l'analyseur de la qualité de la fibre (FQA). Une comparaison a été faite entre l'écorce extraite et l'écorce non extraite. L'analyse de variance a été effectuée selon un plan complet. Subséquemment, la caractérisation a été réalisée en termes de performances (densité), hygroscopie (immersion dans l'eau), et morphologie (FAQ). Une comparaison a été menée entre un modèle numérique et le résultat expérimental de l'essai hygroscopique.

Les objectifs de cette étude ont été atteints. L'écorce de peuplier faux-tremble était propice pour la fabrication des biocomposites avec du polyéthylène haute densité et a conduit, entre autres, à une amélioration des propriétés physiques (expérimentalement et numériquement) et hygromécaniques.

Les fibres extraites donnent une meilleure stabilité dimensionnelle aux biocomposites. Les composites à fibres non extraites ne sont pas recommandés pour des applications extérieures. Les résultats expérimentaux hygroscopiques correspondent parfaitement à la loi de diffusion de Fick. De plus, on a obtenu une simulation performante du comportement hygroscopique des biocomposites par le modèle simplifié de la loi de Fick.

Dans les forêts, l'écorce représente un résidu indésirable. Sa valeur dans des applications à haute valeur ajoutée peut booster la bioéconomie des industries qui la génèrent et de celles qui l'utilisent à moindre coût. De plus, l'utilisation de produits de biomasse soutiendra le marché des produits biosourcés, offrant ainsi des solutions vertes et écologiques pour la production de matériaux durables et écologiquement responsables. Dans ce cas, cela contribuera à créer des alternatives renouvelables à très faible impact environnemental, capables de réduire la dépendance aux produits naturels.

En vue d'améliorer davantage la stabilité dimensionnelle des biocomposites à fibres d'écorces, on recommande de mener une étude plus approfondie sur l'extraction des fibres à l'eau chaude. En effet, cette étude pourrait inclure différents paramètres dont la nature de l'essence de l'écorce, la taille des écorces et le temps du traitement. Une optimisation de la teneur de l'agent de couplage pourrait entraîner une résistance plus prononcée. De plus, l'ajout d'un autre renfort à l'écorce pourrait assurer un bon compromis au sein du composite et une meilleure performance de la stabilité dimensionnelle. En fait, ceci dépend de la nature du renfort, car chaque type de renfort permet d'améliorer une propriété bien spécifique. Afin d'améliorer les propriétés hygroscopiques et hygromécaniques, on pourrait chercher et tester quelques types de revêtement surfaciques qui joueraient le rôle d'une couche protectrice qui renforcerait les propriétés des biocomposites.

## ANNEXE

### ESTIMATION DES PARAMÈTRES DE DIFFUSION ET DES COURBES HYGROSCOPIQUES SUIVANT LE MODÈLE 2 (MATLAB)

```
% LE MODÈLE 2
% Entrée des données
%*****
% calcul des coefficients de diffusion pour les composites avec EN-E, EN-
NE, PFT-E et PFT-NE a 50% et 60% en écorce
% les épaisseurs en m
clear; clc;
format short
global Diffusion

set(0,'DefaultAxesFontSize',30,'DefaultAxesFontName','time')
set(0,'DefaultTextFontSize',30,'DefaultTextFontName','time')
text('FontWeight','Bold','FontAngle','Italic');

Ligne = 8; % Nombre de composition d'écorce considère
time =[0 4 24 168 336 720 1440 2160 ]; % time values for each iteration
EpaisseurINIT= 0.0064; % Épaisseur initiale de l'échantillon
%D= 9.69666*10^-13; % coefficient de diffusion indicatif

EpaisseurMoyen = xlsread('EpaisseurMoyenne.xlsx');
EpaisseurPourcentage = xlsread('EpaisseurPourcentage.xlsx');
MasseMoyenne = xlsread('MasseMoyenne.xlsx');
MassePourcentage = xlsread('MassePourcentage.xlsx');

N = length(time);
Mt = zeros(Ligne, N); % type d'écorce
Minfini = zeros(Ligne,1); % type d'écorce
MtSUR_Minfini_exp = zeros(Ligne,N);

%% =====
% Pourcentage d'écorce 50 %
% =====
% Diffusion_Total50 = load('D.txt');
```

```

% D = Diffusion_Total50(:,1);

k_et_n_theo50Percent = [];

k=1;
for L=1:2:7

    Minfini(k) = MassePourcentage(L,8);
    MtSUR_Minfini_exp(k,:) = MassePourcentage(L,+)/Minfini(k);

    % LSQcurvefit
    x0 = [1.2; 0.5];      % Starting guess
    % Calculate the new coefficients k and n using LSQNONLIN.
    [x,resnorm] =
lsqcurvefit(@myfun,x0,time(1:4),MtSUR_Minfini_exp(k,1:4));

    % Les valeurs de k et n théoriques
    k_et_n_theo50Percent = [k_et_n_theo50Percent; x'];

    scolor=jet(26);

    % Mass gain

    figure(1), hold on;
    MtSUR_Minfini_theo_k_et_n = x(1).*time.^x(2);
    linestyle = cellstr(char('-', '-.-', '--', '-', ':', ' ', '---', '-.-'));
    Markers=['o','v','p','d','s',' ','b','r'];
    Pepaiss = polyfit(time, MassePourcentage(L,:),8);
%   plot(time, MtSUR_Minfini_theo_k_et_n, [linestyle(Abhiram et al.)
Markers(k)], 'color',scolor(L,:), 'MarkerSize', 10, 'LineWidth',4);
    plot(time, MassePourcentage(L,:),[linestyle(Abhiram et al.)
Markers(k)],time,polyval(Pepaiss,time),...
        [linestyle(Abhiram et al.) Markers(6)],'color',scolor(L+7,:),
'MarkerSize', 8, 'LineWidth',4);
    title('Évolution de la masse en fonction de temps d''immersion');
    legend('PFT-E 50% exp','PFT-E 50% num', 'PFT-NE 50% exp','PFT-NE 50%num
', 'EN-E 50% exp', 'EN-E 50% num', 'EN-NE 50% exp', 'EN-NE 50% num');
    %   axis([xmin xmax ymin ymax]);

    xlabel('Temps [hours]');
    ylabel('M_t/M_(Adekomaya et al.)');
%   P = polyfit(time, EpaisseurMoyen(i,:),3);
        axis([0 max(time) 0 1.02]);

    % Thickness
    figure(2); hold on
    linestyle = cellstr(char('-', '-.-', '--', '-', ':', ' ', '---', '-.-'));
    Markers=['o','v','p','d','s',' ','b','r'];
    Pepaiss = polyfit(time, EpaisseurPourcentage(L,:),8);
    plot(time, EpaisseurPourcentage(L,:),[linestyle{6}

```



```

Markers(k)],time,polyval(Pepaiss,time),...
    [linestyles(Abhiram et al.) Markers(6)],'color',scolor(L,:),
'MarkerSize', 8, 'LineWidth',4);
    title('Évolution de l''épaisseur en fonction de temps
d''immersion');
    legend( 'PFT-E 50% exp','PFT-E 50% num', 'PFT-NE 50% exp','PFT-NE
50%num ', 'EN-E 50% exp', 'EN-E 50% num', 'EN-NE 50% exp', 'EN-NE 50% num'
);
    xlabel('Temps [hours]'); ylabel('Epaisseur [%]');
    axis([-5 max(time) 0 2.4]);
    k = k+1;

end

%% =====
% Pourcentage d'écorce 60 %
% =====
k_et_n_theo60Percent = [];

k=1;
for L=2:2:8

    Minfini(k) = MassePourcentage(L,8);
    MtSUR_Minfini_exp(k,:) = MassePourcentage(L,:)/Minfini(k);

    % LSQcurvefit
    x0 = [1.2; 0.5]; % Starting guess
    % Calculate the new coefficients k and n using LSQNONLIN.
    [x,resnorm] =
lsqcurvefit(@myfun,x0,time(1:4),MtSUR_Minfini_exp(k,1:4));

    % Les valeurs de k et n théoriques
    k_et_n_theo60Percent = [k_et_n_theo60Percent; x'];

    scolor=jet(26);

% Mass gain

figure(3); hold on

MtSUR_Minfini_theo_k_et_n = x(1).*time.^x(2);
    linestyles = cellstr(char('-', '-.-', '--', '-.-', ':', ' ', '---', '-.-'));
    Markers=['o','v','p','d','s',' ','b','r'];
    Pepaiss = polyfit(time, MassePourcentage(L,:),8);
%    plot(time, MtSUR_Minfini_theo_k_et_n, [linestyles{1} Markers(k)],
'color',scolor(L,:), 'MarkerSize', 10, 'LineWidth',4);
    plot(time, MassePourcentage(L,:),[linestyles{k}
Markers(k)],time,polyval(Pepaiss,time),'color',scolor(L,:), 'MarkerSize',
8, 'LineWidth',4);
    title('Évolution de la masse en fonction de temps d''immersion');

```

```

    legend('PFT-E 60% exp','PFT-E 60% num', 'PFT-NE 60% exp','PFT-NE 60%num
', 'EN-E 60% exp', 'EN-E 60% num', 'EN-NE 60% exp', 'EN-NE 60% num');
    % axis([xmin xmax ymin ymax]);

    xlabel('Temps [hours]');
    ylabel('M_t/M_{inf}');
% P = polyfit(time, EpaisseurMoyen(i,:),3);
    axis([0 max(time) 0 1.02]);

% Thickness
figure(4); hold on
    Pepaiss = polyfit(time, EpaisseurPourcentage(L,:),8);
    plot(time, EpaisseurPourcentage(L,:),[linestyles{6}
Markers(k)],time,polyval(Pepaiss,time),...
    [linestyles{k} Markers(6)], 'color',scolor(L,:), 'MarkerSize', 8,
'LineWidth',4);
    title('Évolution de l''épaisseur en fonction de temps d''immersion');
    legend('PFT-E 60% exp','PFT-E 60% num', 'PFT-E 60% exp','PFT-E 60%
num', 'EN-E 60% exp', 'EN-E 60% num', 'EN-NE 60% exp', 'EN-NE 60% num');
    xlabel('Temps [hours]'); ylabel('Epaisseur [%]');
    axis([-10 max(time) 0 1.6]);
    k = k+1;

end

disp('k et n théorique pour 50 %')
disp(k_et_n_theo50Percent)
disp('k et n théorique pour 60 %')
disp(k_et_n_theo60Percent)

```

## RÉFÉRENCES

- Abhiram, Y., Das, A., & Sharma, K. K. (2021). Green composites for structural and non-structural applications: A review. *Materials Today: Proceedings*, 44p.
- Abida, M. (2018). *Comportement hygroscopique et couplage hygromécanique dans les composites lin / époxy : approche expérimentale multi-échelle et modélisation. Thèse de doctorat. Normandie Université; École nationale d'ingénieurs de Sfax (Tunisie)*. 176p.
- Adekomaya, O., Jamiru, T., Sadiku, R., & Huan, Z. (2016). A review on the sustainability of natural fiber in matrix reinforcement—A practical perspective. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 35.(1). 3-7.
- Adhikary, K., Pang, S., & Staiger, M. P. (2008). Long-term moisture absorption and thickness swelling behaviour of recycled thermoplastics reinforced with *Pinus radiata* sawdust. *Chemical Engineering Journal*, 142(2). 190-198.
- Adler, E. (1977). Lignin chemistry—past, present and future. *Wood Science and Technology*, 11(3). 169-218.
- Akil, H. M., Cheng, L. W., Ishak, Z. M., Bakar, A. A., & Abd Rahman, M. (2009). Water absorption study on pultruded jute fibre reinforced unsaturated polyester composites. *Composites Science and Technology*, 69(11-12). 1942-1948.
- Albuquerque, A., Joseph, K., Carvalho, L., & d'Almeida, J. R. (2000). Effect of wettability and ageing conditions on the physical and mechanical properties of uniaxially oriented jute-roving-reinforced polyester composites. *Composites Science and Technology*, 60(6). 833-844.
- Alen, R., Kotilainen, R., & Zaman, A. (2002). Thermochemical behavior of Norway spruce (*Picea abies*) at 180–225 C. *Wood Science and Technology*, 36(2). 163-171.
- Alvarez, V., Fraga, A., & Vazquez, A. (2004). Effects of the moisture and fiber content on the mechanical properties of biodegradable polymer–sisal fiber biocomposites. *Journal of Applied Polymer Science*, 91(6). 4007-4016.
- Arbelaiz, A., Fernandez, B., Ramos, J., Retegi, A., Llano-Ponte, R., & Mondragon, I. (2005). Mechanical properties of short flax fibre bundle/polypropylene composites: Influence of matrix/fibre modification, fibre content, water uptake and recycling. *Composites Science and Technology*, 65(10). 1582-1592.

- Azwa, Z. N., Yousif, B. F., Manalo, A. C., & Karunasena, W. (2013). A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. *Materials & Design*, 47, 424-442.
- Bledzki, A., & Gassan, J. (1999). Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress in polymer science*, 24(2), 221-274.
- Bledzki, A. K., Jazzkiewicz, A., & Scherzer, D. (2009). Mechanical properties of PLA composites with man-made cellulose and abaca fibres. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40(4), 404-412.
- Boerjan, W., Ralph, J., & Baucher, M. (2003). Lignin biosynthesis. *Annual review of plant biology*, 54(1), 519-546.
- Bouhank, S. (2017). *Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d'Espagne: Formulations et caractérisations. Thèse de doctorat. Université Ferhat Abbas –Sétif 1*, 161p.
- Boussehel, H. (2018). *Etude des moyens de stabilisation des composites à base de polystyrène. Thèse de doctorat. Université Mohamed Khider-Biskra.*, 170p.
- Brebu, M., & Vasile, C. (2010). Thermal degradation of lignin—a review. *Cellulose Chemistry & Technology*, 44(9), 353p.
- Calvo-Flores, F. G., Dobado, J. A., Isac-García, J. A., & Martín-Martínez, F. J. (2015). *Lignin and Lignans as Renewable Raw Materials: Chemistry, Technology and Applications*. John Wiley & Sons., 145-148.
- Centre de recherche industrielle québec. (2004). *Innover, créer et développer. Rapport annuel 2003-2004*. Centre de recherche industrielle québec. 36p.
- Chowdhury, J. A., & Wolcott, M. P. (2007). Compatibilizer selection to improve mechanical and moisture properties of extruded wood-HDPE composites. *Forest products journal*, 57(9), 46p.
- Clair, B. (2014). Physical and mechanical properties of reaction wood. *The biology of reaction wood*. 171-200.
- Coulombe, G. (2004). *Commission d'étude sur la gestion de la forêt publique québécoise. Dépôt légal : Bibliothèque nationale du Québec*. 314p.
- Deng, H., Reynolds, C. T., Cabrera, N. O., Barkoula, N. M., Alcock, B., & Peijs, T. (2010). The water absorption behaviour of all-polypropylene composites and its effect on mechanical properties. *Composites Part B: Engineering*, 41(4), 268-275.
- Dhakal, H. N., Zhang, Z. Y., & Richardson, M. O. W. (2007). Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites. *Composites Science and Technology*, 67(7). <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2006.06.019> 1674-1683.
- Doan, T. T. L., Brodowsky, H. M., & Mäder, E. (2016). Polyolefine composites reinforced by rice husk and saw dust. *Composites from Renewable and Sustainable Materials; InTech: London, UK*. 1-24.

- Elleuch, F. (2020). *Amélioration de la stabilité dimensionnelle des composites bois-polymère à haute teneur en fibres. Mémoire de maîtrise. Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue.*, 174p.
- Environnement et changement climatique Canada. (2019). *Étude économique sur l'industrie, les marchés et les déchets du plastique au Canada : rapport sommaire à Environnement et Changement climatique Canada.* 65p.
- Espert, A., Vilaplana, F., & Karlsson, S. (2004). Comparison of water absorption in natural cellulosic fibres from wood and one-year crops in polypropylene composites and its influence on their mechanical properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35(11). 1267-1276.
- Fehri, M. (2018). *Comportements mécanique et hydrique des composites renforcés par des fibres naturelles et/ou conventionnelles. Thèse de doctorat. Normandie Université; Université de Sfax (Tunisie)*, 159p.
- Fehri, M., Ragueh, R.-R., Vivet, A., Dammak, F., & Haddar, M. (2017). Improvement of Natural Fiber Composite Materials by Carbon Fibers. *Journal of Renewable Materials*, 5(1). 38-47.
- Fortini, A., & Mazzanti, V. (2018). Combined effect of water uptake and temperature on wood polymer composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 135(35). 46674.
- Fournier, F. J. L., Goulet, M. (1971). *Propriétés physico-mécaniques de l'écorce. Une étude bibliographique.* . 88p.
- Frankel, E. (1993). Inhibition of human LDL oxidation by resveratrol. *Lancet*, 341. 1103-1104.
- Freudenberg, K. (1965). Lignin: its constitution and formation from p-hydroxycinnamyl alcohols. *Science*, 148(3670). 595-600.
- Ghaffar, S. H., Madyan, O. A., Fan, M., & Corker, J. (2018). The influence of additives on the interfacial bonding mechanisms between natural fibre and biopolymer composites. *Macromolecular Research*, 26(10). 851-863.
- Hadidane, M. M. (2015). *Effet des nanoparticules sur les caractéristiques des composites bois-polymère. Mémoire de maîtrise. Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue*, 112p.
- Harkin, J. M. (1971). *Bark and its possible uses.* Forest Products Laboratory, US Forest Service. 56p.
- Harrache, R. (2018). *Elaboration et caractérisation des composites à matrice polymère et à renfort végétal et nanométrique lamellaire. Thèse de doctorat. Faculté de Technologie à l'université Ferhat Abbas Sétif-1*, 155p.
- Harris, J., & Nash, H. (1973). *Bark utilisation symposium proceedings.* Physical properties of bark from radiata pine, Corsican pine and Douglas-fir. 342p.
- Hatakeyama, T., & Hatakeyama, H. (2005). *Thermal Properties of Green Polymers and Biocomposites.* Springer Netherlands. 331p.

- Isikgor, F. H., & Becer, C. R. (2015). Lignocellulosic biomass: a sustainable platform for the production of bio-based chemicals and polymers. *Polymer Chemistry*, 6(25). 4497-4559.
- Joseph, P., Joseph, K., & Thomas, S. (1999). Effect of processing variables on the mechanical properties of sisal-fiber-reinforced polypropylene composites. *Composites Science and Technology*, 59(11). 1625-1640.
- Joseph, P. V., Rabello, M., Mattoso, L. H. C., Joseph, K., & Thomas, S. (2002). Environmental effects on the degradation behavior of sisal fiber reinforced polypropylene composites. *Composites Science and Technology*, 62. 1357-1372.
- Kaboorani, A., & Englund, K. R. (2011). Water sorption and mechanical performance of preheated wood/thermoplastic composites. *Journal of composite materials*, 45(13). 1423-1433.
- Lin, R. (1973). Behavior of Douglas-fir bark components in compression. *Wood sci*, 6(2). 106-111.
- Lin, S. Y., & Dence, C. W. (2012). *Methods in lignin chemistry*. Springer Verlag, Berlin, Heidelberg 578p.
- Litvay, J. D. (1973). *Determining moisture content and moisture sorption in Douglas-fir bark*. Oregon State University. 106p.
- Mahfoudh, A. (2013). *Etude de la production et de la caractérisation de composites bois-plastiques. Thèse de doctorat. Université de Laval*, 175p.
- Marti-Ferrer, F., Vilaplana, F., Ribes-Greus, A., Benedito-Borrás, A., & Sanz-Box, C. (2006). Flour rice husk as filler in block copolymer polypropylene: Effect of different coupling agents. *Journal of Applied Polymer Science*, 99(4). 1823-1831.
- Martin, R. E., & Crist, J. B. (1970). Elements of bark structure and terminology. *Wood and Fiber Science*, 2(3). 269-279.
- Matuana, L., et Stark, N. . (2015). The use of wood fibers as reinforcements in composites. . *Biofiber reinforcements in composite materials. Elsevier Science*. . 648-688.
- Matuana, L. M., Park, C. B., & Balatinez, J. J. (1997). The effect of low levels of plasticizer on the rheological and mechanical properties of polyvinyl chloride/newsprint-fiber composites. *Journal of Vinyl and Additive Technology*, 3(4). 265-273.
- Mbagou, J. B. (2017). *Variabilité intra-arbre des propriétés physico-mécaniques et chimiques du " Tessmania africana" en provenance du Gabon. Thèse de doctorat. Université de Laval*, 173p.
- Middleton, E. (1998). Effect of plant flavonoids on immune and inflammatory cell function. *Flavonoids in the living system*. 175-182.
- Migneault, S. (2011). *Recyclage des résidus papetiers pour la production de panneaux de fibres*. 114p.

- 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(4). 241-261.
- ministere des forets, D. I. f. e. d. p. (2019). Ressources et industries forestières du québec : Portrait statistique 2019. 160p.
- ministere des forets, D. I. f. e. d. p. (2020). Ressources et industries forestières du québec : Portrait statistique 2020. 160p.
- Mohammed, L., Ansari, M. N., Pua, G., Jawaid, M., & Islam, M. S. (2015). A review on natural fiber reinforced polymer composite and its applications. *International Journal of Polymer Science*. 16p.
- Mohanty, S., Nayak, S., Verma, S., & Tripathy, S. (2004). Effect of MAPP as a coupling agent on the performance of jute-PP composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 23(6). 625-637.
- Mrad, H., Alix, S., Migneault, S., Koubaa, A., & Perré, P. (2018). Numerical and experimental assessment of water absorption of wood-polymer composites. *Measurement - Journal of the International Measurement Confederation (IMEKO)*, 115. 197 - 203.
- Nassar, M. M., & MacKay, G. (2007). Mechanism of thermal decomposition of lignin. *Wood and Fiber Science*, 16(3). 441-453.
- Nguyen, T., Zavarin, E., & Barrall, E. M. (1981). Thermal Analysis of lignocellulosic materials: Part I. Unmodified materials. *Journal of Macromolecular Science—Reviews in Macromolecular Chemistry*, 20(1). 1-65.
- Northey, T. P. S., Wolfgang G. Glasser. (2000). *Lignin chemistry, technology, and utilization: a brief history* (Vol. 742). ACS Publications. 559p.
- Pizzi, A. (2006). Recent developments in eco-efficient bio-based adhesives for wood bonding: opportunities and issues. *Journal of adhesion science and technology*, 20(8). 829-846.
- Power, H. (2013). *Relations allométriques de l'épinette noire (Picea mariana (Mill.) BSP) et de l'épinette blanche (Picea glauca (Moench) Voss). Thèse de doctorat. Université du Québec à Montréal*, 130p.
- Prasad, N., Agarwal, V. K., & Sinha, S. (2016). Banana fiber reinforced low-density polyethylene composites: effect of chemical treatment and compatibilizer addition. *Iranian Polymer Journal*, 25(3). 229-241.
- Prombut, P. (2007). *Caractérisation de la propagation de délaminage des stratifiés composites multidirectionnels. Thèse de doctorat. Université Toulouse III-Paul Sabatier*, 335p.
- Québec, G. d. (2016). Le plan économique du Québec. . *Budget 2017-2018*. 624p.
- Québec, G. d. ( 2007). L'industrie forestière au Québec. *Le conseil de l'industrie forestière du québec à la Fédération Québécoise des municipalités*. 14p.
- Repellin, V. (2006). *Optimisation des paramètres durée et température d'un traitement thermique du bois. Modifications des propriétés d'usage du bois en relation avec les modifications physicochimiques et ultrastructurales occasionnées par le traitement*

- thermique. Thèse de doctorat. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 262p.*
- Ringuette, B. (2011). *Matériaux composites à base de fibre de chanvre. Thèse de doctorat. Faculté des études supérieures de l'Université Laval, 138p.*
- Ross, J. (2004). *Étude des composés chimiques extraits des lixiviats issus de la thermotransformation du pin gris (Pinus banksiana Lamb.). Thèse de doctorat. Université du Québec à Chicoutimi, 81p.*
- Ross, R. J. (2010). *Wood handbook: wood as an engineering material (Vol. 1). Forest product laboratory. 509p.*
- Saddem, M., Koubaa, A., Bouafif, H., Migneault, S., & Riedl, B. (2019). Effect of fiber and polymer variability on the rheological properties of wood polymer composites during processing. *Polymer Composites, 40*(1). 609-616.
- Safiee, S., Akil, H. M. D., Mazuki, A. A. M., Ishak, Z. A. M., & Bakar, A. A. (2011). Properties of Pultruded Jute Fiber Reinforced Unsaturated Polyester Composites. *Advanced Composite Materials, 20*(3). 231-244.
- Sarkanen, K. V., & Ludwig, C. H. (1971). *Lignins. Occurrence, formation, structure, and reactions. Wiley-Interscience. 916p.*
- Satyanarayana, K. G., Arizaga, G. G., & Wypych, F. (2009). Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers—An overview. *Progress in polymer science, 34*(9). 982-1021.
- Savouret, J. F., & Quesne, M. (2002). Resveratrol and cancer: a review. *Biomedicine & pharmacotherapy, 56*(2). 84-87.
- Selke, S. E., & Wichman, I. (2004). Wood fiber/polyolefin composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 35*(3). 321-326.
- Siau, J. F. (2012). *Transport Processes in Wood. Springer Berlin Heidelberg. 248p.*
- Sihombing, H., Rassiah, K., Ashaari, Z., & Yuharzi, M. (2012). Analysis and development of recycled materials for wood plastic composite product. *Elixir Mechanical Engineering, 51*. 10834-10840.
- Singh, T., & Kostecky, M. (1986). Calorific value variations in components of 10 Canadian tree species. *Canadian Journal of Forest Research, 16*(6). 1378-1381.
- Sjostrom, E. (2013). *Wood Chemistry: Fundamentals and Applications. Elsevier Science. 293p.*
- Slama, I. (2008). *Caractéristiques physico-mécaniques des composites bois-plastiques provenant de la valorisation des résidus des panneaux MDF: étude des possibilités de recyclage. Mémoire de maîtrise. Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue., 131p.*
- Soucy, J. (2007). *Potentiel d'utilisation des fibres de papier dans la conception de composites bois polymères par une technique d'extrusion. Mémoire de maîtrise. Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue; 165p.*



- Soucy, J. (2015). *Utilisation des résidus papetiers de diverses sources pour la production de matériaux composites bois-polymère. Thèse de doctorat. Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue.*, 268p.
- Soucy, J., Koubaa, A., Migneault, S., & Riedl, B. (2016). Chemical composition and surface properties of paper mill sludge and their impact on high density polyethylene (HDPE) composites. *Journal of Wood Chemistry and Technology*, 36(2). 77-93.
- Srivastava, L. M. (1964). *Anatomy, chemistry, and physiology of bark* (Vol. 1). Elsevier. 203-277.
- Stamboulis, A., Baillie, C., Garkhail, S., Van Melick, H., & Peijs, T. (2000). Environmental durability of flax fibres and their composites based on polypropylene matrix. *Applied composite materials*, 7(5). 273-294.
- Steiner, P. R. (1981). *The forest as a source of natural adhesives.* . 67-68. .
- Stevanovic, T., & Perrin, D. (2009). *Chimie du bois*. Presses Poly. et Univers. Romandes. 145–177.
- Stewart, D. (2008). Lignin as a base material for materials applications: Chemistry, application and economics. *Industrial crops and products*, 27(2). 202-207.
- Tjeerdsma, B., & Militz, H. (2005). Chemical changes in hydrothermal treated wood: FTIR analysis of combined hydrothermal and dry heat-treated wood. *Holz als roh-und Werkstoff*, 63(2). 102-111.
- Toupe, J. L. (2015). *Optimisation des propriétés mécaniques de composites à base de fibres naturelles: Application à un composite de fibre de lin avec un mélange de polyéthylène/polypropylène d'origine post-consommation. Thèse de doctorat. Université Laval*, 221p.
- Troughton, G. (1997). Literature review on the utilization of bark for energy and value-added products. *Forintek Canada Corp. Project(1712A768)*. 26p.
- Tufan, M., Güleç, T., Peşman, E., & Ayrilmis, N. (2016). Technological and thermal properties of thermoplastic composites filled with heat-treated alder wood. *BioResources*, 11(2). 3153-3164.
- Väisänen, T., Das, O., & Tomppo, L. (2017). A review on new bio-based constituents for natural fiber-polymer composites. *Journal of Cleaner Production*, 149. 582-596.
- Vaucher, H. (1993). *Guide des écorces*. Delachaux et Niestlé. 225p.
- Viereck, L. A., & Johnston, W. F. (1990). *Picea mariana* (Mill.) BSP Black Spruce. . *Silvics of North America*, 1. 227-237.
- Wang, H. (2019). *Conception de composites bois-polymère hybrides structuraux. Thèse de doctorat. Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue*, 123p.
- Wang, W., Sain, M., & Cooper, P. (2006). Study of moisture absorption in natural fiber plastic composites. *Composites Science and Technology* 66(3-4). 379-386.
- Williams, R. S. (2005). *Handbook of wood chemistry and wood composites.* . CRC Press. 139-185.

- Windeisen, E., & Wegener, G. (2012). *10.15 - Lignin as Building Unit for Polymers A2 - Matyjaszewski, Krzysztof*. Elsevier Science. 255-265.
- Wright, F. L. (2014). Le bois canadien : naturellement renouvelable, incontestablement écologique. . *Ottawa, Canada: Association des produits forestiers du Canada*. 22p.
- Xanthos, M. (1983). Processing conditions and coupling agent effects in polypropylene/wood flour composites. *Plast. Rubber Process*, 3(3). 223-228.
- Xie, Y., Xiao, Z., Grüneberg, T., Militz, H., Hill, C. A., Steuernagel, L., & Mai, C. (2010). Effects of chemical modification of wood particles with glutaraldehyde and 1, 3-dimethylol-4, 5-dihydroxyethyleneurea on properties of the resulting polypropylene composites. *Composites Science and Technology*, 70(13). 2003-2011.
- Yang, H.-S., Kim, H.-J., Park, H.-J., Lee, B.-J., & Hwang, T.-S. (2007). Effect of compatibilizing agents on rice-husk flour reinforced polypropylene composites. *Composite Structures*, 77(1). 45-55.
- Yemele, M. C. N. (2008). *Développement de panneaux de particules à base d'écorce d'épinette noire et de peuplier faux-tremble. Thèse de doctorat. Université Laval*, 174p.
- Yemele, M. C. N., Koubaa, A., Cloutier, A., Soulounganga, P., Stevanovic, T., & Wolcott, M. P. (2013). Effects of hot water treatment of raw bark, coupling agent, and lubricants on properties of bark/HDPE composites. *Industrial crops and products*, 42. 50-56.
- Yemele, M. C. N., Koubaa, A., Cloutier, A., Soulounganga, P., & Wolcott, M. (2010). Effect of bark fiber content and size on the mechanical properties of bark/HDPE composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 41(1). 131-137.
- Zhang, W., Lu, Y., Khanal, S., & Xu, S. (2018). Effects of compatibilizers on selected properties of HDPE composites highly filled with bamboo flour. *Wood Fiber Sci*, 50(3). 254-264.