

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de L'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Mouloud MAMMERY Tizi Ouzou

UMMTO

Faculté du Génie de la Construction

Département de Génie Mécanique



Mémoire de fin d'études

En vue de l'obtention du diplôme de Master académique en Génie Mécanique.

Option :

Génie Des Matériaux.

THÈME :

Elaboration et Caractérisation d'un composite

Biodégradables à base de Polymère-Cellulose.

Réalisé par :

Mr. CHAFA Lounis

Mr. FERHAT Aïssa

Soutenu le 25/09/2023 devant le jury d'examen :

Mme. MOHELLEBI Fadhila

UMMTO

Présidente

Mr. FERHOUM Rabah

UMMTO

Encadrant

Mr. KEHAL Abdelkrim

UMMTO

Examineur

Promotion 2022/2023

Remerciements :

Nous exprimons nos remerciements les plus sincères à notre Dieu qui nous a donné la patience et la force pour finaliser ce travail.

*Nous tenons à remercier notre promoteur Monsieur **FERHOUM***

***Rabah** de nous avoir proposé ce sujet, pour son aide, sa disponibilité et les conseils qu'il n'a cessé de nous donner pour l'aboutissement de ce travail.*

Nous exprimons aussi toute notre gratitude au personnel du laboratoire de sciences des matériaux (labo SDM) du département de Génie mécanique.

*Nos vifs remerciements vont aussi à Madame **BOUABDALLAH**, pour nous avoir effectué les analyses infrarouges de nos échantillons.*

Nos remerciements vont aussi aux membres du jury qui nous feront l'honneur de juger notre travail.

*Nous tenons à remercier Monsieur **OUKALI Mohamed** propriétaire de la menuiserie qui nous a fourni la farine de bois.*

Nos remerciements vont aussi à toutes et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

DEDICACE :

Je dédie ce travail

A mes chers parents : Saïd et Zohra.

*A mes frères : Boualem, Rabah, Yahia et son
épouse Lynda.*

A ma sœur : Ouiza et son époux Sofiane

A mes neveux : Islam, Aylan et Inès.

A mes amis (es), surtout Toufik et Sa famille.

A mon binôme : Aïssa et toute sa famille.

Lounis

DEDICACE :

Je dédie ce travail

A mes chers parents : Amar et Dahbia.

A mes frères et leurs épouses.

A mes chères sœurs et leurs époux.

A mes amis (es) surtout Salim et Sofiane.

A mon binôme : Lounis et toute sa famille.

Aïssa

Table des matières :

Liste des figures :	1
Liste des tableaux :	4
Introduction générale :	1
<i>CHAPITRE I : Etat de l'art –Incorporation de fibres lignocellulosiques à des matrices thermoplastique.</i>	
I.2. De l'arbre à la poudre de cellulose.....	4
I.2.1. Les fibres lignocellulosiques :	4
I.2.1.1. Origine et structure :	4
I.2.1.2. Composition des fibres lignocellulosiques :	5
I.3. Les nanoparticules de cellulose :	9
I.3.1. Procédés d'obtention :	10
I.3.2. Les filaments de cellulose :	11
I.4. Résultats obtenus précédemment :	12
I.4.1. Les différents taux de farine de bois utilisés :	13
I.4.2. Analyse spectroscopique par IRTF :	13
I.4.3. Absorption d'eau :	16
I.4.4. Comparaison entre les traitements :	21
I.5. Conclusion :	22
<i>CHAPITRE II : Les matériaux composites.</i>	
II.1. Introduction :	27
II.2. Généralité sur les matériaux composites :	27
II.2.1. Définition d'un composite :	27
II.3. La matrice :	28
II.4. L'acide poly lactique :	29
II.4.1. Origine :	29

<i>II.4.2. Structure chimique :</i>	30
<i>II.4.3. La synthèse de l'acide poly lactique PLA :</i>	30
<i>II.4.4. Propriétés du PLA :</i>	33
<i>II.5. Le renfort :</i>	34
<i>II.6. Fibre de bois :</i>	36
<i>II.7. Les matériaux bio-composites :</i>	36
<i>II.7.1. Les bio-composites totalement biodégradable :</i>	36
<i>II.7.2. Les bio-composite partiellement bio dégradable :</i>	37
<i>II.8. Les matériaux composites à renfort de fibres de cellulose :</i>	37
<i>II.9. Propriétés des composites à renfort de fibres de cellulose :</i>	37
<i>II.9.1. Rapport d'aspect des fibres :</i>	38
<i>II.9.2. Fraction volumique des fibres :</i>	38
<i>II.9.3. Orientation des fibres :</i>	39
<i>II.9.4. Dispersion des fibres :</i>	39
<i>II.9.5. Adhésion fibre/matrice :</i>	39
<i>II.9.6. Nature des fibres :</i>	40
<i>II.10. Les nano-composites :</i>	41
<i>II.11. Procédés de mise en forme des matériaux composites :</i>	42
<i>II.11.1. Extrusion et moulage par injection :</i>	42
<i>II.11.2. Moulage par compression :</i>	43
<i>II.11.3. Injection basse pression (RTM – moulage par transfert de résine) :</i>	43
<i>II.11.4. Pultrusion :</i>	44
<i>II.12. Conclusion :</i>	44
 <i>CHAPITRE III : Techniques expérimentales.</i>	
<i>III.1. Introduction :</i>	47
<i>III.2.1. Acide poly lactique PLA :</i>	47
<i>III.2.2. Farine de bois :</i>	47

<i>III.2.2.1. Méthode d'obtention de la farine de bois :</i>	47
<i>III.3. Procédures expérimentales :</i>	49
<i>III.3.1. Traitement de la farine de bois :</i>	49
<i>III.3.2. Elaboration des éprouvettes :</i>	51
<i>III.3.2.1. Préparation des mélanges PLA/Farine de bois :</i>	51
<i>III.4. Matériels utilisé pour l'élaboration et la caractérisation des éprouvettes :</i>	52
<i>III.4.1. Matériels d'élaboration :</i>	52
<i>III.4.2. Matériels de caractérisation :</i>	54
<i>III.5. Conclusion :</i>	55
<i>CHAPITRE IV : Résultats et discussions.</i>	
<i>IV.1. Introduction :</i>	58
<i>IV.2. Résultats d'analyse IRTF de la farine de bois :</i>	58
<i>IV.2.1. Traitement ultra-violet :</i>	58
<i>IV.2.2. Traitement thermique :</i>	61
<i>IV.3. Résultats de l'essai de traction :</i>	63
<i>IV.3.1. Evolution du module de Young :</i>	66
<i>IV.4. Conclusion :</i>	66
<i>Conclusion générale :</i>	67
<i>Références bibliographique :</i>	69

Liste des figures :

CHAPITRE I :

Figure I- 1: Représentation schématique de la paroi cellulaire.	5
Figure I- 2: Structure chimique de la cellulose.....	6
Figure I- 3: Les liaisons hydrogène intra et intermoléculaires au sien de la cellulose.	7
Figure I- 4: Monomères constituant la lignine.....	8
Figure I- 5: Structure chimique de la lignine.....	8
Figure I- 6: Les principaux constituants de l'hémicellulose.	9
Figure I- 7: Images microscopique de : a) Fibres de Kraft et de b) Filaments de cellulose. ...	12
Figure I- 8: Spectre IRTF de la farine de bois non traitée.....	14
Figure I- 9: Spectre IRTF de la farine de bois traitée par NaOH.	14
Figure I- 10: Spectre IRTF de la farine de bois à 150°C et 180°C.	15
Figure I- 11: Spectre IRTF de la farine de bois non traitée et traitée.....	15
Figure I- 12: Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée à 150°C en fonction du temps à la température de 25°C.....	17
Figure I- 13: Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée à 150°C en fonction du temps à la température de 40°C.....	18
Figure I- 14: Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée à 180°C en fonction du temps à la température de 25°C.....	18
Figure I- 15: Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée à 180°C en fonction du temps à la température de 40°C.....	19
Figure I- 16: Taux de saturation d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée à 180°C avec et sans PPgMA aux températures de 25°C et 40°C.	19
Figure I- 17: Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée par NaOH en fonction du temps à 25°C.	20
Figure I- 18: Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée par NaOH en fonction du temps à 40°C.	20
Figure I- 19: Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB (30%) avec les différents traitements en présence du PPgMA en fonction du temps à 25°C.	21
Figure I- 20: Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB (30%) avec les différents traitements en présence du PPgMA en fonction du temps à 40°C.	21

Figure I- 21: L'absorption d'eau à la saturation des composites PEBD/FB (30%) pour les différents traitements aux températures 25°C et 40°C.	22
--	----

CHAPITRE II :

Figure II- 1: La composition d'un matériau composite.	27
Figure II- 2: Les types de matrices.	28
Figure II- 3: Structure de l'acide polylactique.	30
Figure II- 4: Méthodes de synthèse du PLA à partir d'acide lactique.	30
Figure II- 5: Formes énantiomériques de l'acide lactique : (S)- et (R)- acide 2-hydroxypropanoïque.	31
Figure II- 6: Réaction de polymérisation par ouverture de cycle de l'acide lactique.	32
Figure II- 7: Les trois formes isomériques semi-développées du lactide.	32
Figure II- 8: Fibre mat.	34
Figure II- 9: Fibres continues tissus.	35
Figure II- 10: Les types de renfort.	35
Figure II- 11: Schéma du procédé de moulage par injection.	42
Figure II- 12: Schéma du procédé de moulage par compression.	43
Figure II- 13: Schéma du procédé d'injection basse pression RTM.	43
Figure II- 14: Schéma du procédé de pultrusion.	44

CHAPITRE III :

Figure III- 1: PLA en filament.	47
Figure III- 2: PLA en granulat.	47
Figure III- 3: Opération de ponçage.	48
Figure III- 4: Planches en ponçage.	48
Figure III- 5: Ponceuse à bois.	48
Figure III- 6: Farine de bois.	49
Figure III- 7: Traitement de la farine de bois par Ultra-violet.	49
Figure III- 8: Schéma de l'enceinte UV.	50
Figure III- 9: Image de farine de bois après traitement par UV.	50
Figure III- 10: Etuve de traitement thermique.	50
Figure III- 11: La farine de bois dans l'étuve.	50
Figure III- 12: Dispositif Infrarouge.	51
Figure III- 13: Spectre IRTF farine de bois vierge.	51

Figure III- 14: Extrudeuse.	52
Figure III- 15: Presse à injection manuelle.	53
Figure III- 16: Empreinte de l'éprouvette de traction.	53
Figure III- 17: Schema d'éprouvette de traction.....	53
Figure III- 18: Eprouvettes PLA vierge.	53
Figure III- 19: Éprouvettes PLA (vierge, chargée 2.5% et 5% farine de bois traité par UV12 mn).	54
Figure III- 20: Machine de traction.	55
Figure III- 21: Essais de traction.	55

CHAPITRE IV :

Figure IV- 1: Spectre IRTF de la farine de bois vierge et sous UV pendent 12 min.	58
Figure IV- 2: Spectre IRTF de la farine de bois vierge et sous UV pendent 30 min.	59
Figure IV- 3: Spectre IRTF de la farine de bois vierge et sous UV pendent 60 min.	59
Figure IV- 4: Spectre IRTF de la farine de bois vierge et sous UV pendent 120 min.	60
Figure IV- 5: Superposition des spectres IRTF de la farine de bois vierge et traitée sous UV.	61
Figure IV- 6: Spectre IRTF de la farine de bois vierge et traitée thermiquement à 120° C.	61
Figure IV- 7: Spectre IRTF de la farine de bois vierge et traitée thermiquement à 150° C.	62
Figure IV- 8: Superposition des spectres IRTF de la farine de bois vierge et traitée thermiquement.....	62
Figure IV- 9: Courbes contrainte-déformation PLA vierge, PLA/FBNT.	63
Figure IV- 10: Courbes contrainte-déformation PLA vierge, PLA/FBT 2,5%.	64
Figure IV- 11: Courbes contrainte-déformation PLA vierge, PLA/FBT 5%.	64
Figure IV- 12: Courbes contrainte-déformation PLA vierge, PLA/FBT 10%.	65
Figure IV- 13: Superposition des courbes contrainte-déformation PLA vierge et des composites PLA/FB.....	65
Figure IV- 14: Evolution du module de Young.	66

Liste des tableaux :

CHAPITRE I :

Tableau I- 1: Les compositions des composites PEBD/FB. 13

*Tableau I- 2: Désignation des principales bandes d'absorption impactée par l'humidité
révélées par l'analyse de variance des spectres infrarouges caractéristiques du bois. 16*

CHAPITRE II :

Tableau II- 1: Propriétés physico-mécaniques de plusieurs fibres naturelles..... 40

CHAPITRE III :

Tableau III- 1: Les compositions de composites PLA /Farine de bois..... 52

Introduction générale :

Au cours de ces dernières années, des recherches approfondies ont été effectuées sur l'utilisation de fibre naturelle aussi efficacement que possible pour produire des composites polymères renforcés par des fibres de qualité supérieure pour une large gamme d'applications. Parmi ces derniers, des matériaux composites thermoplastiques à base de fibres naturelles, en particulier les composites bois polymère ont connu une croissance exceptionnelle en raison de leurs nombreux avantages tels que la réduction du coût, la disponibilité, la biodégradabilité, et leurs possibilités de recyclage.....

Les composites bois polymère sont utilisés pour les meubles de jardin, la construction, l'industrie automobile.... [1]

L'idée d'utiliser des fibres végétales naturelles comme renfort dans une matrice de polymère n'est pas nouvelle, mais dans un contexte où le recours à des ressources renouvelables est devenu une priorité, elle est désormais considérée comme une voie prometteuse et doit poursuivre sa contribution aux objectifs de développement durable tout en continuant à répondre aux préoccupations environnementales. D'autant que des industriels ont déjà mis au point la production de composites renforcés de fibres végétales pour des applications ciblées. Ils s'efforcent donc d'élargir leurs marchés qui sont encore modestes. [2]

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

Par ailleurs et malgré les avantages que les matériaux composites à base de polymère/bois ont apportés au domaine des composites, on trouve toujours des inconvénients qui représentent un frein pour leurs développements tel que le caractère hydrophile de ces fibres qui est un problème majeur, il cause l'absorption de l'humidité et cela conduit au gonflement du composite et sa dégradation, et aussi la mauvaise adhérence entre la fibre de bois et la matrice polymère.

Alors afin d'éliminer ces problèmes et d'avoir des propriétés optimales de ce matériau, il faut procéder au traitement des farines de bois, dans notre cas on a fait deux type de traitements (ultraviolet et thermique).

L'acide poly lactique (PLA) est un polymère appartenant à la classe des bio polyesters. Sa fragilité combinée à ses mauvaises propriétés thermiques et barrière continuent à entraver son application commerciale à grande échelle et à empêcher son accès à de nombreux secteurs industriels. En conséquence, les tentatives visant à la modification du PLA ne cessent de susciter l'intérêt des chercheurs qui aspirent à élargir son éventail d'applications pour des considérations aussi bien économiques qu'environnementales [4]

Le mémoire présente quatre chapitres :

- Le premier chapitre est consacré à l'incorporation de fibres lignocellulosiques à des matrices thermoplastiques.
- Le deuxième chapitre est consacré aux généralités sur les matériaux composites
- Le troisième chapitre constitue la partie expérimentale qui présente les matériaux utilisés, le protocole expérimental, le traitement et l'analyse IRTF de la farine de bois et les procédés de mise en œuvre pour l'élaboration des composites PLA/fibres de bois. Ainsi que la caractérisation des composites.
- Le quatrième chapitre sera consacré à la discussion de l'ensemble des résultats obtenus à partir des différents tests effectués sur l'élaboration et la caractérisation des composites PLA/fibres de bois traitées et non traitées.

Enfin, une conclusion générale sur le travail réalisé et perspectives de développement.

CHAPITRE I :

Etat de l'art –

Incorporation de fibres

lignocellulosiques à

des matrices

thermoplastiques.

I.1. Introduction :

L'utilisation des fibres lignocellulosiques devient de plus en plus intéressante du côté écologique afin de réduire les déchets tel que les grignons d'olive et la sciure de bois et du côté économique pour leurs faibles coûts et l'obtention des matériaux biodégradables plus légers. Les matériaux composites à base de fibre lignocellulosiques sont au stade de développement, vu que le caractère hydrophile des fibres qui ne permet pas une bonne compatibilité avec les matrices polymères hydrophobes. Cela donne une mauvaise dispersion au sein de la matrice ce qui influence les propriétés mécaniques de cette dernière.

I.2. De l'arbre à la poudre de cellulose

L'utilisation des substances naturelles fait de plus en plus présente dans la vie quotidienne de l'homme. L'intérêt de ce composé se repose sur ces caractères biodégradables, renouvelables et non polluants. Ce développement rapide pour cette dernière est apparu dans les années 90 et il ne s'arrête pas d'augmenter, après la prise de conscience sur l'impact négatif de la mondialisation sur la nature, ainsi la raréfaction des énergies fossiles. La poudre de cellulose fait partie de ces substances naturelles la plus étudiée et utilisée en ce moment. [5]

I.2.1. Les fibres lignocellulosiques :

I.2.1.1. Origine et structure :

Les fibres lignocellulosiques utilisées dans l'industrie proviennent généralement des arbres soit feuillus ou résineux. Elles peuvent être aussi obtenues à partir de différentes plantes comme le lin ou le chanvre. Les caractéristiques des fibres sont en fonction de leur origine botanique. Ainsi, selon les propriétés désirées, une essence pourra être particulière par rapport à une autre.

D'un point de vue cellulaire les fibres lignocellulosiques sont entourées par la lamelle moyenne qui assure la cohésion entre les cellules et confère à la fibre ses propriétés de rigidité, la paroi primaire très fine et la paroi secondaire beaucoup plus dense et résistante qui est subdivisée en trois couches S1, S2 et S3, elle est majoritairement constituée de microfibrilles de cellulose alignées parallèlement et dispersées en hélices. Les couches S1, S2 et S3 vont fournir à la fibre sa résistance à la traction et à l'écrasement. Enfin, le lumen est la cavité au centre de la fibre qui permet la circulation de la sève. La figure suivante nous montre la représentation schématique de la paroi cellulaire. [5]

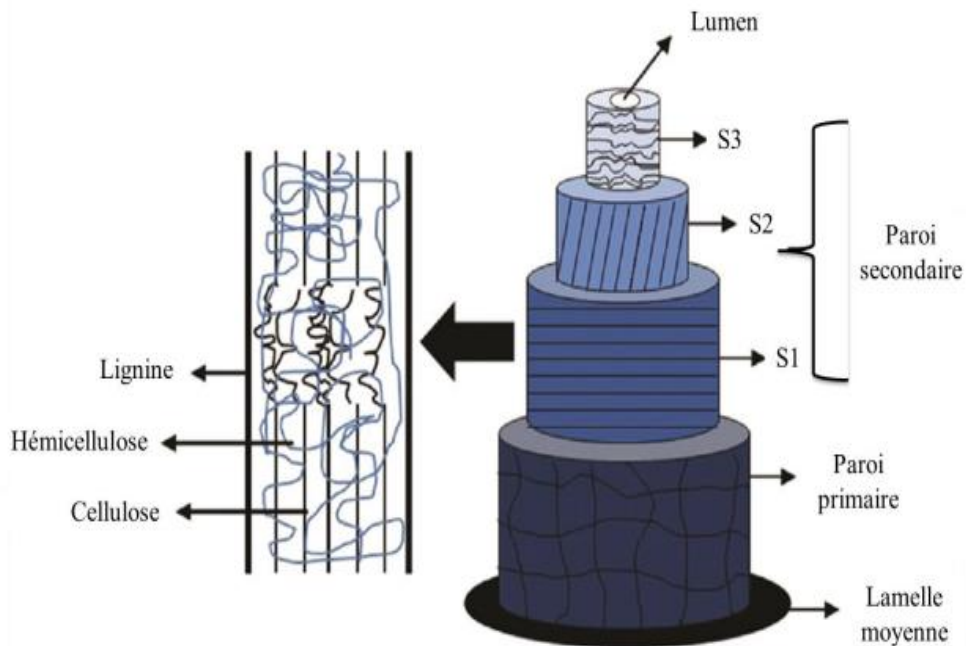


Figure I- 1: Représentation schématique de la paroi cellulaire.

1.2.1.2. Composition des fibres lignocellulosiques :

Les fibres lignocellulosiques sont composés principalement de la cellulose, l'hémicellulose et la lignine, on peut trouver aussi des protéines et d'autres composés chimiques inorganiques. La composition chimique de ces dernières varie en fonction de l'origine des fibres, des conditions de croissance, des conditions climatiques et de l'âge du végétal. [6]

La cellulose :

La cellulose est le polymère renouvelable et le plus abondant à la surface de la Terre avec une production mondiale estimée à $1,3 \cdot 10^{10}$ tonnes par an, est l'un des principaux composants de la cellule végétale, il se situe dans la paroi des fibres, elle englobe environ 33% de toutes les matières végétales. C'est un homopolymère composé d'unités β -D glucopyranose liées entre elles par une liaison glycosidique β , sa formule brute est $(C_6H_{10}O_5)_n$ où n est le degré de polymérisation et il varie énormément selon l'origine de la cellulose. Les chaînes de cellulose présentent la particularité d'avoir deux extrémités chimiquement différentes, une appelée réductrice et une autre non réductrice, elles sont associées par des liaisons hydrogène intra-et intermoléculaires. Ces interactions confèrent sa structure fibrillaire. [7].

La cellulose est semi-cristalline, elle possède des zones cristallines caractérisées par une forte densité en liaison hydrogène ce qui confère son importante résistance mécanique avec un module d'élasticité très élevé, soit environ 136 GPa et des zones amorphes qui conduit au gonflement de cette dernière a la présence d'un solvant.

Dans la nature, la cellulose n'existe pas en tant que molécule individuelle, mais se présente sous la forme d'un ensemble de fibres individuelles qui forment une chaîne de cellulose. Généralement, environ 36 assemblages de chaînes de glucane sont liées entre elles par des liaisons de van der Waals et par des liaisons hydrogène intra et intermoléculaires en unités plus grandes appelées protofibrilles, qui se regroupent en unités plus grandes dites micro-fibrilles, qui à leur tour sont assemblées en fibre de cellulose. [8]

La cellulose est insoluble dans l'eau et dans la plupart des solvants organiques classiques, et résistante aux solutions basiques même à pH très élevé et elle est résistante aux agents oxydants mais elle très sensible aux acides qui causent son hydrolyse [6].

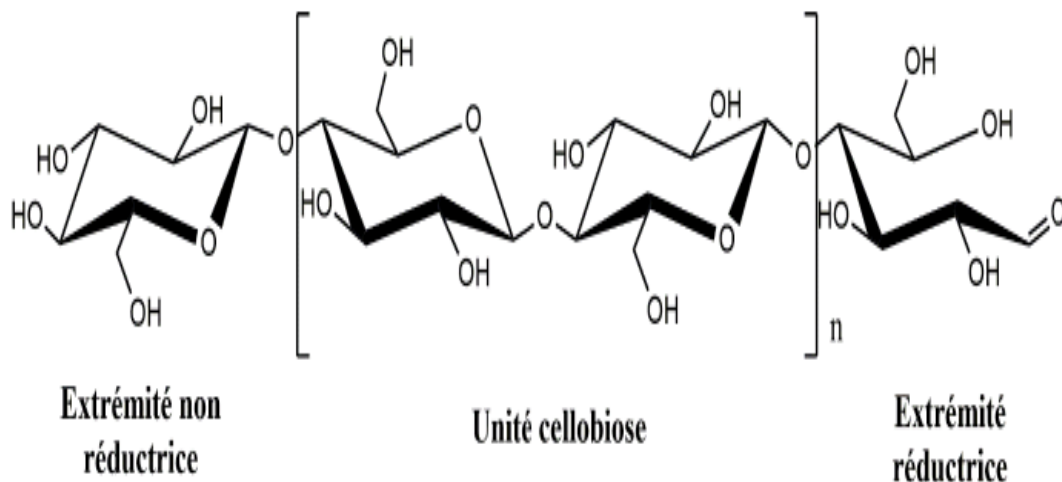


Figure I- 2: Structure chimique de la cellulose.



Figure I- 3: Les liaisons hydrogène intra et intermoléculaires au sien de la cellulose.

La lignine :

Après la cellulose, la lignine est la deuxième structure macromoléculaire présente dans les végétaux. Il s'agit d'un polymère hydrocarboné ayant une structure tridimensionnelle aléatoire et très complexe permettant de former la matrice et de lui donner la rigidité et la résistance mécanique, qui varie en fonction de l'espèce végétale, de l'âge du végétal, des conditions climatiques... C'est un matériau amorphe et hydrophobe de nature. La lignine joue le rôle de gaine entourant les microfibrilles et les fibres et améliore ainsi leur résistance à la compression. Elle représente une grande partie du carbone organique total dans la biosphère et ses propriétés mécaniques sont plus faibles que celles de la cellulose. La lignine se forme lors de la formation de la paroi secondaire et se dépose autour des constituants polysaccharides et protéines de la paroi comme une gaine ce qui la rend plus hydrophobe et plus résistante aux pathogènes et aux attaques parasitaires formant une barrière de protection biologique [6].

Par comparaison à la cellulose, la lignine présente des propriétés mécaniques médiocres [6]. Donc pour avoir des fibres ayant de bonnes performances mécaniques la lignine doit être éliminée.

Une des structures admises actuellement est celle proposée par Adler en 1977. La présence des liaisons carbone-carbone entre les unités rend la dégradation de la lignine en fragments de petites masses molaires difficile car ces liaisons sont stables et difficiles à couper [8].

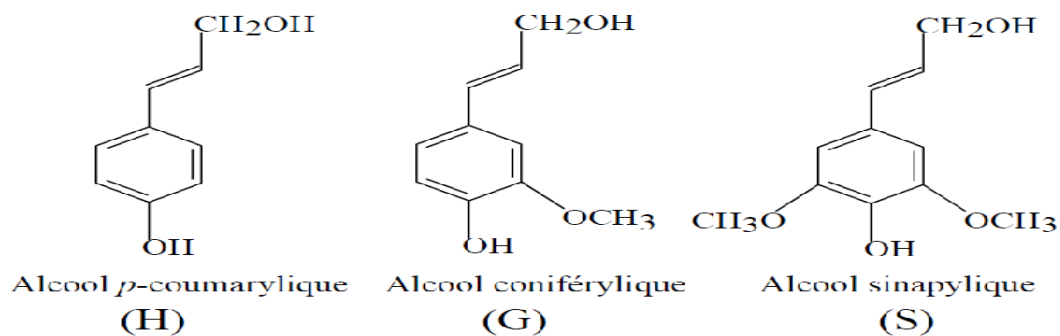


Figure I- 4: Monomères constituant la lignine.

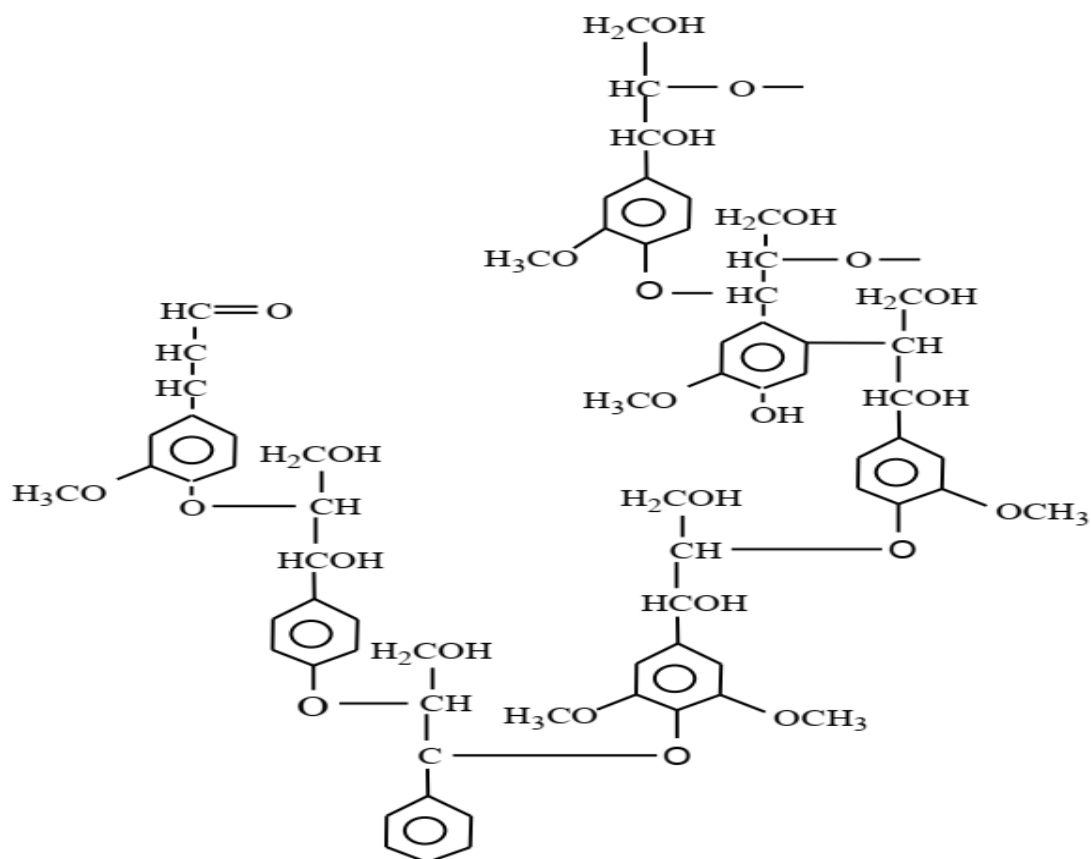


Figure I- 5: Structure chimique de la lignine.

L'hémicellulose :

Sont les polysaccharides présents dans la paroi végétale et ne sont ni la cellulose ni la pectine, parmi ces derniers on trouve les xylanes, les germains, l'arabinanes, les galactanes et les glucanes. Elles sont caractérisées par des masses molaires inférieures à la cellulose et une structure moins régulière par la présence de différentes unités dans leurs chaînes et/ou de ramifications et ainsi qu'une solubilité dans un milieu alcalin, elles ont une possibilité de création de liaisons hydrogènes et ils jouent un rôle fondamental dans le maintien d'une architecture pariétale organisée en liant les fibrilles de cellulose entre elles, et présents dans le bois à hauteur de 25 à 30%.

Ils sont constitués d'une chaîne principale composée d'unités glucose liées en β - (1-4) et de courtes chaînes latérales composées de xylose, galactose et fucose [10].

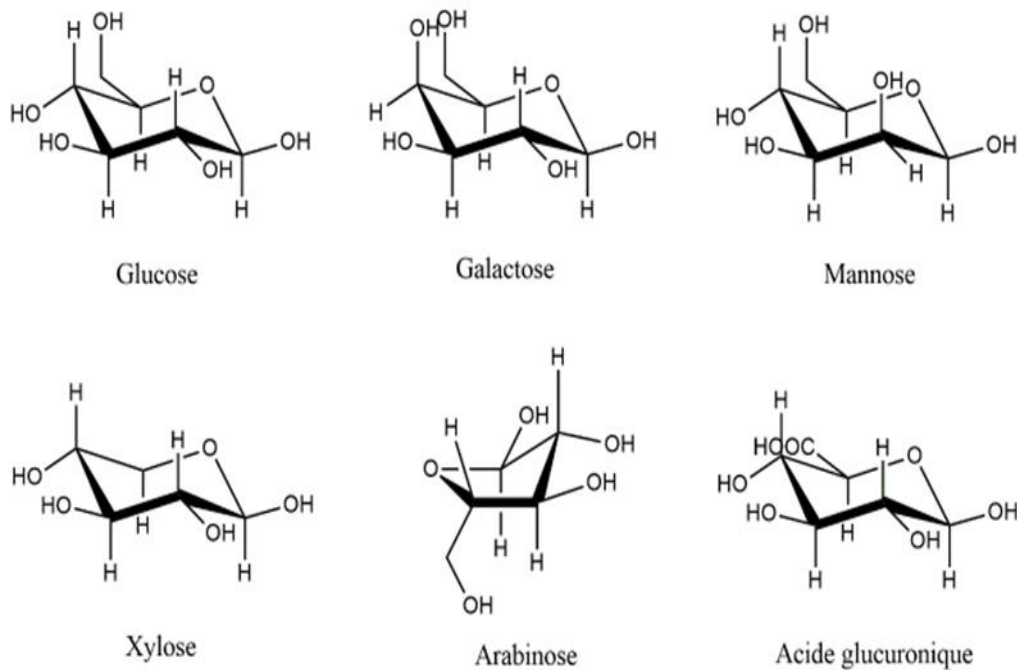


Figure I- 6: Les principaux constituants de l'hémicellulose.

1.3. Les nanoparticules de cellulose :

Actuellement, de nombreux travaux se concentrent sur les nanoparticules de cellulose. Ces composés ont des propriétés très intéressantes (surface spécifique, résistance, etc.) qui, du fait de leur très petite taille, leurs ouvrent les portes aux nanotechnologies. A partir du bois, des traitements chimiques et des processus de désintégration mécanique permettent d'obtenir de la nano-cellulose. [5]

1.3.1. Procédés d'obtention :

Au cours des trente dernières années, de nombreux efforts ont été faits pour réduire la taille des fibres de bois. La première étape marquante a été le développement des micro-fibrilles de cellulose (MFC) dans les années 80 par Turbak et coll. Aujourd'hui, de nombreux procédés permettent d'obtenir de la cellulose avec des diamètres contrôlés.

La préparation de nanoparticules de cellulose à partir de bois et des plantes se déroule en deux étapes principales. [5]

La première étape :

Celle-ci incluent la purification et l'homogénéisation de la matière première, afin qu'elle réagisse plus facilement et façon homogène avec d'autres méthodes de traitement. Le type de prétraitement dépend de la source utilisée. Ces étapes de prétraitement visent à éliminer totalement ou partiellement les autres composés présents dans la fibre (lignine, hémicellulose, etc.), ainsi qu'à isoler les fibres individuelles. [5]

La deuxième étape :

Cette étape comprend la séparation des fibres "purifiées" en nano-fibrilles et/ou nano-cristaux. La préparation des nanoparticules de cellulose se réalise par deux procédés principaux: **l'hydrolyse acide ou enzymatique et les traitements mécaniques.**

Ces deux méthodes peuvent être utilisées séparément ou successivement selon la morphologie des particules souhaitées.

Les procédés mécaniques tels que les homogénéisateurs à haute pression, les raffineurs, les broyeurs à froid, les traitements par ultrasons à haute intensité, et la micro-liquéfaction sont utilisés pour extraire les fibres cellulosiques de différentes sources (fibres de bois, végétaux, algues, etc.). Typiquement, ces traitements impliquent des forces de cisaillement élevées entraînant un clivage transversal le long de l'axe longitudinal de la microstructure cellulosique. Il en résulte des fibres de cellulose longues appelées micro-fibrilles de cellulose (MFC). Le concept de MFC a été introduit dans les années 1980 suite aux travaux de Turbak et al, ainsi que Herrick et al, le premier à préparer des fibres de cellulose de taille nanométrique à partir de pâte de résineux. Normalement, les fibres de cellulose subissent plusieurs cycles de traitement mécanique, rendant les particules plus petites et plus uniformes lors de leur passage, mais augmentant les dommages mécaniques à la cellulose cristalline.

Pour faciliter la séparation de ces fibres en nano-fibres de cellulose (NFC) plus fines, trois stratégies avant le traitement mécanique peuvent être utilisées pour réduire l'intensité de la LH intermoléculaire : utiliser des matières premières qui n'ont pas été séchées, partiellement éliminées ou traitées chimiquement avec d'autres composants de fibres lignocellulosiques.

Lors du séchage des fibres de bois et végétales, la distance entre les faisceaux de microfibrilles est réduite et cela conduit à des agglomérats difficiles à séparer. De même, si l'étape de purification est incomplète, les éléments résiduels peuvent inhiber la coalescence des paquets de fibres lors du séchage et ainsi faciliter la fibrillation dans les étapes suivantes.

De plus, le fait qu'une charge soit amenée à la surface des fibres moites augmente l'intensité de la répulsion des forces inter fibrillaires répulsives. Ceci peut être fait par oxydation de TEMPO ou par adsorption de polyélectrolytes chargé.

L'hydrolyse acide permet d'extraire les particules de cellulose cristalline de différentes sources (bois, végétaux, algues, etc.). Le mécanisme de l'hydrolyse n'est pas encore complètement élucidé, la réaction éliminera préférentiellement les régions amorphes dans les microfibrilles de cellulose. Habituellement, les fibres "purifiées" sont mélangées dans de l'eau avec une certaine concentration d'acide. L'acide sulfurique est principalement utilisé pour ce type d'application car il est possible d'obtenir des suspensions plus stables.

L'enjeu de ces différentes méthodes est de créer des nanoparticules de cellulose les plus longues possibles avec un diamètre inférieur à 100 nm, permettant d'avoir les meilleures propriétés mécaniques. [5]

1.3.2. Les filaments de cellulose :

Le filament de cellulose est un nouveau biomatériau créé à partir d'un procédé innovant alimenté presque entièrement par des énergies renouvelables et utilisant de la pâte de bois sans produits chimiques et d'enzymes. FC est très polyvalent et a la capacité d'augmenter la résistance, la durabilité et la fonctionnalité de nombreux produits conventionnels.

L'objectif de ce projet est de fournir un support scientifique pour le développement d'applications de FC dans une gamme de produits à hautes caractéristiques techniques et environnementales.

Le projet global couvre quatre thèmes : « bioproduits agricoles », « papier antimicrobiens », « produits en béton » et « environnement » couvrant les domaines de l'agriculture, de l'hygiène et de la santé, de la construction et de l'environnement. [11]

En juin 2014, la société Kruger a inauguré à Trois-Rivières au Canada la première usine au monde capable de produire des filaments de cellulose (FC). Les FC sont un nouveau type de MFC extrait de fibres de bois aux propriétés uniques. Ils sont obtenus à partir de fibres Kraft, après raffinage mécanique. Une fibre Kraft est pelée à environ 1000 FC (Figure 7). Ces derniers sont de l'ordre de 500-1000 μm de long, 80-300 nm de large et 40-100 nm d'épaisseur. Le FC a un rapport d'aspect spécial (200-5000) qui est 10 fois supérieur à celui du MFC ordinaire. Le rapport d'aspect est une propriété intrinsèque clé de l'effet de renforcement. Par conséquent, FC a un fort potentiel de valorisation qui pourrait intéresser de nombreux marchés, y compris les marchés des produits papetiers et des composites. Le FC semble être un formidable vecteur de croissance pour l'économie forestière canadienne.

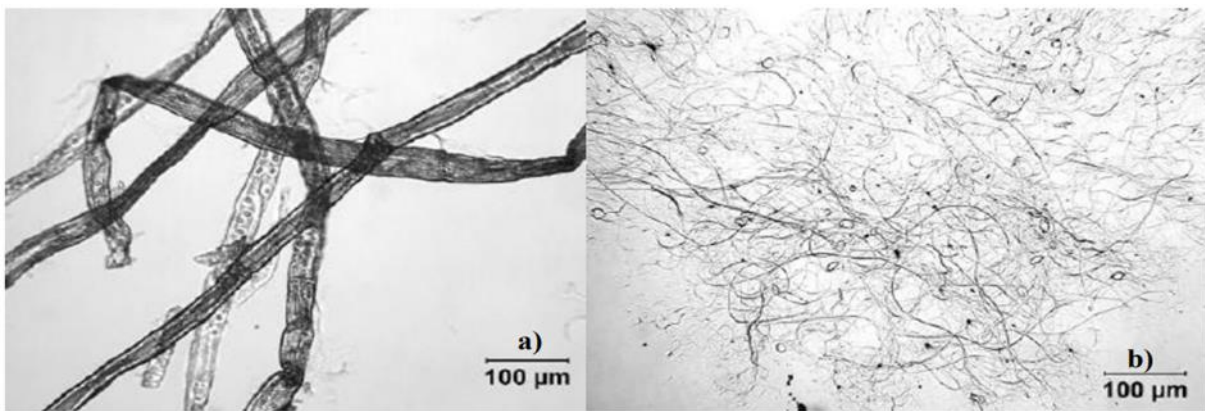


Figure I- 7: Images microscopique de : a) Fibres de Kraft et de b) Filaments de cellulose.

De par leurs propriétés particulières telles que leur rapport résistance/poids, leur rigidité et leur biodégradabilité, les fibres de cellulose apparaissent comme un renfort prometteur pour le développement des matériaux composites. [5]

1.4. Résultats obtenus précédemment :

Dans cette dernière partie de ce chapitre nous allons vous présenter les résultats de recherches de **Mr AMMOUR Ismail** au niveau de « **l'Ecole Nationale Polytechnique** » obtenus sur les composites polymère/farine de bois

Mr AMMOUR Ismail a caractérisé la farine de bois traitée et non traitée par IRTF et il a suivi l'évolution de l'absorption d'eau en fonction du temps à différentes températures pour les composites PEBD/FB à différentes compositions de taux de Farine de bois.[12]

I.4.1. Les différents taux de farine de bois utilisés :

Les composites ont été élaborés à différents taux de farine de bois non traitée et traitées, avec l'utilisation d'un agent de couplage PP-g-MA sont représentés dans le tableau I- 1.

Tableau I- 1: Les compositions des composites PEBD/FB.

Type de traitement du bois	Bois (%)	PEBD (%)	PP-g-MA (%)	CODE
Traitement alcalin NaOH	10	90	-	PE/FBA1
	15	85	-	PE/FBA2
		80	05	PE/FBA2g
	30	70	-	PE/FBA3
		65	05	PE/FBA3g
Traitement thermique à 150°C	10	90	-	PE/FBTb1
	15	85	-	PE/FBTb2
		80	05	PE/FBTb2g
	30	70	-	PE/FBTb3
		65	05	PE/FBTb3g
Traitement thermique à 180°C	10	90	-	PE/FBTh1
	15	85		PE/FBTh2
		80	05	PE/FBTh2g
	30	70	-	PE/FBTh3
		65	05	PE/FBTh3g

I.4.2. Analyse spectroscopique par IRTF :

Pour déterminer l'ensemble de changements de la structure causés par les différents traitements de la farine de bois, on a effectué une analyse par IRTF, les spectres sont représentés sur les figure I- 8 à I- 11.

I.4.2.1. Farine de bois non traitée :

La figure 8 montre l'analyse par infrarouge de la farine de bois non traitée. Le spectre est caractérisé par une bande large et intense au environ de 3500 cm⁻¹, elle est attribuée au groupement hydroxyde O-H liés, on observe aussi une bande moyenne à 2900 cm⁻¹ qui correspond aux vibrations des liaisons C-H du groupe C-H₂ des segments de la cellulose et l'hémicellulose. Une bande caractéristique au environ de 1740 cm⁻¹ et et une à 1269cm⁻¹

attribuée à la vibration des groupements carbonyles C=O des esters ou des substances acétylées contenues dans l'hémicellulose. [12]

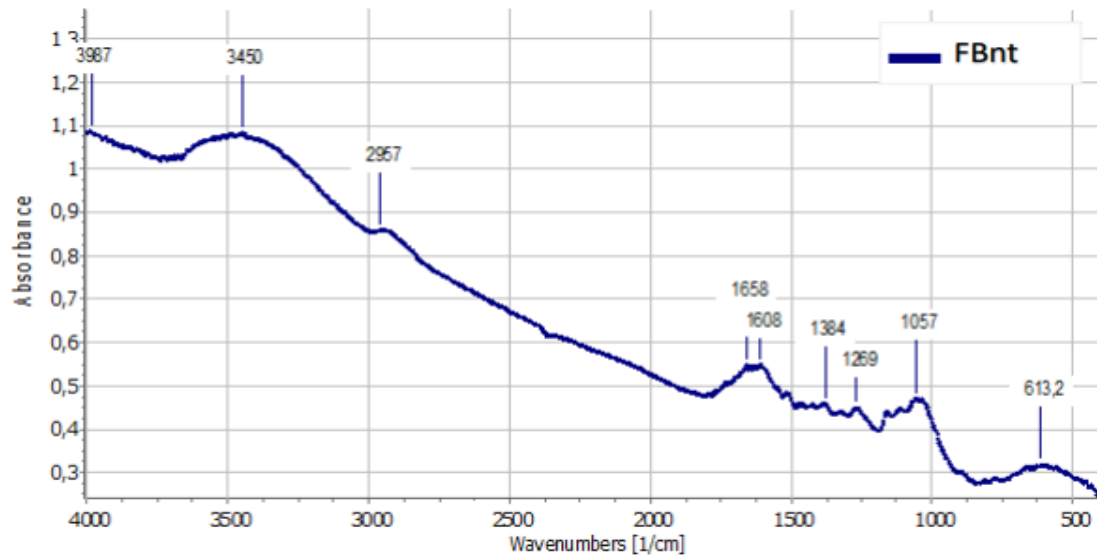


Figure I- 8: Spectre IRTF de la farine de bois non traitée.

I.4.2.2. Farine de bois traitée par la soude :

La figure I- 9 représente le spectre de la farine de bois traitée par la solution NaOH à 9%. On voit un changement de structure de la farine de bois. On voit la disparition de la bande à 3500cm⁻¹ due aux groupements O-H liés de la cellulose et celle à 2900cm⁻¹ et la diminution des bandes 1269 cm⁻¹ attribuée à C=O du groupe l'acétylées de la lignine ce qui met en évidence une altération chimique dans la structure de la farine de bois. [12]

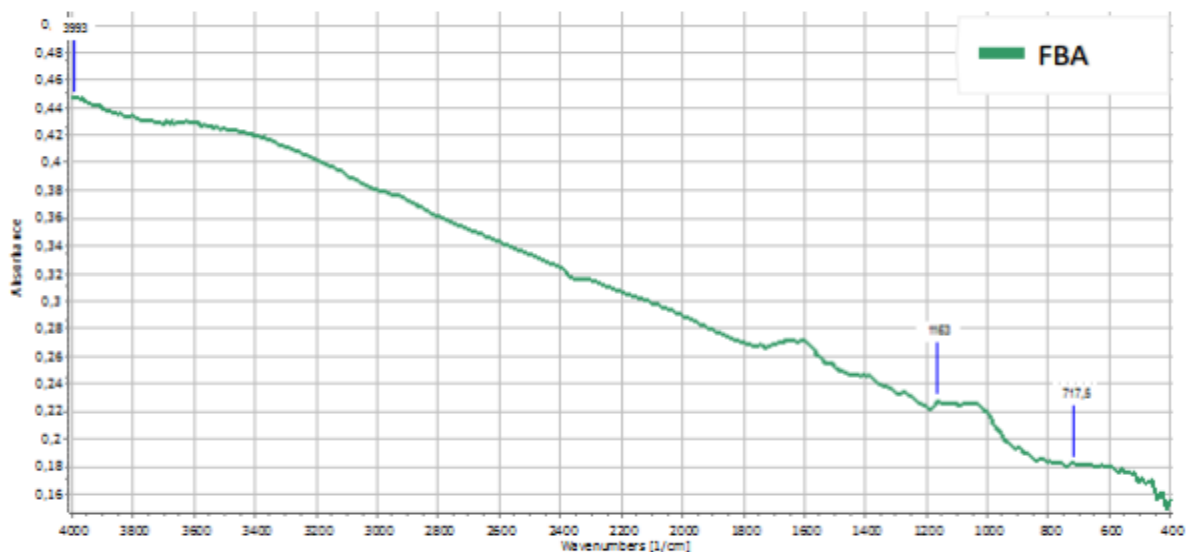


Figure I- 9: Spectre IRTF de la farine de bois traitée par NaOH.

I.4.2.3. Farine de bois traitée thermiquement à 150°C et 180°C:

La Figure I- 10 présente les spectres de la farine de bois traitée thermiquement à 150°C et 180°C. Les résultats IRTF montre que la température influe sur la structure de la farine de bois, on note une diminution de l'intensité de la bande à 3500cm-1 et à 2900 cm-1 . La diminution de l'intensité des bandes est plus importante dans le cas du traitement thermique à 150°. [12]

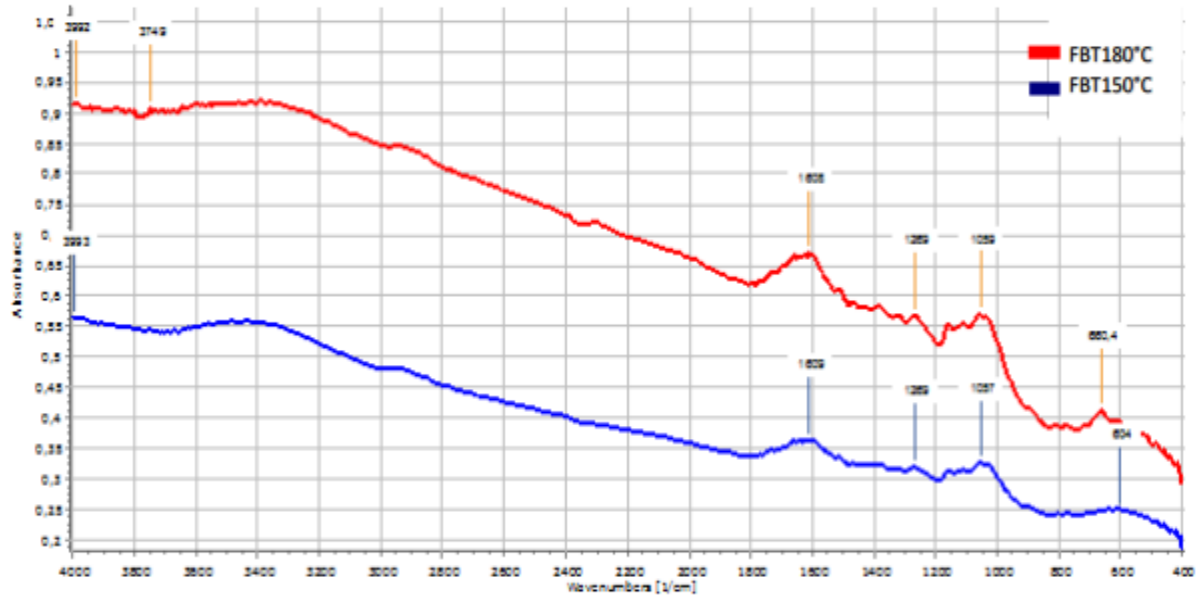


Figure I- 10: Spectre IRTF de la farine de bois à 150°C et 180°C.

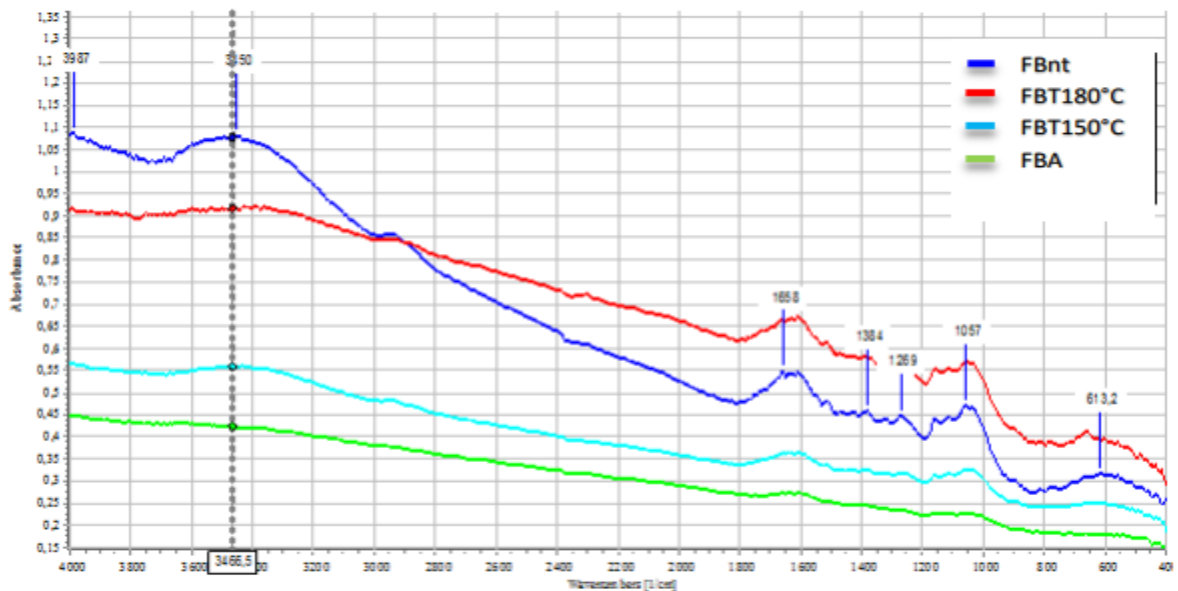


Figure I- 11: Spectre IRTF de la farine de bois non traitée et traitée.

La figure I- 11 nous montre les résultats obtenus par les analyses infrarouge a transformée de Fourier sur la farine de bois traitée et non traitée.

Le tableau I-2 représente les bandes les plus importantes étudiées et analysées.

Tableau I- 2: Désignation des principales bandes d'absorption impactée par l'humidité révélées par l'analyse de variance des spectres infrarouges caractéristiques du bois.

Nombre d'onde (cm-1)	Désignation
3600-3100 (3466)	Caractéristique de la vibration d'étirement des liaisons – OH de la cellulose et de l'hémicellulose
1658	Vibration en cisaillement de la liaison –OH de l'eau libre
1125-895 (1057)	Étirement des liaisons C-O-C de la cellulose
700-650	Déformation hors plan de la liaison OH de l'eau
1384	Liaison O-H dans le plan

La région du spectre la plus impactée par la présence d'eau dans la fibre est la large bande comprise entre 3 600 et 3 100 cm-1 (Figure I- 11). Pour des matériaux celluloses cette zone représente les liaisons hydrogène du réseau inter et intramoléculaire de la cellulose ainsi que les groupements hydroxyles libres de l'hémicellulose . Une bande d'absorption dans cette gamme spectrale est également caractéristique de la présence d'eau liquide. Cette bande représente donc à la fois les interactions macromoléculaires de la cellulose et de l'hémicellulose ainsi que la présence d'eau dans les fibres. Par conséquent, son augmentation significative avec l'absorption d'humidité montre que les molécules d'eau peuvent se fixer sur ces groupements hydroxyles caractéristiques. [12]

L'analyse de variance montre aussi un impact significatif de l'eau sur les bandes d'absorption suivantes : 1658et 1384 cm1 ainsi que la région entre 1100 et 700 cm1 . Le pic à 1658 cm-1 est assigné à la vibration en flexion de la molécule d'eau. Ce pic témoigne donc directement de la présence d'eau libre dans les échantillons. Enfin, les pics compris entre 1100 à 700 cm-1 sont caractéristiques de la nature polysaccharidique de la fibre. Cette signature est également impactée par l'augmentation de l'hygrométrie. [12]

1.4.3. Absorption d'eau :

Le problème major des composites à base de la farine de bois est bien l'absorption d'humidité, pour cette raison nous nous somme intéressée à étudier l'effet des différents

traitements sur l'absorption d'eau. Nous avons suivis l'évolution de l'absorption d'eau des composites élaborés en fonction du temps pour deux températures 25°C et 40°C. Les résultats sont représentés par les figures I- 12 à I- 20 ci-dessous, montrent que l'absorption d'eau augmente avec l'augmentation du pourcentage de la farine de bois.

Les courbes de l'absorption de l'eau par les composites PEBD/FB présentent trois parties, la première étape montre une absorption rapide pour une durée d'immersion faible, suivie d'une absorption faible et enfin une phase de saturation ou les molécules d'eau perdent leur grande activité. [12]

I.4.3.1. Traitement thermique à 150°C :

Composites PEBD/FB :

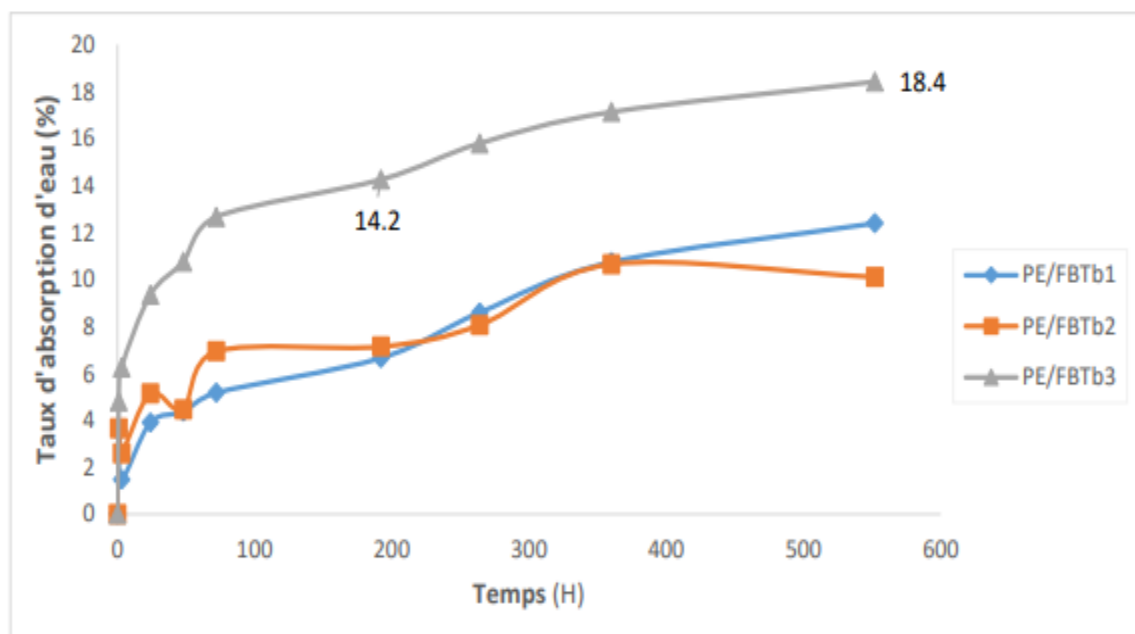


Figure I- 12: Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée à 150°C en fonction du temps à la température de 25°C.

La figure I- 12 montre les résultats d'absorption de l'eau par les composite PE/FB à diffèrent taux de farine de bois. On voit que le composite PE/FBTb3 traitée à 150°C absorbe une quantité d'eau en fonction du temps à une température de 25°C est plus importante par rapport au deux autre composite. [12]

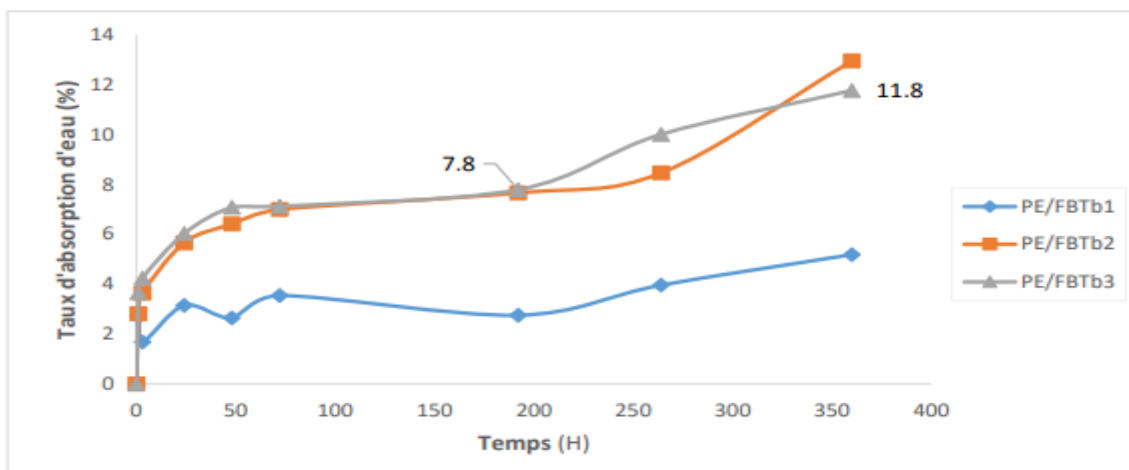


Figure I- 13: Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée à 150°C en fonction du temps à la température de 40°C.

Pour la figure I- 13 on constate que le taux d'absorption par les composites PE/FBTb3 et PE/FBTb2 est plus important à celui du composite PE/FBTb1.

En comparant les résultats obtenus dans les deux figures I- 12 et I- 13 on voit que le taux d'absorption de l'eau est plus important à 25°C que à 40°C cela peut être dû aux problèmes d'hétérogénéité du composite ou à la nature du polymère. Ceci reflète les valeurs du taux obtenus l'ordre de 14% et 8% au bout de 200H pour les composites à 30% de charge immergés à la température de 25°C et 40°C. [12]

I.4.3.2. Traitement thermique à 180°C :

Composites PEBD/FB :

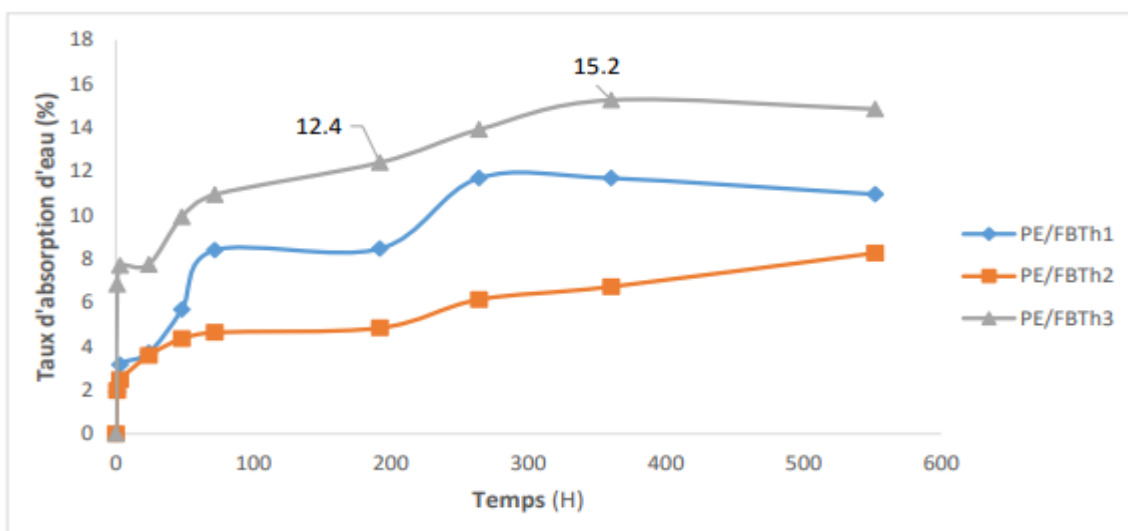


Figure I- 14: Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée à 180°C en fonction du temps à la température de 25°C.

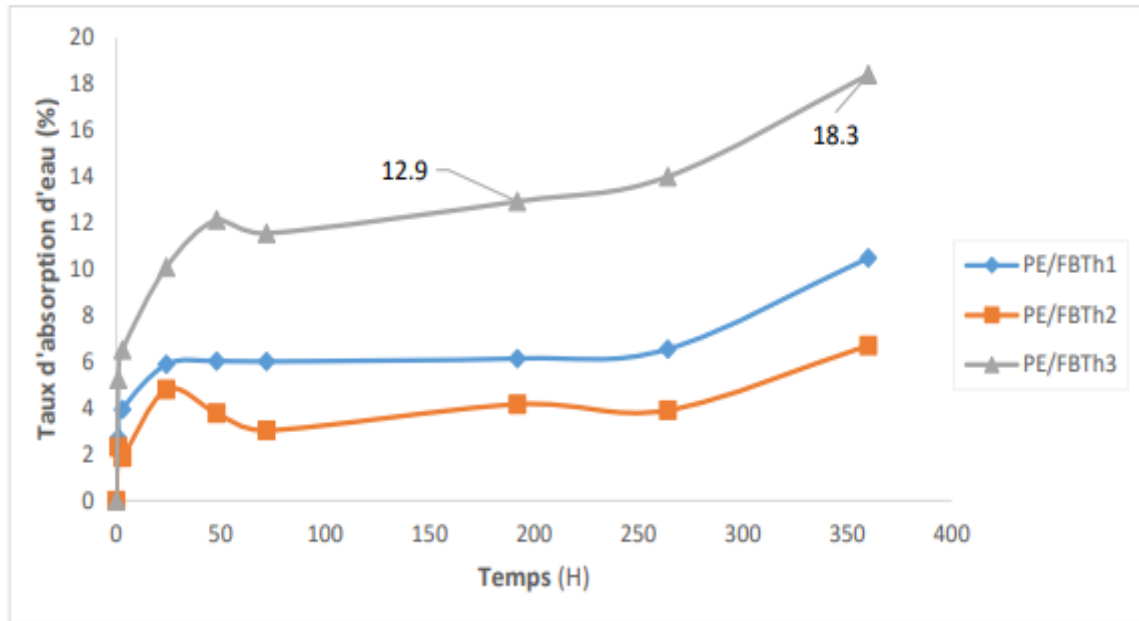


Figure I- 15: Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée à 180°C en fonction du temps à la température de 40°C.

Les résultats montrent que les composites à 30% de farine de bois immergés à la température de 40°C présente un taux de 18% supérieur au taux absorbé par meme les composites à 25°C qui est de 15%. [12]

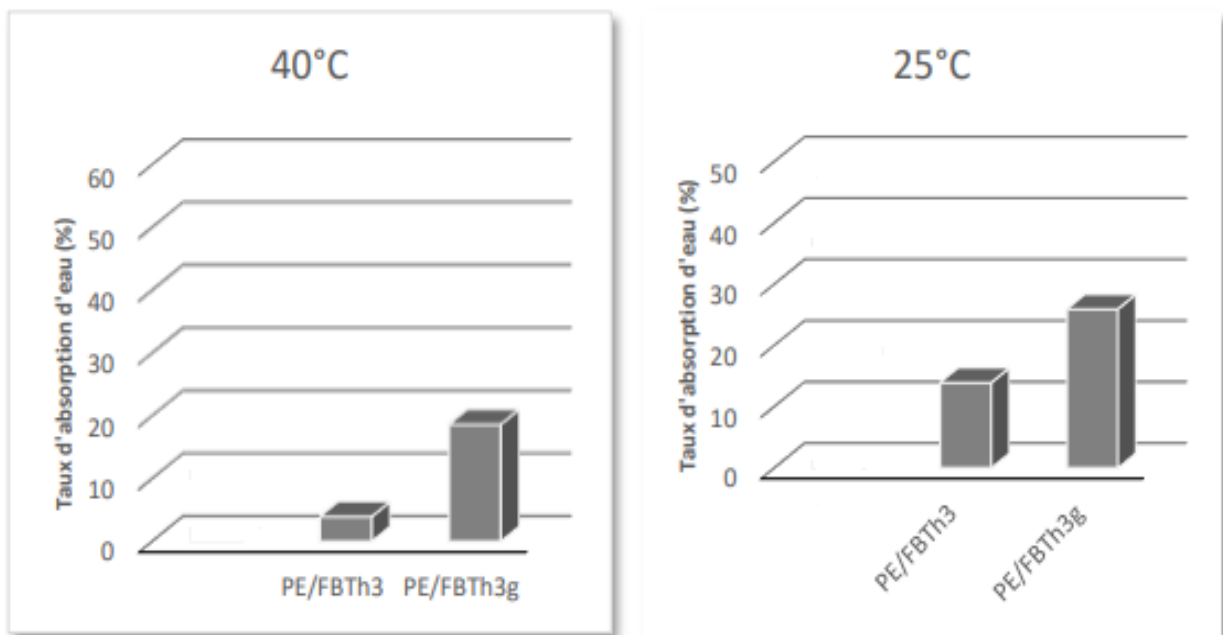


Figure I- 16: Taux de saturation d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée à 180°C avec et sans PPgMA aux température de 25°C et 40°C.

Les composite PEBD/FB traités thermiquement à 180°C immergés dans de l'eau présentent un taux de saturation important à 25°C par rapport a 40°C lorsqu'on utilise un agent de couplage comme montre la figure I- 16, ce phénomène peut être dû à la destruction des pores. [12]

I.4.3.3. Traitement alcalin :

Composites PEBD/FB

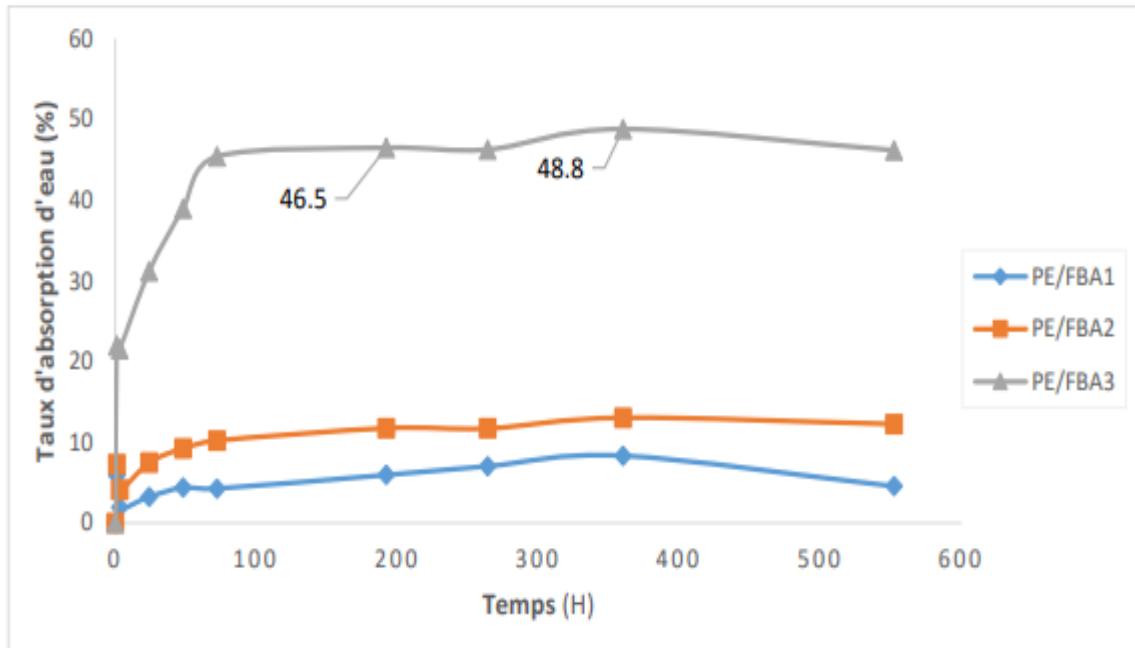


Figure I- 17: Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée par NaOH en fonction du temps à 25°C.

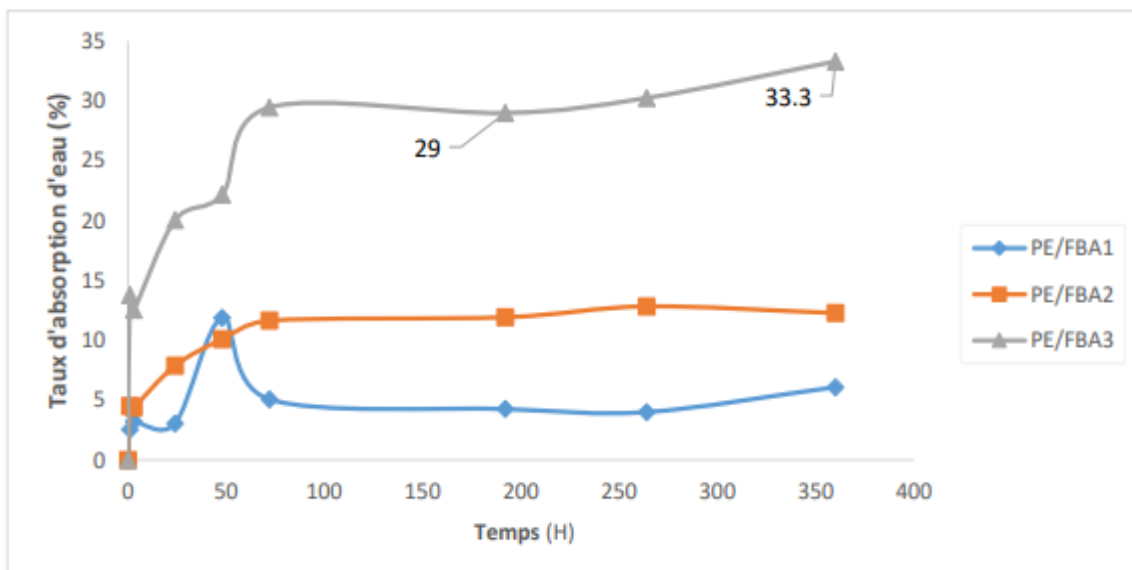


Figure I- 18: Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB traitée par NaOH en fonction du temps à 40°C.

Les figures I- 17 et I- 18 montre les resultats d'absorption de d'eau des composite PEBD/FB traitée par NaOH aux temperatures 25 et 40°C. On voit que les composites PEBD/FB (90% 10%) on un taux d'absorption plus faible par rapport aux autres enchantillons. [12]

I.4.4. Comparaison entre les traitements :

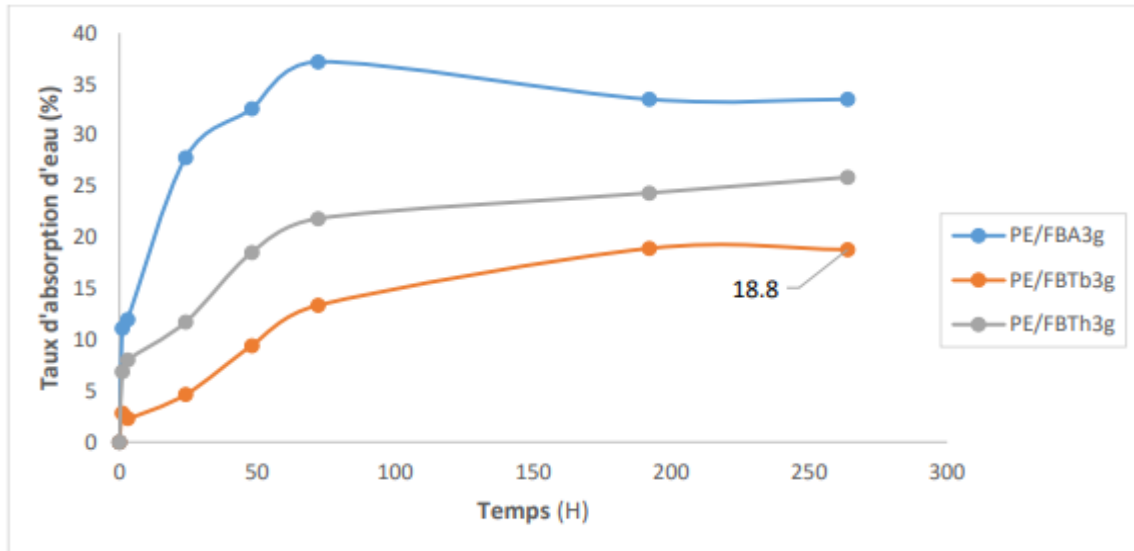


Figure I- 19: Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB (30%) avec les différents traitement en présence du PPGMA en fonction du temps à 25°C.

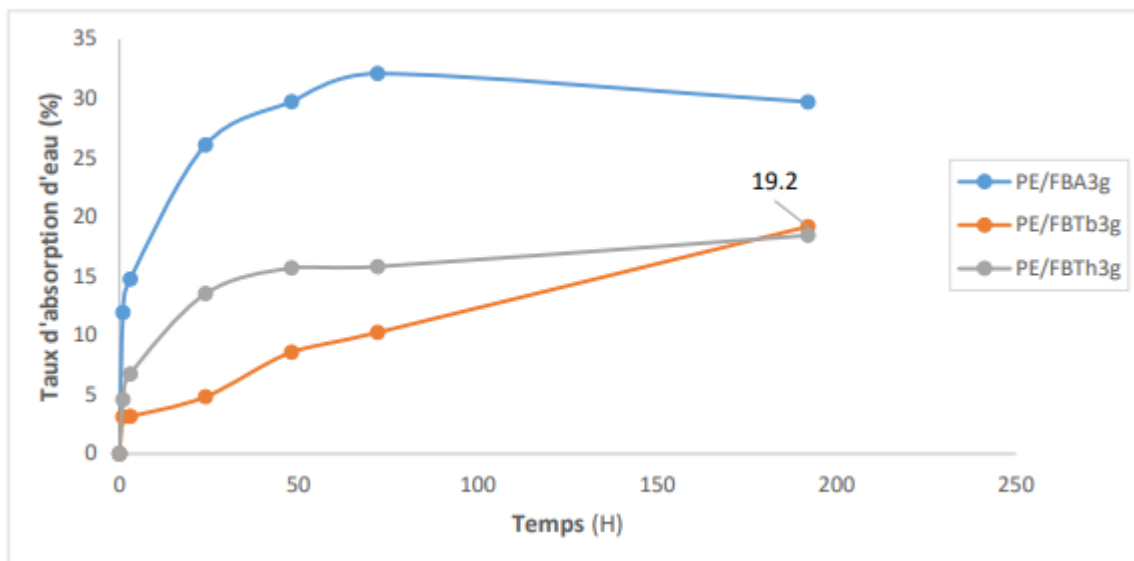


Figure I- 20: Taux d'absorption de l'eau des composites PEBD/FB (30%) avec les différents traitement en présence du PPGMA en fonction du temps à 40°C.

Les composites PEBD/PPgMA/FB traités thermiquement à 150°C et immergés dans l'eau à 25°C Figure I- 20 donnent les meilleurs résultats d'absorption d'eau. On note un taux de l'ordre de 19% au bout de 190h. [12]

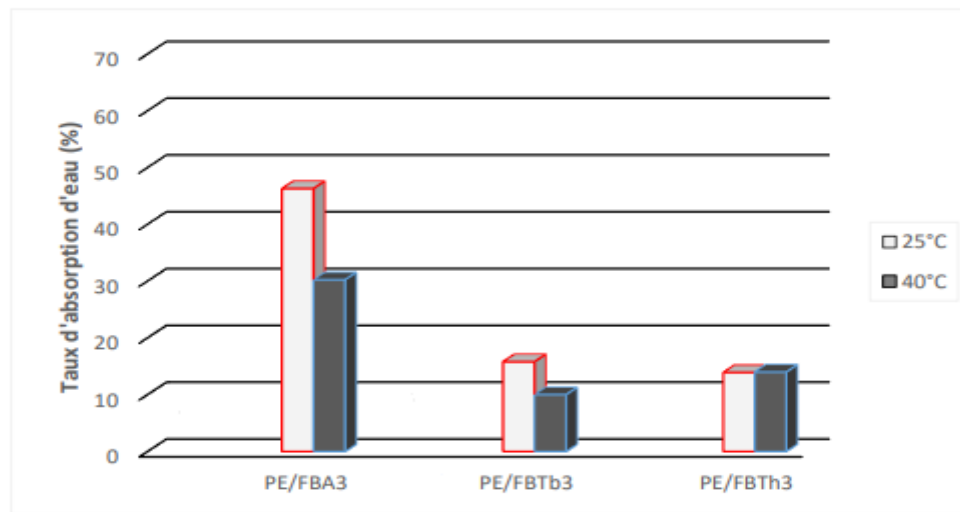


Figure I- 21: L'absorption d'eau à la saturation des composites PEBD/FB (30%) pour les différents traitements aux températures 25°C et 40°C.

L'absorption à la saturation est plus importante à la température 25°C dans le cas des composites PE/FBA3 et PE/FBTb3 et pour les composites PE/FBTh3 on voit que ce taux est égale pour les températures 25°C et 40°C. Le traitement thermique à 150°C est plus efficace que le traitement alcalin dans l'absorption de l'humidité pour des composites PEBD/FB. L'absorption d'eau par les composites polymère- bois traité thermiquement a enregistré des valeurs minimales par rapport au composites polymère-bois traité par NaOH en raison que le traitement thermique conduit à : une amélioration de la stabilité dimensionnelle du bois qui est le résultat de la dégradation des hémicelluloses qui sont les polymères les plus hygroscopiques du bois et de la formation des polymères insolubles dans l'eau, une augmentation de l'expansion relative due à la réduction du volume des pores ce qui réduit la géométrie des particules soit la longueur et l'épaisseur, et augmentation de la cristallinité de la cellulose en raison que la chaleur provoque une dégradation chimique des parois cellulaires du bois, ce qui résulte en un matériel plus stable. [12]

1.5. Conclusion :

Dans ce chapitre nous avons parlé sur les renforts végétaux ainsi que ces composants et leurs structures chimique. On a aussi intégré des résultats obtenus précédemment.

CHAPITRE II :

Les matériaux

composites.

II.1. Introduction :

Les matériaux composites sont connus depuis longtemps, déjà nos ancêtres ont utilisé les composites pour la construction de leurs maisons (les pannes et la boue). Mais avec le développement les constructeurs demandent de plus en plus de matériaux plus résistants et plus légers ce qui nous amène à chercher plus, mais ce qu'est un matériau composite ? et comment le produire ?

Dans ce chapitre nous allons nous consacrer à trouver des réponses à ces questions.

II.2. Généralité sur les matériaux composites :

II.2.1. Définition d'un composite :

Les matériaux composites sont des matériaux solides, constitués d'au moins deux matériaux non miscibles aux caractéristiques complémentaires. Cette association leur confère, un ensemble de propriétés physiques [13].

Un matériau composite est composé d'une phase discontinue est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue. La phase continue est appelée *la matrice*. La phase discontinue est appelée *le renfort*. Entre le renfort et la matrice, existe une zone de liaison appelée *interface*. Un matériau composite est la plupart du temps hétérogène et anisotrope (dont les propriétés mécaniques dépendent de la direction) [14].

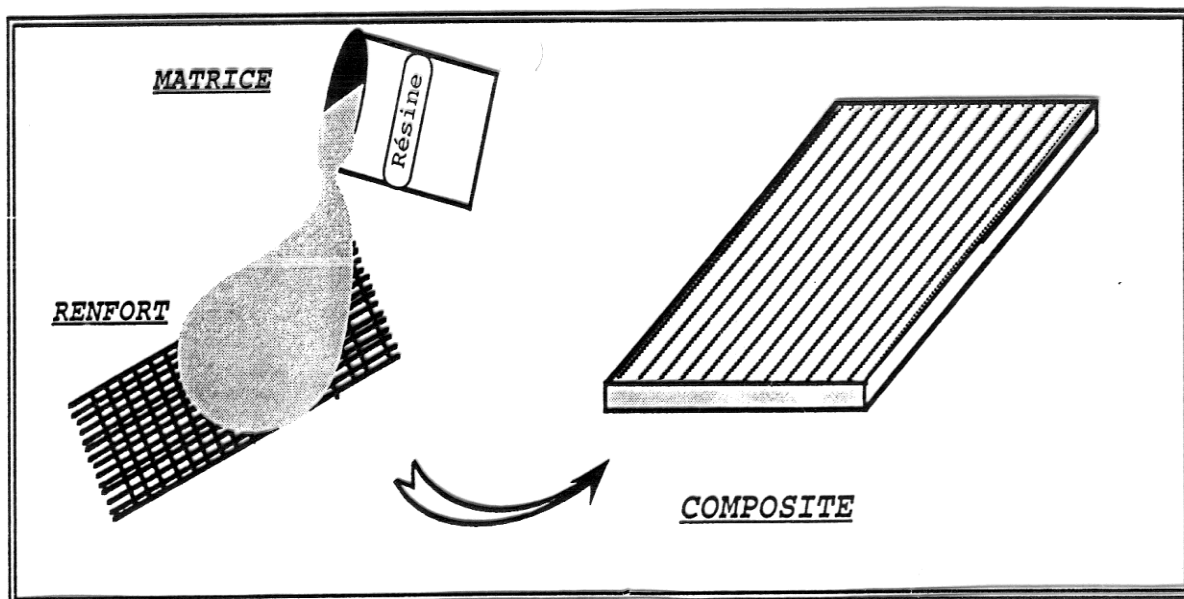


Figure II- 1: La composition d'un matériau composite.

II.3. La matrice :

La matrice est la phase continue dans un matériau composite comme il a été dit déjà, elle doit être légère, déformable et avec une masse volumique faible pour assurer son rôle dans le composite qui consiste à lier renfort entre eux, la répartition de la charge mécanique et les efforts et permet la cohésion des fibres pour une meilleure homogénéisation de l'ensemble et assure leur protection chimique. [15]

Il existe trois grandes familles de matrices qui sont utilisées dans les matériaux composites :

- **Les matrices organiques.**
- **Les matrices céramiques.**
- **Les matrices métalliques.**

Comme le montre la figure suivant :

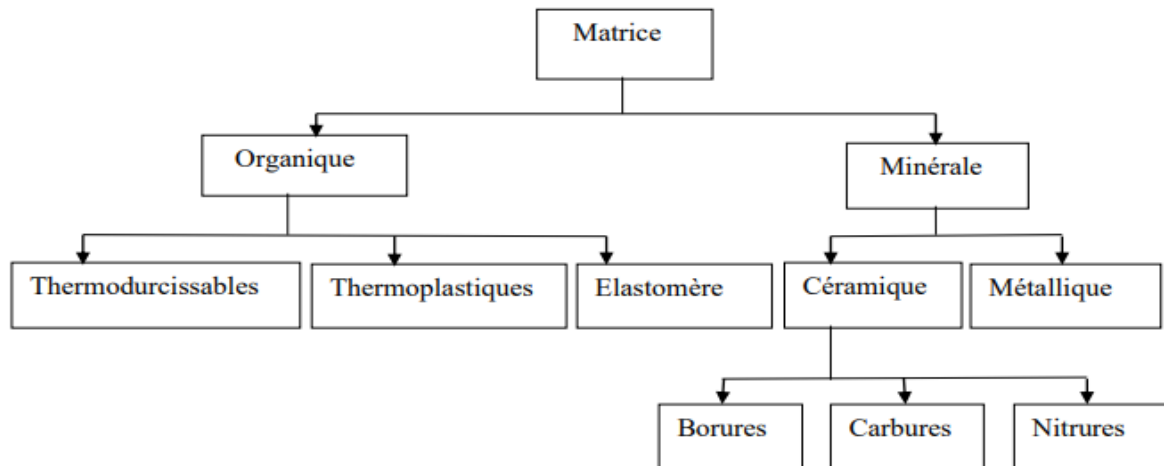


Figure II- 2: Les types de matrices.

Matrices minérales :

Ce sont des matrices formées à base de carbure de silicium et de carbone. Elles permettent d'atteindre de hautes températures et elle est répartie en :

- Matrice métallique
- Matrice céramique

Matrices organiques :

Dans le cas des matériaux composites à matrice organique, on peut citer les trois types de matrice utilisés :

- Les résines thermoplastiques (TP).
- Les résines thermorésistantes (TS).
- Les résines thermodurcissables (TD).

Ils sont obtenus à partir de polymères et leurs propriétés sont les suivantes :

- Faible densité.
- Faible coût.
- Bonnes propriétés mécaniques.
- Bonne résistance à la chaleur.
- Bonne résistance aux solvants et à l'humidité.
- Bonne adhérence aux fibres.
- Bonne résistance au feu et émissions de gaz toxiques.

Résine thermoplastique (TP) :

Une résine thermoplastique est un polymère qui fond lorsqu'il est chauffé, est formable et reprend sa forme solide lorsqu'il est refroidi, formé de chaînes distinctes bien compactées, maintenues ensemble uniquement par des liaisons secondaires (forces de van der Waals, liaisons hydrogène) [16].

Parmi les résines thermoplastiques on trouve le PLA qui est L'acide poly lactique.

II.4. L'acide poly lactique :

Le PLA est le leader du marché des bioplastiques, vu sa disponibilité et son faible coût de production. C'est un thermoplastique dont la rigidité est similaire au polystyrène (PS) ou au poly téréphtalate d'éthylène (PET). Le PLA a une haute résistance à la rupture et un module d'élasticité élevé. Grâce à son caractère biorésorbable et biocompatible dans le corps humain, il est utilisé dans le domaine biomédical comme les fils de suture et les implants, c'était son domaine initial d'utilisation. [17]

II.4.1. Origine :

L'acide poly lactique est un polymère thermoplastique biodégradable obtenu par la polycondensation du l'acide lactique, qui est un dérivant de fermentation des sucres venus des ressources renouvelables tel que le maïs, la canne à sucre ou le tapioca. [4]

II.4.2. Structure chimique :

L'acide poly lactique est généralement de formule $(C_3H_4O_2)_n$ comme représente la figure suivante :

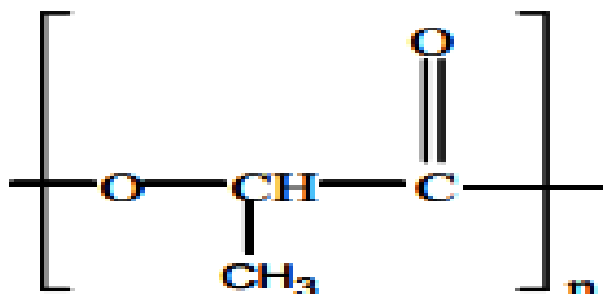


Figure II- 3: Structure de l'acide poly lactique.

II.4.3. La synthèse de l'acide poly lactique PLA :

Généralement, il existe trois méthode pour obtenir l'acide poly lactique à partir d'acide lactique : synthèse par polycondensation, approche de polymérisation azéotropique, polymérisation par ouverture de cycle comme le montre la figure suivante : [4]

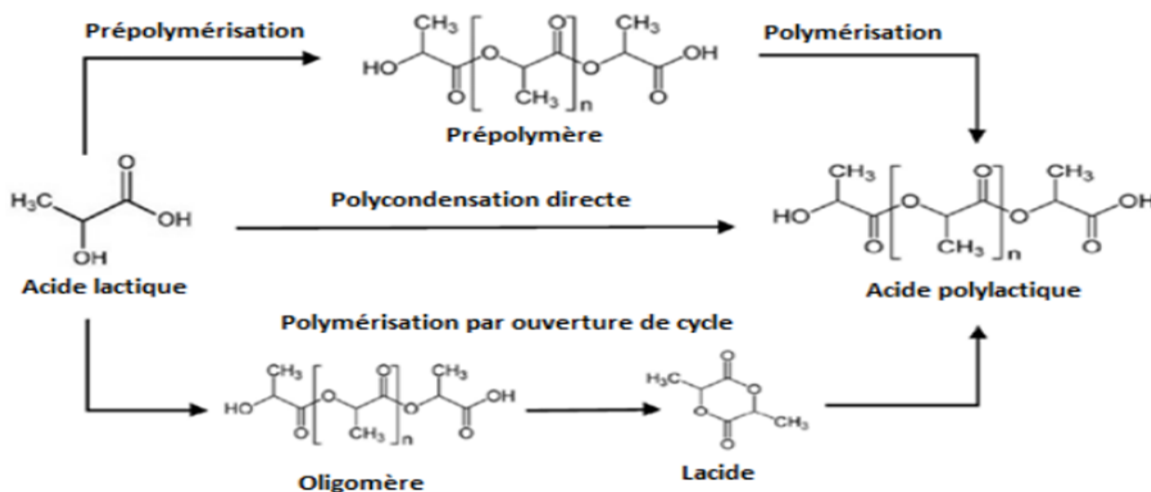


Figure II- 4: Méthodes de synthèse du PLA à partir d'acide lactique.

Synthèse par polycondensation :

La polycondensation est un processus de formation de polymère en liant des monomères entre eux, accompagnée de l'élimination des sous-produits (par exemple, l'eau et les alcools). Dans le cas du PLA, l'acide lactique est polymérisé par polycondensation directe, une réaction

d'estérification entre le groupe hydroxyle d'un monomère et l'acide carboxylique d'un autre produit simultanément un sous-produit, de l'eau. En raison de la difficulté à d'élimination complète de l'eau du mélange réactionnel hautement visqueux, le polymère produit par polycondensation directe, a généralement un faible poids moléculaire ($< 50\ 000\ \text{g/mol}$) et de faible qualité. C'est pourquoi de nombreuses méthodes de polycondensation nouvellement développées ont été proposées [17].

Approche de polymérisation azéotropique :

Mitsui Toatsu chemical's a développé un procédé de production de l'acide polylactique en conduisant une condensation azéotropique qui permet d'obtenir directement un polymère de haute masse molaire sans utiliser d'extenseurs de chaînes. Pour ce faire, l'acide lactique est distillé sous pression réduite pendant deux à trois heures à 130°C afin de retirer la majeure partie de l'eau produite par la réaction de condensation (opération appelée déshydratation de l'acide lactique). Le procédé fournit un acide polylactique ayant d'excellentes propriétés et aptitude au traitement [17].

Polymérisation par ouverture de cycle :

La polymérisation par ouverture du cycle est la méthode la plus utilisée par les grands producteurs de PLA tel Nature Works LLC, Shimadzu et Dupont. Cette méthode a été brevetée par Cargill Dow LLC en 1992 et permet de produire industriellement des PLA de masses moléculaires élevées, à moindre coût. Elle commence par la fermentation du sucre issu des pommes, betteraves ou du maïs en acide lactique, ce dernier pouvant se présenter sous deux formes isomériques : L-acide lactique ou D-acide lactique comme nous note la figure II- 5.

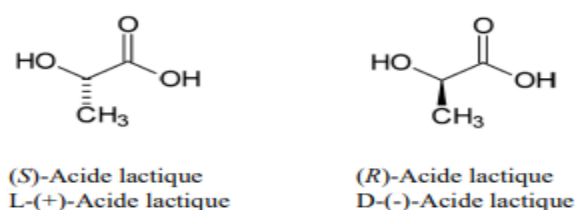


Figure II- 5: Formes énantiomériques de l'acide lactique : (S)- et (R)- acide 2-hydroxypropanoïque.

Rappelons que la synthèse chimique de l'acide lactique donne un mélange racémique (50% D et 50% L) tandis que la fermentation plus spécifique donne majoritairement du L-acide lactique à 99,5% et seulement 0,5% de l'isomère D-acide lactique.

L'acide lactique obtenu est, par la suite, pré-polymérisé pour donner un intermédiaire (un acide polylactique ou oligomère) de faible masse moléculaire, qui est transformé sous faible pression et en présence d'un catalyseur pour donner un mélange de lactide par dépolymérisation (Figure II- 6).

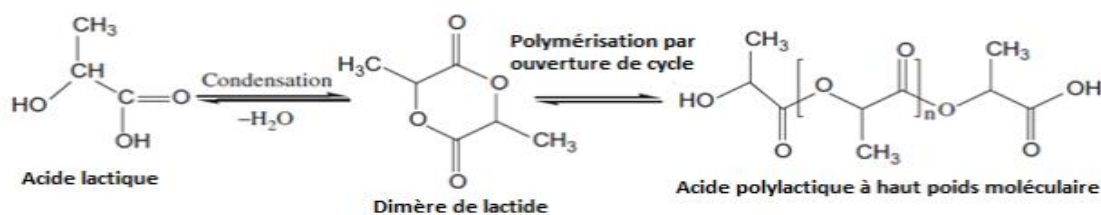


Figure II- 6: Réaction de polymérisation par ouverture de cycle de l'acide lactique.

Le lactide est un dimère chiral qui possède deux carbones asymétriques, il est possible d'obtenir trois types de lactides : L, L-lactide, D, D-lactide et méso-lactide (ou LD-lactide) (Figure II- 7).

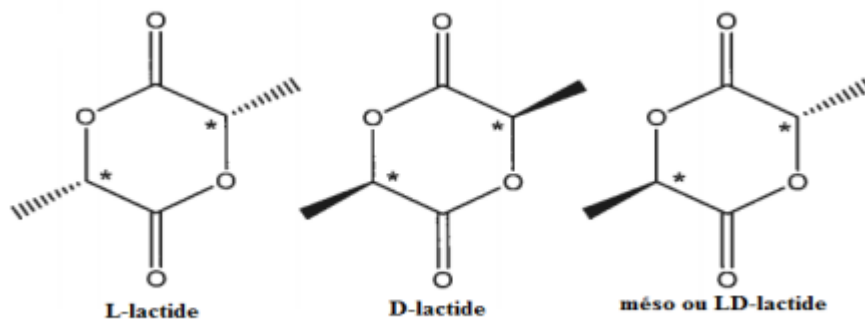


Figure II- 7: Les trois formes isomériques semi-développées du lactide.

Le PLA final sera obtenu par ouverture du cycle du lactide via une distillation sous pression et sans solvant. On peut ainsi par cette méthode produire des polymères de masses moléculaires élevées et de très grande pureté [17].

La polymérisation directe et la polymérisation par ouverture de cycle sont les méthodes les plus couramment utilisées.

La nature chirale de l'acide lactique conduit à des formes distinctes de poly(lactide) : (poly(L-lactide) (PLLA), poly(D-lactide) (PDLA) et poly(DL-lactide) (PDLLA)) qui sont synthétisés à partir des monomères d'acides L-, D- et DL-lactique, respectivement, ou à partir des L, L-lactide, D, D-lactide et DL-lactide correspondants, respectivement. Les stéréo-isomères d'acide lactique L- et D- sont produits naturellement ; cependant, la plupart de l'acide lactique dans la nature est de type L- ou parfois racémique.

II.4.4. Propriétés du PLA :

Propriétés physiques et mécaniques du PLA :

Les propriétés du PLA sont fortement dépendantes de la masse moléculaire, la stéréochimie, et de la teneur en isomères D- et L- de l'acide lactique. [4] Généralement, le PLA a un comportement fragile à la température ambiante. Il se caractérise par un module d'élasticité de 3-4 GPa et une résistance à la traction de 50-70 MPa, un allongement à la rupture de 2-10%, une résistance à la flexion d'environ 100 MPa et un module de flexion de 4-5 GPa. [17] Son module d'élasticité est relativement élevé par rapport aux autres thermoplastiques tels que le polypropylène (PP), le polystyrène (PS) et le polyéthylène téréphtalate (PET). [4]

Le PLA est insoluble dans l'eau, l'alcool (éthanol, méthanol), l'éther isopropylique et les hydrocarbures non substitués. [4]

Propriétés optiques :

La structure chimique d'un polymère est l'un des principaux facteurs affectant son indice de réfraction. La mesure de l'indice de réfraction du PLA, dans la gamme de longueurs d'onde allant de 190-800 nm, a été effectuée à 25°C au moyen de solutions à 1 g/l de PLLA et de PDLA dans le chloroforme. Aucune transmission de rayonnement ultraviolet (UV) n'a été détectée pour le PLA dans la gamme (190-220 nm (UV-C)). Alors qu'à partir de 225 nm, la quantité de lumière UV transmise augmente significativement, particulièrement à 300 nm où elle est évaluée à presque 95%. [4]

Résine résistante à la chaleur (TS) :

Le polymère a des propriétés mécaniques stables à hautes pressions et températures supérieures à 200°C en application continue. Ils sont spécialement développés dans le domaine de l'aviation et de l'aérospatiale.

Résines thermodurcissables (TD) :

De par leurs propriétés mécaniques et leur stabilité après transformation, les thermodurcissables sont de loin les plus utilisés dans l'industrie des composites à matrice organique. Ils subissent une transformation irréversible lors de la polymérisation à température élevée et durcissent à température élevée, formant un réseau tridimensionnel de monomères liés par des liaisons covalentes. Après traitement thermique, la résine se transforme en un produit essentiellement infusible et insoluble qui ne peut être formé qu'une seule fois et est généralement associé à des fibres longues ou continues. De plus, ces résines sont surtout utilisées avec des renforts en raison de leur fragilité [18,19].

Les principales résines thermodurcissables sont : la résine époxy, la résine polyester insaturé, la résine de condensation.

II.5. Le renfort :

Un renfort comme son nom l'indique est utilisé pour améliorer les propriétés mécaniques (rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc.) et les propriétés physiques (comportement thermique, tenue en température, tenue au feu, résistance à l'abrasion, propriétés électriques...etc.) du matériau.

On le trouve sous de nombreuses formes :

➤ **Fibres courtes ou particules :**

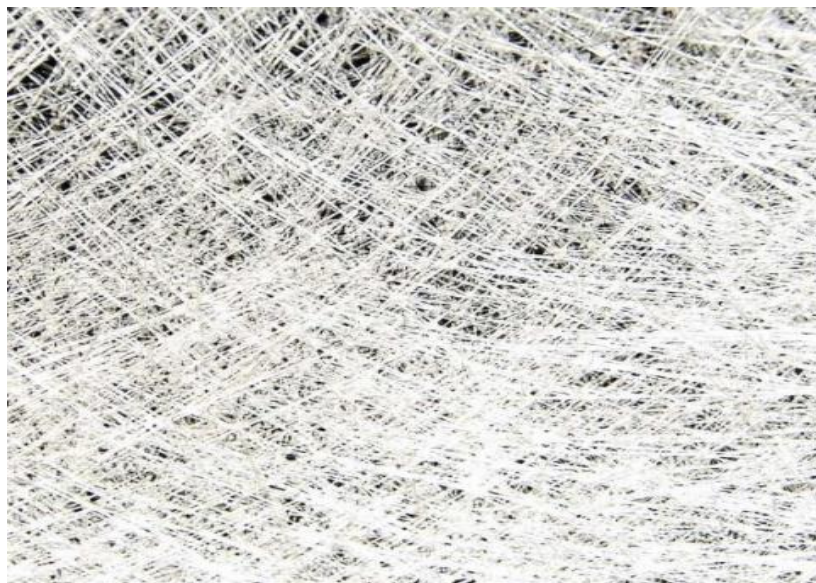


Figure II- 8: Fibre mat.

- **Fibres continues (unidirectionnel, tissus ou textures multidirectionnelles).**

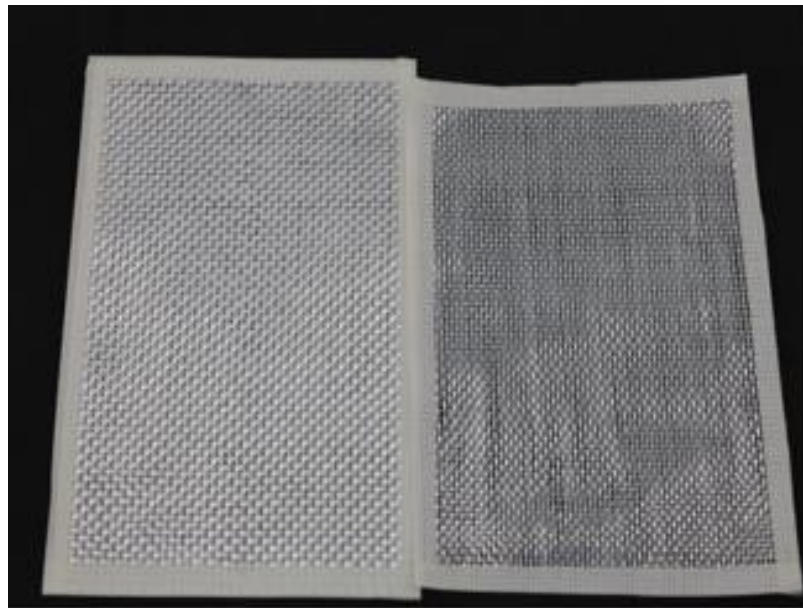


Figure II- 9: Fibres continues tissus.

Les types de renforts :

Il existe plusieurs types de renforts sont comme indique sur la figure suivante :

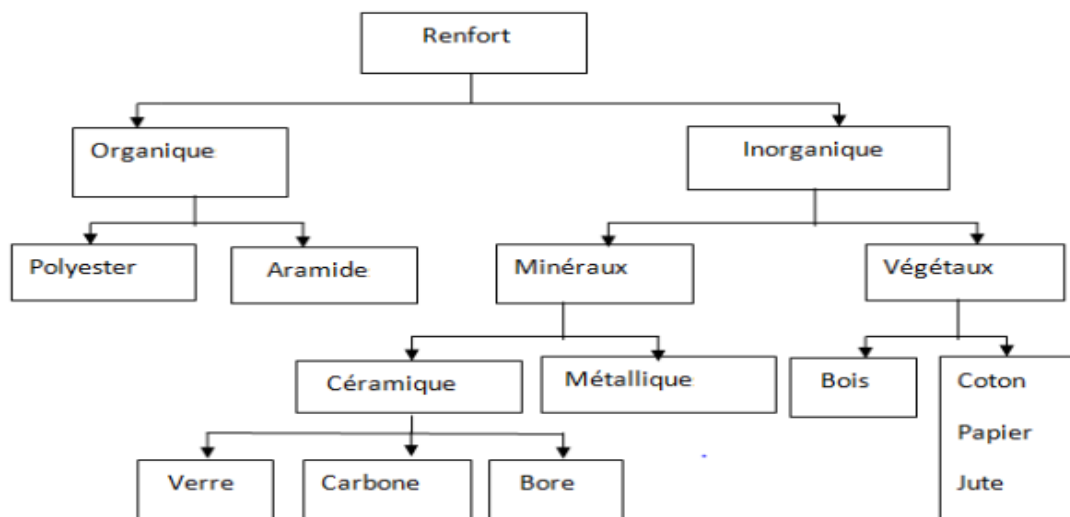


Figure II- 10: Les types de renfort.

On peut les classer dans deux grande famille qui sont :

- Les renforts organiques qui sont des renforts à base de polyester ou d aramide
- Les renforts inorganiques qui sont soit minérale (céramique, métallique) soit végétal

II.6. Fibre de bois :

La fibre de bois est le matériau qui constitue la majeure partie du tronc, des branches et des racines et comprend : la cellulose (40-50 %), l'hémicellulose (environ 20 %), la lignine (15-35 %) et généralement dans une moindre mesure d'extrait (gommes, résines, protéines, etc.). La structure du bois repose sur sa structure cellulaire tout en assurant son support ainsi que les fonctions physiologiques de la plante. La qualité du bois est liée à sa macro- et micro-structure, mais aussi à sa structure de paroi cellulaire déterminée par sa composition chimique [13-14].

Le bois est constitué de couches de cellules dont la forme, la taille et la fonction varient. La paroi cellulaire peut également se décomposer en différentes couches, chacune ayant des propriétés très différentes selon la teneur et l'organisation des trois principaux polymères du bois: la cellulose, l'hémicellulose et la lignine.

Le bois possède des propriétés hygroscopiques qui lui permettent de s'adapter à l'environnement en régulant sa température, sa pression et son humidité. En tant que matériau anisotrope, fibreux et poreux, sa porosité est un avantage structurel qui contribue à sa faible densité et à sa réponse optimale lors de l'usinage [20-21].

II.7. Les matériaux bio-composites :

Les biocomposites sont des matériaux composites à base de renforts et de résines d'origine animale ou végétale. L'un des principaux composants du matériau composite est une ressource renouvelable suffisante pour faire du matériau un bio-composite.

Ces matériaux gagnent une part croissante sur le marché des composites car non seulement les prix du pétrole augmentent et plusieurs réglementations ont été mises en place pour le recyclage des composites synthétiques, mais aussi les propriétés mécaniques spécifiques de ces biocomposites revêtent une grande importance [22]. Il existe deux types de bio-composites qui sont :

II.7.1. Les bio-composites totalement biodégradable :

Les matériaux bio composite entièrement biodégradable sont des composites avec matrice et renfort tous les deux biodégradable comme exemple en utilisant des fibres de cellulose ou de l'amidon comme renfort et des matrices polymères biodégradables telles que l'acide polylactique (PLA) ou le polyhydroxybutyrate (PHB). Ces composites possèdent l'avantage d'être respectueux de l'environnement, durables et totalement biodégradables. [5]

II.7.2. Les bio-composite partiellement bio dégradable :

Sont composer de matrice ou renfort bio dégradable ils sont recyclables comme polyéthylène (PEHD, PEBD) fibre de cellulose ou l'acide poly lactique et fibre de verre. Ils ont de bonne propriétés mécaniques et ils sont respectueux envers la nature.

II.8. Les matériaux composites à renfort de fibres de cellulose :

Au cours du XXe siècle, les polymères synthétiques à base de matières premières issues du pétrole ont relégué les polymères naturels à un rôle secondaire. Cependant, ces dernières décennies, l'attention envers l'utilisation des polymères naturels, tels que les fibres de cellulose, a de nouveau augmenté pour plusieurs raisons, notamment la volonté de réduire l'impact environnemental, la diminution de la disponibilité des sources de pétrole et l'amélioration des bases de données sur les propriétés et les morphologies des matériaux naturels.

Les matériaux composites à base de fibres naturelles, tels que les fibres de cellulose, suscitent un intérêt croissant d'un point de vue scientifique, écologique et sociétal. En effet, l'utilisation de matières premières renouvelables issues de productions agricoles offre un potentiel de développement économique non alimentaire pour les pays en développement.

Les fibres de cellulose présentent plusieurs avantages uniques, tels que leur abondance, leur non-toxicité, leur non-irritabilité, leur caractère non-corrosif pour les équipements, ainsi que leur caractère renouvelable. Les composites renforcés par des fibres de cellulose ont attiré beaucoup d'attention en raison de leur potentiel à servir d'alternative aux renforts synthétiques. En comparaison avec les fibres synthétiques, les fibres de cellulose ont un coût plus bas et une consommation d'énergie de production plus faible. De plus, leur faible poids et leur volume important offrent un rapport résistance/poids très intéressant. Par exemple, dans l'industrie automobile, l'utilisation de matériaux composites à base de fibres de cellulose permet de réduire la consommation d'énergie non renouvelable, les émissions polluantes et la consommation de carburant des véhicules. [5]

II.9. Propriétés des composites à renfort de fibres de cellulose :

Les composites qui contiennent des fibres de cellulose sont soumis à divers paramètres qui influencent leurs propriétés, tels que le rapport d'aspect des fibres, leur fraction volumique, leur orientation, leur dispersion, ainsi que l'adhérence entre les fibres et la matrice. Ces facteurs ont une influence directe sur les performances des composites et leur compréhension est essentielle

pour optimiser leurs effets. Il est possible d'améliorer les performances en manipulant chaque paramètre, par exemple en contrôlant la dispersion des fibres dans la matrice, en modifiant leur orientation, en choisissant les fibres adaptées et en optimisant l'adhérence entre les fibres et la matrice. Les traitements de surface des fibres peuvent également être utilisés pour améliorer les propriétés des composites. En fin, les paramètres qui régissent les propriétés des composites de fibres de cellulose sont complexes, mais leur compréhension est essentielle pour leur optimisation et leur utilisation dans différentes applications. [5]

II.9.1. Rapport d'aspect des fibres :

Le rapport d'aspect est un paramètre important pour les propriétés des composites à renfort de fibres de cellulose il représente le rapport entre la longueur et le diamètre des fibres. [5]

Dans une étude réalisée par D. González et al [20], un composite composé d'une matrice de PLA (acide poly lactique) renforcée par des fibres de bambou a été examiné pour étudier l'influence de la taille des fibres non seulement sur les propriétés mécaniques, mais aussi sur l'absorption d'eau. Trois tailles de fibres ont été utilisées : farine ($<150\mu\text{m}$), fibres courtes (entre 150 et $500\mu\text{m}$) et fibres longues (entre 150 et $1000\mu\text{m}$).

Les résultats ont montré qu'aucune variation significative du module n'a été observée, mais la contrainte et la déformation à rupture ont augmenté uniquement lorsque l'on est passé de la farine aux fibres courtes, tandis que la résistance à l'impact a augmenté à chaque augmentation de la longueur des fibres. En ce qui concerne l'absorption d'eau, une augmentation de la longueur des fibres a conduit à une reprise d'eau plus élevée, indiquant que des fibres plus longues facilitent la pénétration de l'eau dans le composite.

II.9.2. Fraction volumique des fibres :

La fraction volumique de fibres est un autre paramètre important à considérer. Généralement, plus la teneur en fibres du composite est élevée, meilleures sont les propriétés mécaniques. Cependant, la longueur des fibres utilisées doit être prise en compte. Le maintien d'une fraction volumique élevée avec de petites fibres entraîne une augmentation du nombre d'extrémités, mais ces extrémités agissent comme des initiateurs de fissures. A l'inverse, il faut éviter les fibres trop longues ($>9-10\text{mm}$) sous peine de se replier et de s'enrouler sur elles-mêmes lors du malaxage.

Dans tous les cas, une fraction volumique trop importante réduit les propriétés mécaniques du composite. Au-dessus d'une certaine valeur, les fibres ont tendance à s'agglomérer, ce qui

entraîne une mauvaise dispersion. Le choix de la recette est également important, surtout s'il est riche en fibres. Les forces de cisaillement générées lors du mélange doivent être suffisamment élevées et reproductibles pour obtenir un mélange optimal des différents ingrédients. [5]

II.9.3. Orientation des fibres :

L'orientation des fibres a un effet significatif sur les propriétés mécaniques des composites. En fait, il a été rapporté que le module de Young, le coefficient de Poisson et la résistance à la traction du matériau diminuent en fonction du degré d'orientation des fibres [24]. Les fibres de cellulose ont une résistance longitudinale importante. Ceci est beaucoup plus faible dans d'autres directions, de sorte que les fibres doivent être alignées aussi longitudinalement que possible lors de la formulation du composite.

II.9.4. Dispersion des fibres :

La dispersion des fibres de cellulose dans la matrice polymère est un facteur clé à considérer. En raison de leur nature polaire, les fibres ont tendance à s'agglomérer lorsqu'elles sont mélangées à des matrices non polaires. Cela conduit à des composites non homogènes avec des régions riches en fibres de cellulose et d'autres riches en matrice, ce qui affectera les performances du composite. Par conséquent, les fibres de cellulose doivent avoir une bonne dispersion, elles doivent être bien séparées les unes des autres et chaque fibre doit être recouverte d'une matrice. Les interactions fibre/fibre, telles que la liaison hydrogène, ainsi que la longueur des fibres, affecteront directement la dispersion des fibres.

En effet, plus la longueur des fibres sont importantes, plus l'interaction fibre/fibre est forte, plus il y a d'enchevêtrements et d'agglutination entre elles. Le choix de la voie de formulation est important pour limiter de tels phénomènes. Plus la force de cisaillement et le temps de mélange sont élevés, meilleure est la dispersion. Traditionnellement, l'utilisation d'une extrudeuse à double vis donne les meilleurs résultats. L'utilisation de traitements physico-chimiques ou de modification chimique des fibres de cellulose est également une méthode efficace couramment utilisée dans la littérature. [5]

II.9.5. Adhésion fibre/matrice :

Les propriétés mécaniques des composites renforcés de fibres cellulosiques sont étroitement dépendantes de l'adhérence à l'interface fibre/matrice [26,27]. La gestion des flux de contraintes au sein des composites est améliorée lorsque l'interface fibre/matrice est bonne. Les

fibres de cellulose sont riches en groupes hydroxyles, elles ont donc une forte polarité et une hydrophilie remarquable. Alors que les matrices thermoplastiques, telles que les types de polyéthylène, sont hydrophobes et non polaires. Cela conduit à des problèmes de compatibilité et à des zones interraciales faibles entre les deux phases. Pour améliorer l'interface fibre/matrice, des traitements visant à réduire l'énergie de surface des fibres sont souvent utilisés. Il est également possible d'ajouter des agents aux propriétés intermédiaires aux deux composants.

II.9.6. Nature des fibres :

Tous les paramètres mentionnés ci-dessus (rapport d'aspect, orientation, dispersion et adhérence des fibres) sont fortement influencés par le type de fibre utilisé. En effet, les propriétés intrinsèques des fibres de cellulose, telles que leurs propriétés mécaniques, leur composition, leur teneur en eau ou encore leurs dimensions, vont jouer un rôle déterminant dans les performances des composites [27]. Ainsi, selon la nature des fibres utilisées, différentes propriétés physico-mécaniques peuvent être obtenues (tableau II- 1).

Tableau II- 1: Propriétés physico-mécaniques de plusieurs fibres naturelles.

Fibre	Résistance à la traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Elongation à la rupture (%)	Densité (g/cm ³)
Abaca	400	12	3-10	1,5
Bagasse	290	17	-	1,25
Bambou	140-230	11-17	-	0,6-1,1
Lin	345-1035	27,6	2,7-3,2	1,5
Chanvre	690	70	1,6	1,48
Jute	393-773	26,5	1,5-1,8	1,3
Kénaif	930	53	1,6	-
Sisal	511-635	9,4-22	2,0-2,5	1,5
Ramie	560	24,5	2,5	1,5
Palme	248	3,2	25	0,7-1,55
Ananas	400-627	1,44	14,5	0,8-1,6
Coco	175	4-6	30	1,2
Curaua	500-1150	11,8	3,7-4,3	1,4

De manière générale, les fibres de cellulose utilisées comme renforts composites présentent des propriétés mécaniques nettement améliorées par rapport aux matrices pures, justifiant leur utilisation croissante. La rigidité des fibres permet d'augmenter le module d'Young ainsi que la résistance à la traction du composite.

Ces dernières années, de nombreux projets de recherche portant sur les nanoparticules de cellulose ont démontré que leurs propriétés mécaniques sont supérieures à celles des fibres brutes

de cellulose. NFC et MFC ont un potentiel d'amélioration important pour produire des nano-composites très durables.

II.10. Les nano-composites :

Actuellement, le développement des composites MFC a été largement étudié [22]. Les MFC se distinguent des fibres de cellulose conventionnelles par leur très grande surface spécifique, leur rapport d'aspect très élevé et leurs excellentes propriétés mécaniques, qui leur permettent de renforcer significativement différentes matrices polymères. De plus, en raison de leur taille nanométrique, elles sont plus faciles à disperser que les fibres grossières, ce qui donne un composite plus homogène.

Les matériaux composites sont parrainés par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (IUPAC) en tant que matériau multi-composants contenant plusieurs domaines de phase distinct (non gazeux) dans lequel au moins un type de domaine de phase est la phase continue, si au moins une phase en contient au moins une, c'est un nano-composite taille nanométrique.

Nano-composites sont définis comme des dispersions de matériaux nano-renforcés dans une matrice. Les matériaux de renfort sont considérés comme des nanoparticules lorsque l'une des dimensions est inférieure à 100 nm. Le développement des nano-composites a permis de cibler le marché des nanotechnologies, élargissant ainsi les champs d'application des matériaux composites. Ces dernières années, l'utilisation de la cellulose à l'échelle nanométrique comme renfort polymère a suscité l'intérêt [30].

Lorsque le matériau de renforcement est de la nano-cellulose, Les nano-composites qui en résultent sont appelés nano-composites de cellulose ou De manière générale, les principes de base pour l'étude des nano-composites à base de polymères sont Amélioration significative par rapport aux propriétés clés des polymères offertes par la présence de nano-charges. Ils sont généralement mécaniques, thermiques, Propriétés électriques, optiques, ignifuges et biodégradables. Les fibres de cellulose contiennent une grande quantité de Groupes hydroxyle de la cellulose (3 par unité d'anhydroglucose, UAG). Donc, lorsqu'il est utilisé comme fibres de renfort dans une matrice polymère, aucune tige, la durée de vie et les propriétés mécaniques du composite résultant sont limitées par L'adhérence du substrat fibreux est mauvaise. Comme ils ont la même composition chimique, Pratiquement la même technologie de modification de surface utilisée sur la fibre de verre La cellulose naturelle convient également à la nano-cellulose.

II.11. Procédés de mise en forme des matériaux composites :

Pour façonner les composites, différentes méthodes de formulation peuvent être utilisées. Ces opérations vont permettre l'assemblage des différentes étapes afin d'obtenir un matériau le plus homogène possible. Lors du développement des composites à base de fibres de cellulose, la faible dispersion des fibres dans la matrice n'a pas permis d'obtenir des matériaux complètement homogènes [31]. Par conséquent, le choix de la voie de formulation et des conditions opératoires affectera directement les propriétés mécaniques des composites produits.

II.11.1. Extrusion et moulage par injection :

L'extrusion et le moulage par injection sont les principales techniques utilisées dans la plasturgie. L'extrusion est définie comme la transformation d'une matière thermoplastique (poudre ou granulés) en un produit continu avec un profil donné en le forçant à travers une filière où ladite matière a été préalablement ramollie par la chaleur [32]. Les différents ingrédients sont introduits à une extrémité de l'extrudeuse, puis ils sont mélangés par des outils progressivement chauffés et extrudés par une ou plusieurs vis rotatives. A l'autre extrémité émerge un profilé déformable à chaud qui doit être maintenu et refroidi lors de sa mise en forme définitive. La réalisation de composites renforcés de fibres cellulosiques par extrusion permet d'optimiser le brassage du renfort au sein de la matrice tout en orientant les fibres principalement dans le sens de la longueur. Le moulage par injection permet d'obtenir directement le matériau dans la forme souhaitée. Cet ensemble peut être raccordé à la sortie de l'extrudeuse pour injecter l'extrudât chaud directement dans la filière chauffée sans refroidissement (Figure II-11).

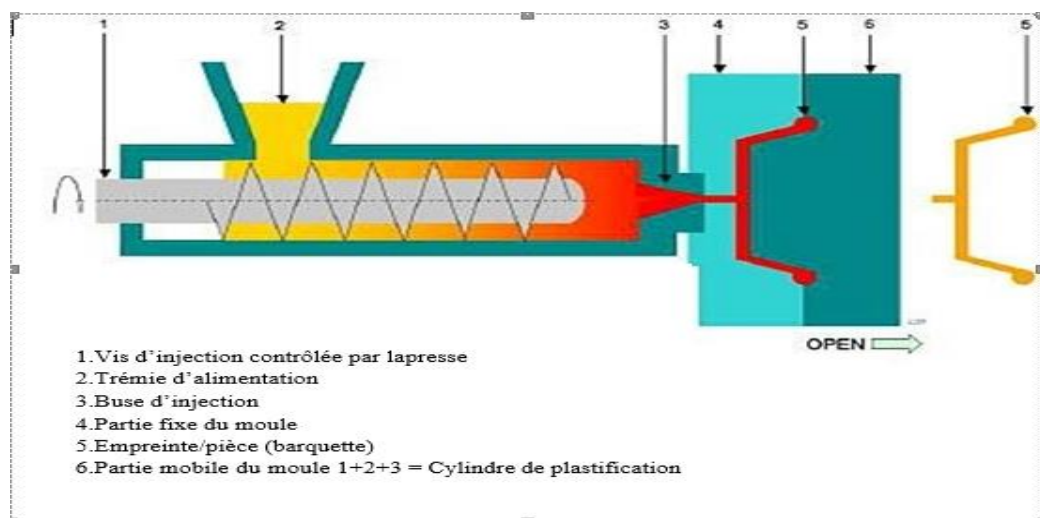


Figure II- 11: Schéma du procédé de moulage par injection.

II.11.2. Moulage par compression :

Le moulage par compression (figure II- 12) permet d'obtenir des pièces par déformation et répartition de matière entre deux moules. Du fait de sa grande reproductibilité et du court temps nécessaire à sa mise en œuvre, cette méthode est largement utilisée à l'échelle industrielle. Une étape de mélange peut être effectuée au préalable pour optimiser l'homogénéité du composite. Pour cela, des extrudeuses ou des mélangeurs à chaud sont utilisés.

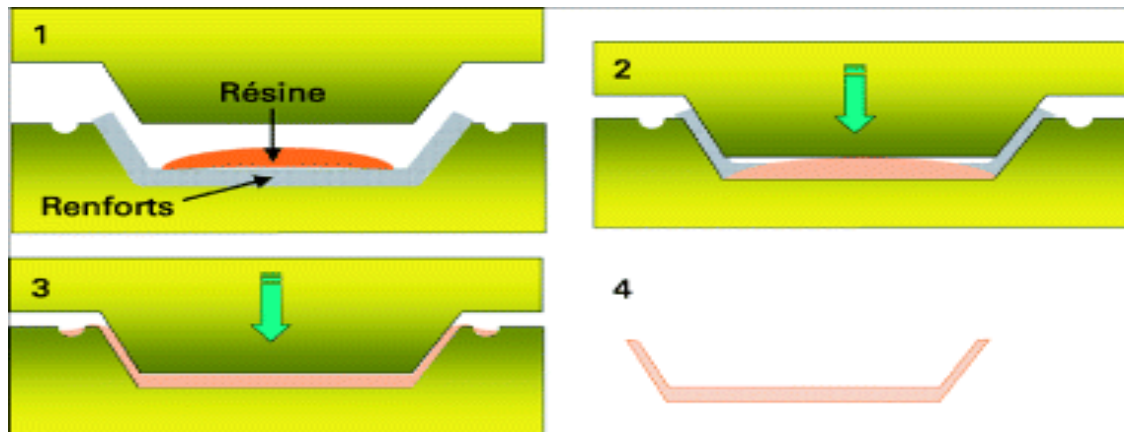


Figure II- 12: Schéma du procédé de moulage par compression.

II.11.3. Injection basse pression (RTM – moulage par transfert de résine) :

L'injection basse pression RTM est un procédé de fabrication de moules thermodurcissables en moule fermé. Elle consiste à injecter à froid et à basse pression de la résine polyester ou vinylester dans un moule chaud fermé, où l'armature est préalablement durcie et légèrement comprimée (Figure II- 13). Sous pression d'injection, la résine pénètre dans le renfort et imprègne toute la pièce. Le faible coût du dispositif et la large gamme de composants usinables rendent cette méthode attractive au niveau industriel [33].

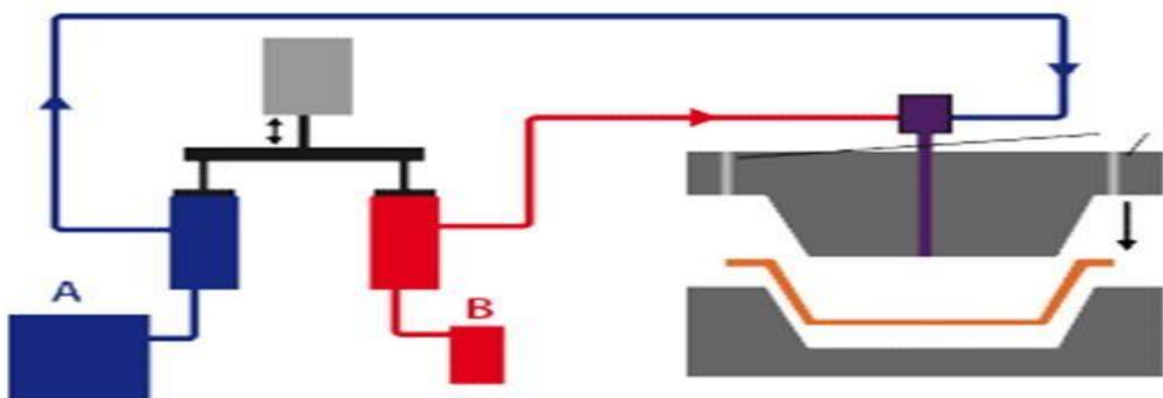


Figure II- 13: Schéma du procédé d'injection basse pression RTM.

II.11.4. Pultrusion :

La pultrusion est un procédé mécanisé qui permet la fabrication en continu de pièces de formes plus ou moins complexes. Dans le procédé de pultrusion (Figure II- 14), le renfort est tiré par une table de tirage pour imprégner en continu la résine dans un bain puis mis en forme par chauffage de la filière. Au bout de la chaîne, le matériau de moulage est coupé à la longueur requise.

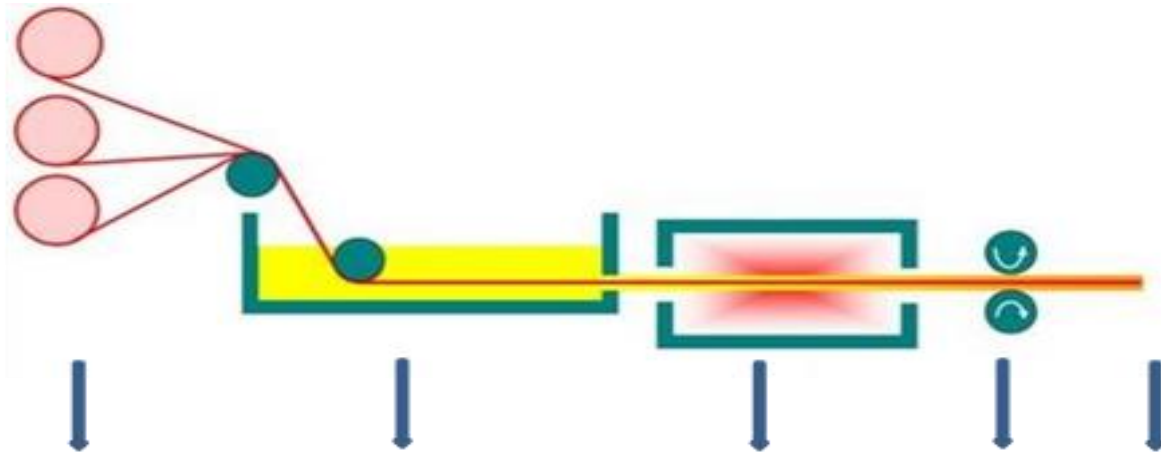


Figure II- 14: Schéma du procédé de pultrusion.

II.12. Conclusion :

Dans ce deuxième chapitre nous avons parlé sur matériaux composites, le renfort et la matrice puis nous avons vu les différents procédés d'élaboration des composites.

CHAPITRE III :

Techniques

expérimentales.

III.1. Introduction :

Dans ce troisième chapitre nous allons présenter la partie expérimentale du travail, les matériaux utilisés pour la réalisation des éprouvettes (farine de bois et l'acide poly lactique), les traitements et analyses effectués pour ces derniers (traitement thermique, analyse infrarouge), les techniques de réalisation d'éprouvettes (extrusion et injection), ainsi que les tests de traction effectués sur les éprouvettes réalisées

III.2. Matériaux utilisés :

Nous avons utilisé la farine de bois et l'acide poly lactique

III.2.1. Acide poly lactique PLA :

L'acide poly lactique est un polymère thermoplastique biodégradable obtenu par la polycondensation de l'acide lactique, qui est un dérivé de fermentation des sucres venus des ressources renouvelables tel que le maïs, la canne à sucre ou le tapioca. [15]



Figure III- 1: PLA en filament.



Figure III- 2: PLA en granulat.

III.2.2. Farine de bois :

La farine de bois a été récupérée chez une menuiserie dans la localité de Béni Zmenzer.

III.2.2.1. Méthode d'obtention de la farine de bois :

Notre farine est obtenue par le ponçage des planches destinées à la fabrication des meubles (chaises, tables, chambres à coucher.....) comme nous montre les photos suivantes



Figure III- 3: Opération de ponçage.



Figure III- 4: Planches en ponçage.



Figure III- 5: Ponçeuse à bois.

Puis on a procédé au tamisage afin d'éviter la présence des impuretés dans cette farine.



Figure III- 6: Farine de bois.

III.3. Procédures expérimentales :

III.3.1. Traitement de la farine de bois :

Nous avons effectué deux différents traitements qui sont :

-Traitement par Ultra-violet.

-Traitement thermique.

III.3.1.1. Traitement par Ultra-violet :

La farine de bois a été traitée par les ultra-violet dans une enceinte spéciale pendant quatre temps de maintiens différents 12 minutes, 30 minutes, 60 minutes et 120 minutes.

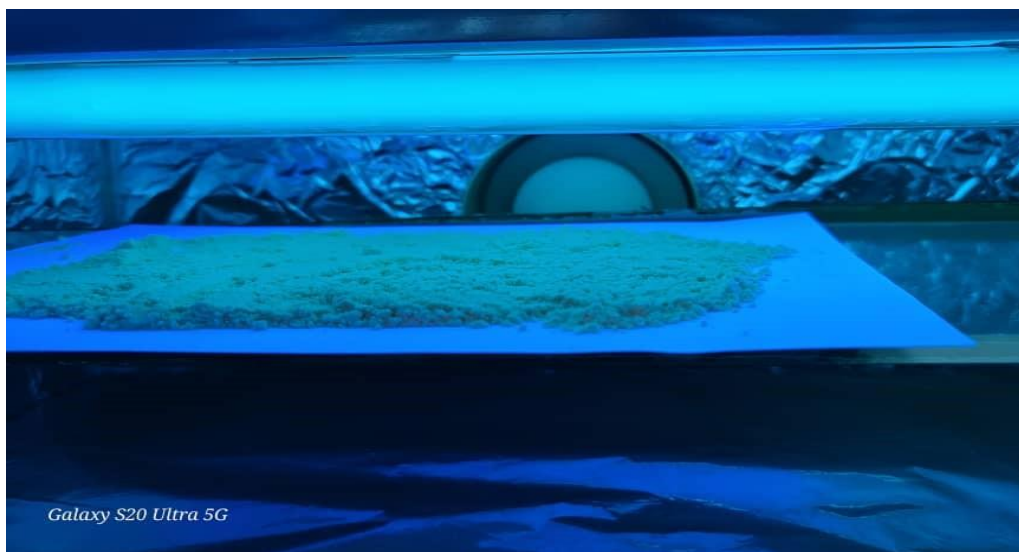


Figure III- 7: Traitement de la farine de bois par Ultra-violet.

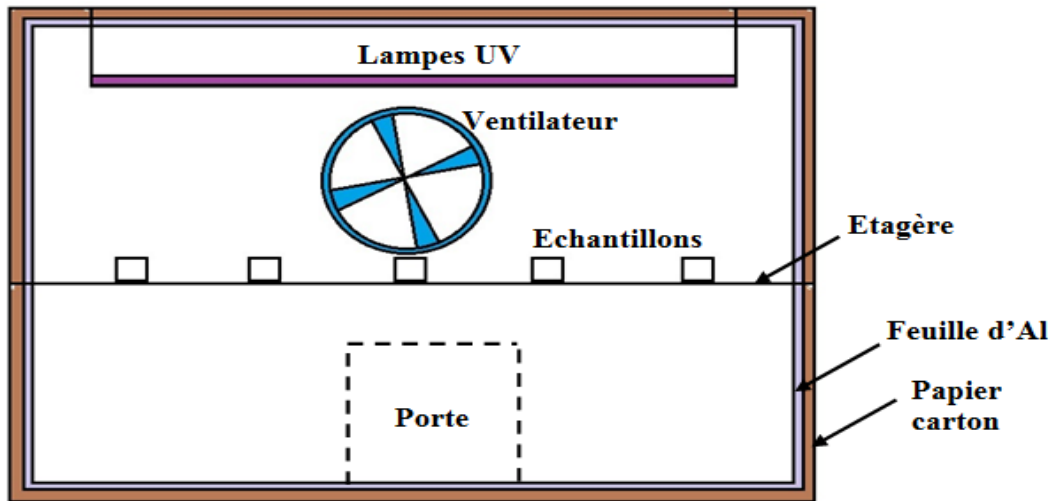


Figure III- 8: Schéma de l'enceinte UV.

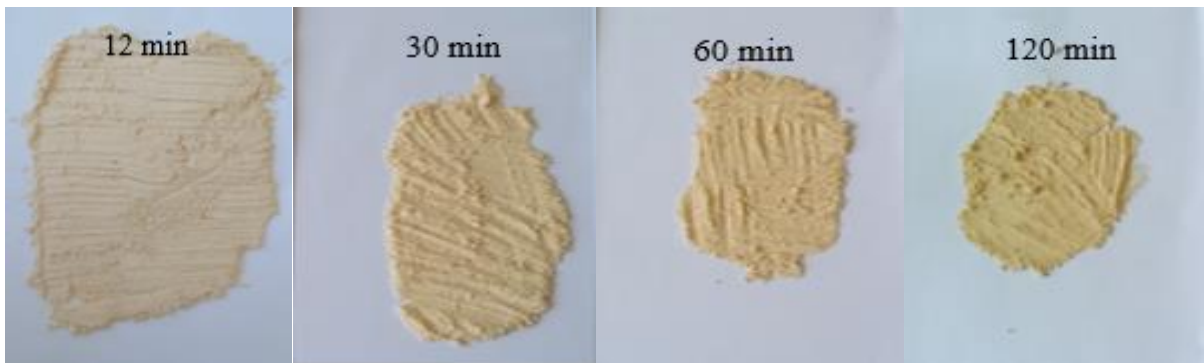


Figure III- 9: Images de farine de bois après traitement par UV.

III.3.1.2. Traitement thermique de la farine de bois :

La farine de bois a été traitée thermiquement dans une étuve pendant une heure à deux différentes températures (120°C et 150°C).



Figure III- 10: Etuve de traitement thermique. Figure III- 11: La farine de bois dans l'étuve.

III.3.1.3. Analyse Infrarouge de la farine de bois :

L'analyse infrarouge effectuée au niveau du *laboratoire d'analyse* du département de chimie.

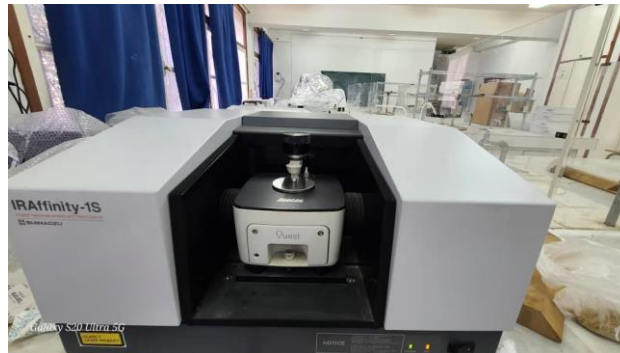


Figure III- 12: Dispositif Infrarouge.

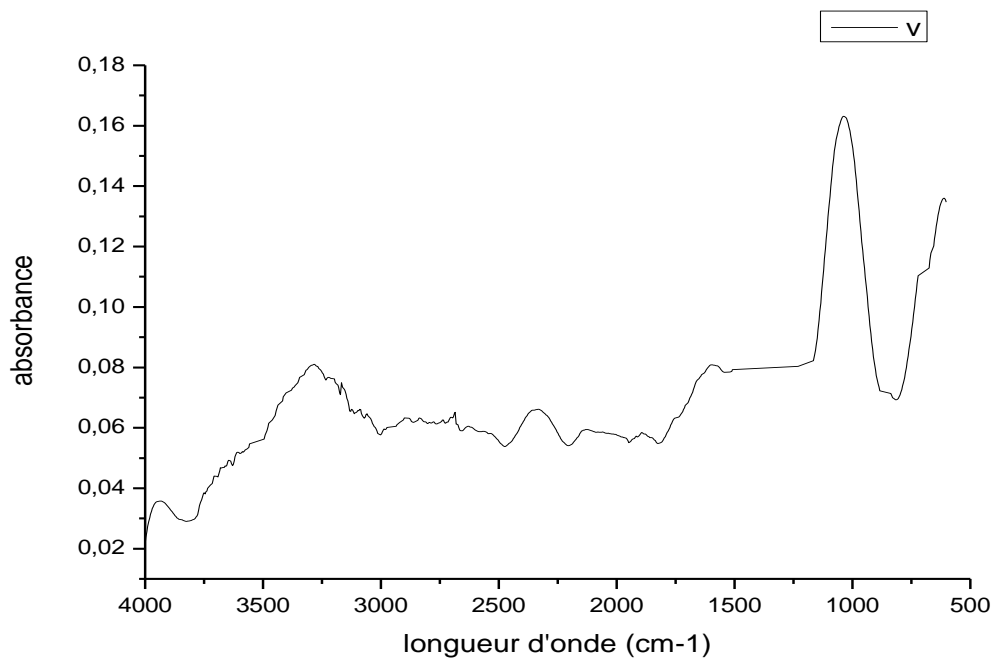


Figure III- 13: Spectre IRTF farine de bois vierge.

III.3.2. Elaboration des éprouvettes :

L'élaboration des éprouvettes a été réalisée au niveau du *laboratoire de génie mécanique* à Amiens en France.

III.3.2.1. Préparation des mélanges PLA/Farine de bois :

Dans le tableau ci-dessus nous allons montrer les différents taux de farine de bois traitée par UV pendant 12 mn, non traitée et du PLA utilisés pour l'élaboration des éprouvettes.

Tableau III- 1: Les compositions de composites PLA /Farine de bois.

Type de traitement du bois	Bois (%)	PLA (%)
Traitement UV (12 mn)	2.5	97.5
	5	95
	10	90
Non traitée	2,5	97.5

III.4. Matériels utilisé pour l'élaboration et la caractérisation des éprouvettes :

III.4.1. Matériels d'élaboration :

La réalisation des éprouvettes a été fait l'aide d'une extrudeuse et une presse à injection manuelle comme représente les figures III-14 et III-15.

Paramètres d'élaboration des éprouvettes sont les suivants :

- Température de fusion 170 °,
- Temps de maintien 10 mn



Figure III- 14: Extrudeuse.

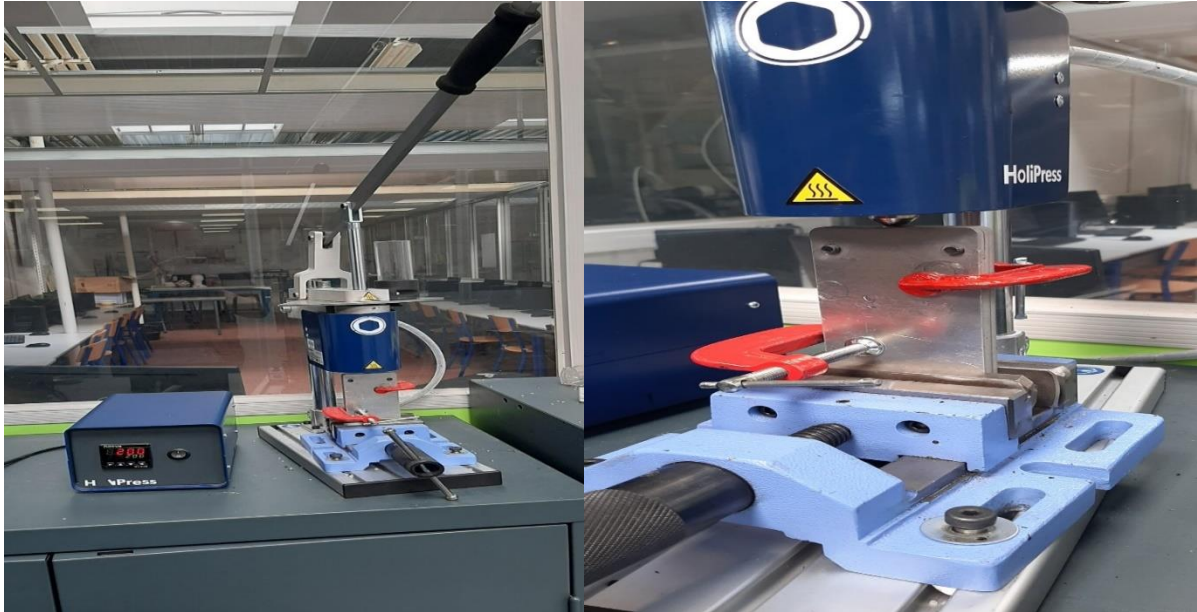
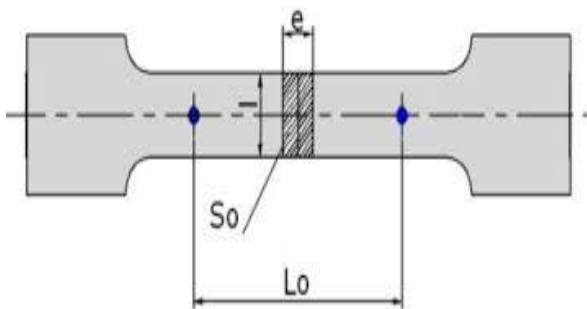


Figure III- 15: Presse à injection manuelle.



Figure III- 16: Empreinte de l'éprouvette de traction.



$L_0=45\text{mm}$

$S_0=24\text{mm}^2$

$e= 4\text{mm}$



Figure III- 17: Schéma d'éprouvette de traction.

Figure III- 18: Epreuves PLA vierge.



Figure III- 19: Éprouvettes PLA (vierge, chargée 2.5% et 5% farine de bois traité par UV12 mn).

III.4.2. Matériels de caractérisation :

Pour la caractérisation des échantillons l'essai de traction est choisi. Les figures III-19 et III-20 suivantes représentent la machine de traction.

But d'essai de traction :

C'est l'obtention d'une courbe de traction, telle que la contrainte et la déformation sont données par les relations suivantes : $\sigma = F/S$ $\epsilon = \Delta L/L$

Avec: **F** : La force appliquée sur l'éprouvette.

S : Section de l'éprouvette.

ΔL : L'allongement de l'éprouvette.

L : longueur initiale de l'éprouvette.

L'essai de traction permet aussi de déterminer les caractéristiques mécaniques : telle que la contrainte à rupture, la contrainte maximale, la limite d'élasticité, le module d'élasticité ...etc

Dans ce cas d'étude on s'intéresse au module d'élasticité (module de Young) qui est calculé par la relation suivante : $E = \sigma / \epsilon$

La vitesse de déplacement est de 5 mm/mn à une température ambiante.

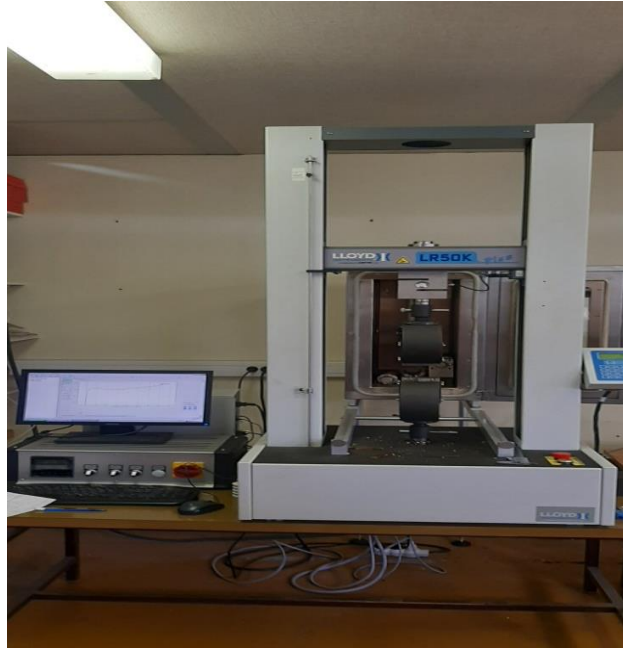


Figure III- 20: Machine de traction.

Les figures suivantes nous montrent l'essai de traction effectués pour nos éprouvettes.

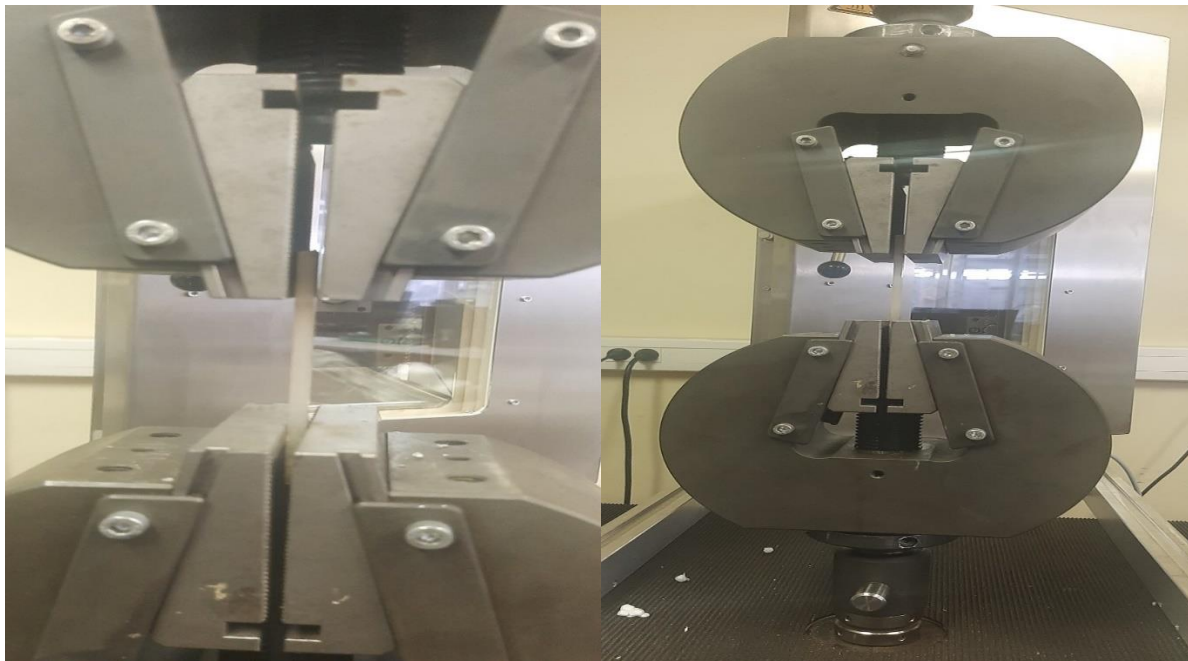


Figure III- 21: Essais de traction.

III.5. Conclusion :

Dans ce chapitre nous avons présenté les matériaux utilisés pour la réalisation des éprouvettes, les traitements effectués, le matériel d'élaboration et de caractérisation de ces dernières

CHAPITRE IV :

Résultats et

discussions.

IV.1. Introduction :

Dans ce quatrième chapitre nous allons présenter les résultats des analyses et essais effectués lors de la réalisation de ce travail. Les résultats de l'analyse infrarouge par la transformée de fourrier IRTF pour la farine de bois et le PLA et ceux du test de traction des éprouvettes réalisées ainsi que l'évolution du module de Young.

IV.2. Résultats d'analyse IRTF de la farine de bois :

Les figures IV- 1 à IV- 4 représentent les résultats d'analyse chimique par IRTF de la farine de bois traité par les UV pendant différents temps de maintien allant de 12 mn jusqu'à 120 mn. On remarque une diminution des pics OH après 60 min d'exposition.

IV.2.1. Traitement ultra-violet :

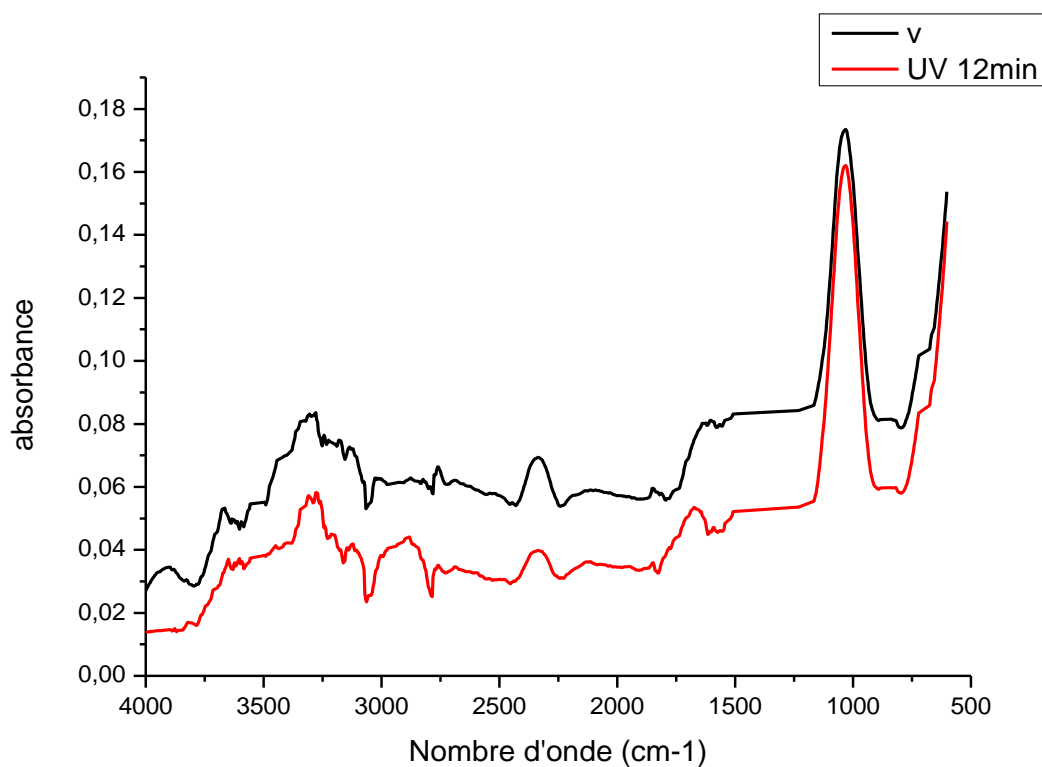


Figure IV- 1: Spectre IRTF de la farine de bois vierge et sous UV pendant 12 min.

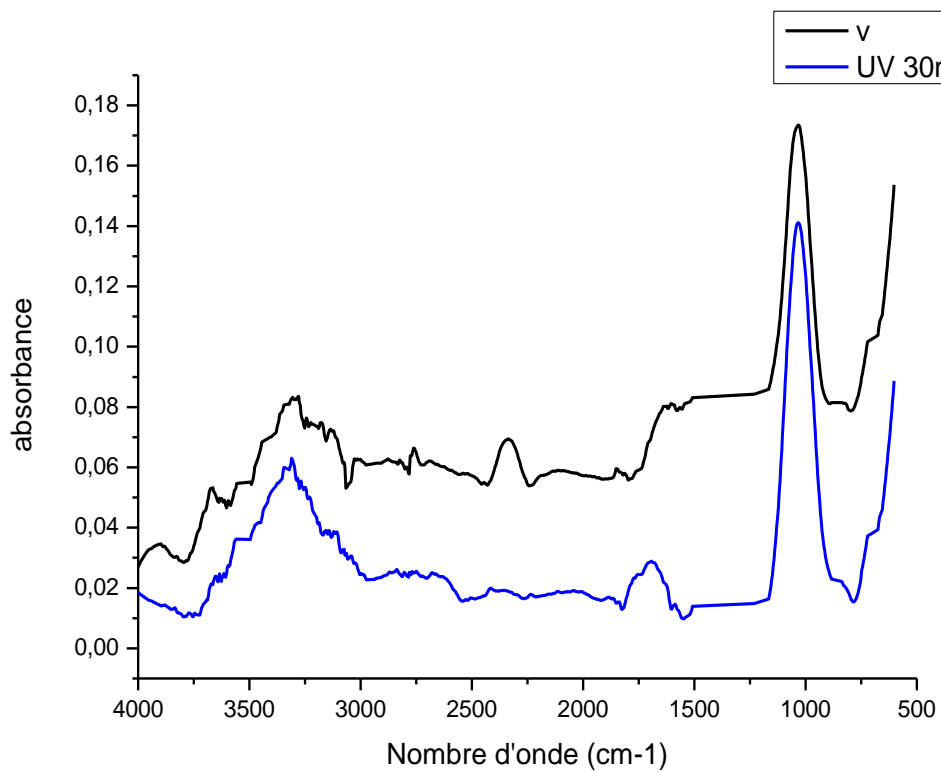


Figure IV- 2: Spectre IRTF de la farine de bois vierge et sous UV pendant 30 min.

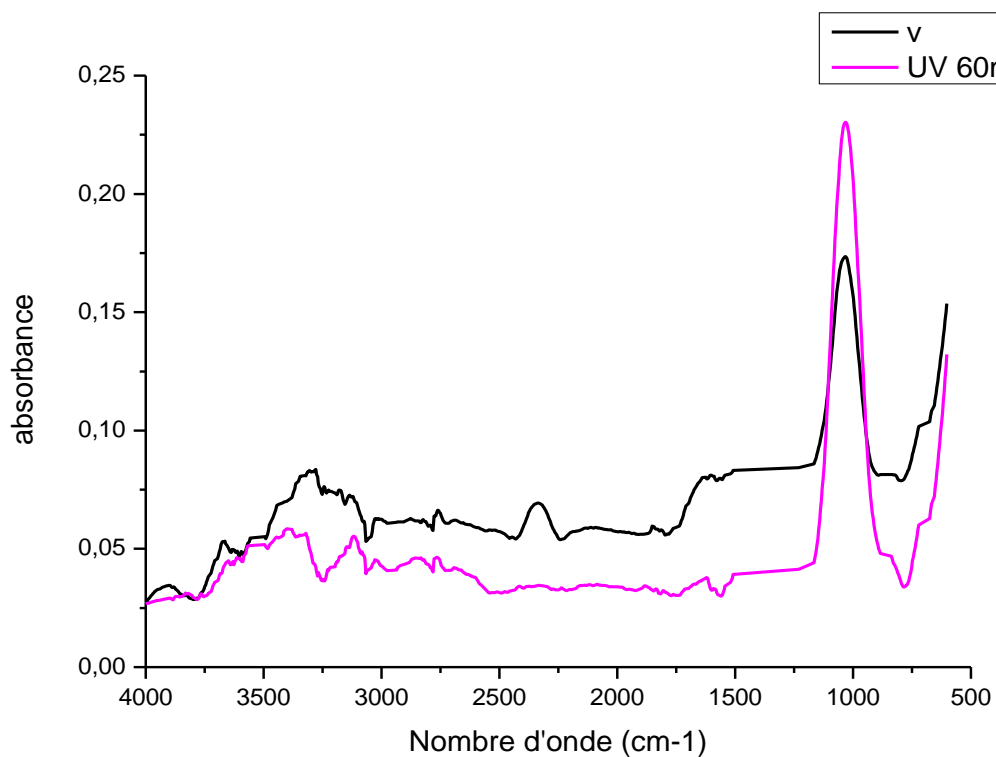


Figure IV- 3: Spectre IRTF de la farine de bois vierge et sous UV pendant 60 min.

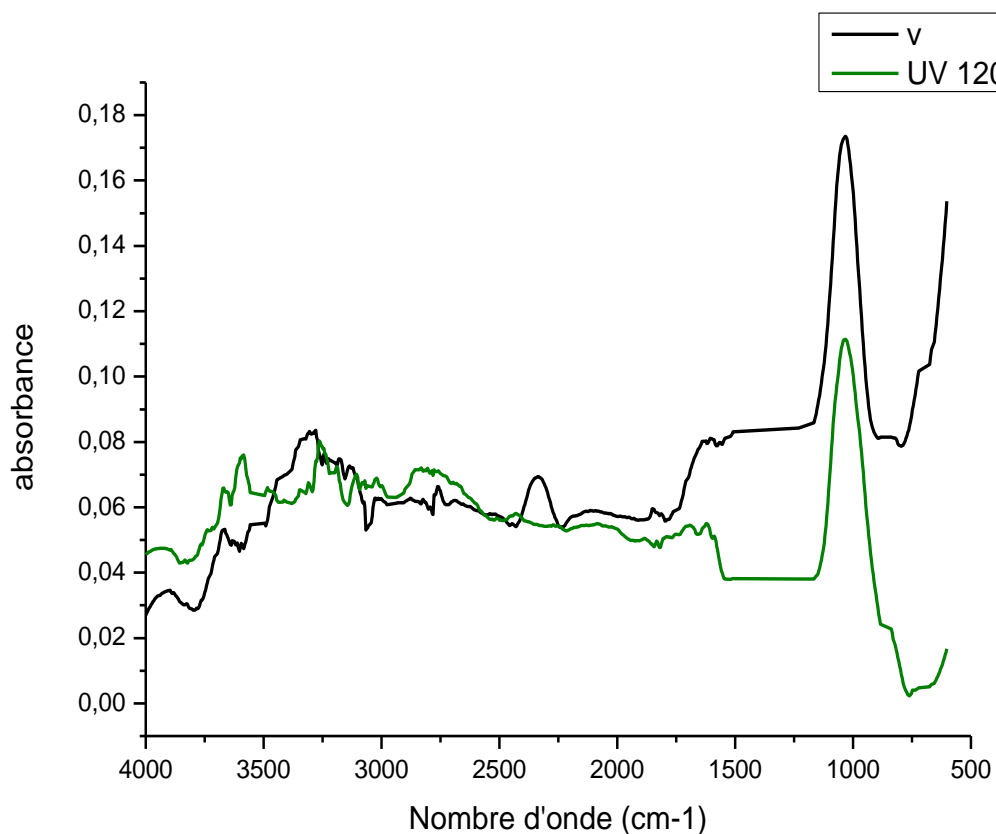


Figure IV- 4: Spectre IRTF de la farine de bois vierge et sous UV pendant 120 min.

La superposition des pics (figure IV- 5) des différents échantillons nous montre une diminution des groupes hydroxyles hydroxyle O-H, correspondant aux bandes d'absorption respectivement autour de 2850 et 3500 cm^{-1} à partir 60 mn d'exposition. Puis une augmentation à 120 min.

Nous avons remarqué aussi, une dégradation de notre échantillon après 120 mn d'exposition ce qui est expliqué par la diminution de pic C-H (1000 cm^{-1}).

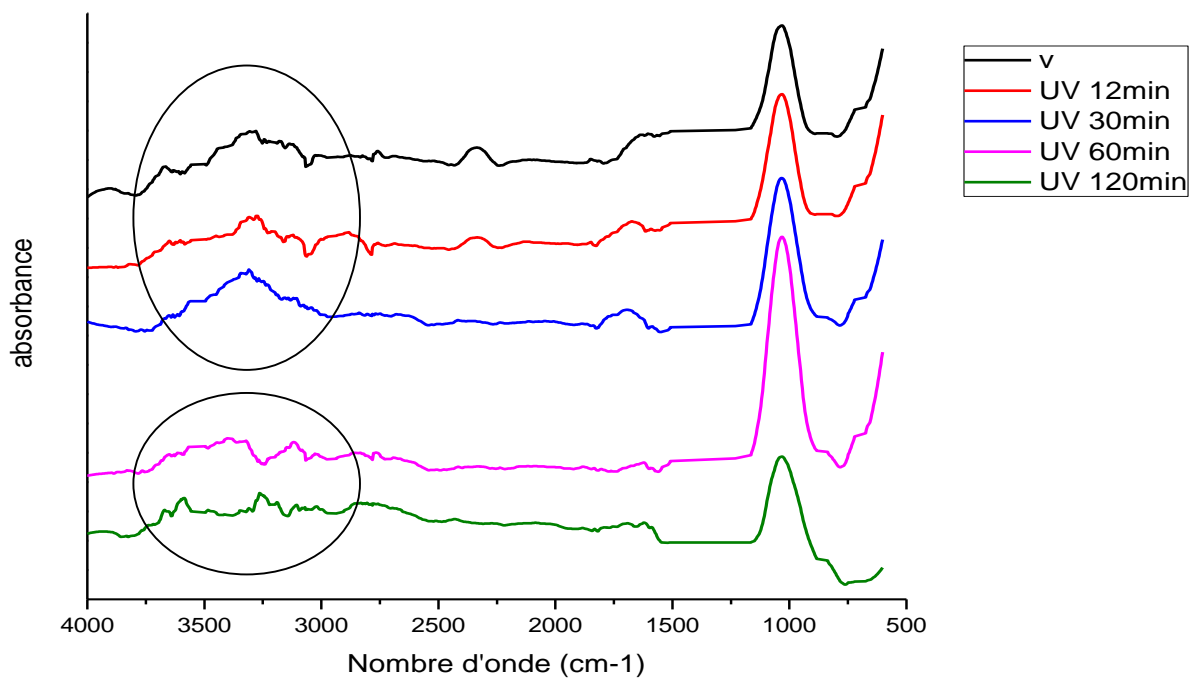


Figure IV- 5: Superposition des spectres IRTF de la farine de bois vierge et traitée sous UV.

IV.2.2. Traitement thermique :

Les figures IV- 6 et IV- 7 représentent les résultats d'analyse chimique par IRTF de la farine de bois subit un traitement thermique a 120 et 150 °C pendant 15 mn. On remarque une diminution des pics OH à 150 °C.

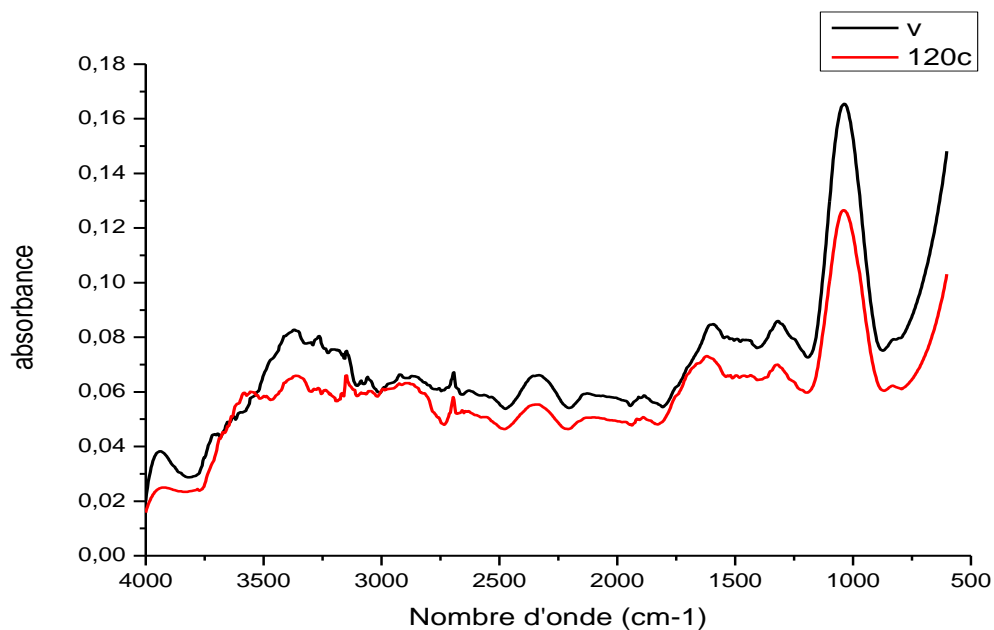


Figure IV- 6: Spectre IRTF de la farine de bois vierge et traitée thermiquement à 120° C.

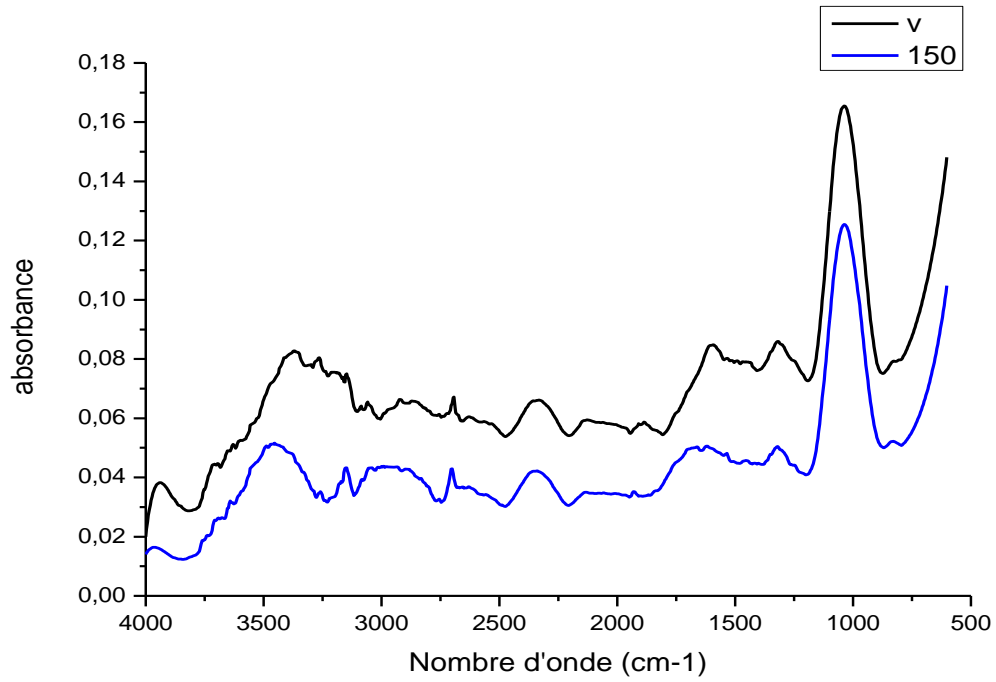


Figure IV- 7: Spectre IRTF de la farine de bois vierge et traitée thermiquement à 150° C.

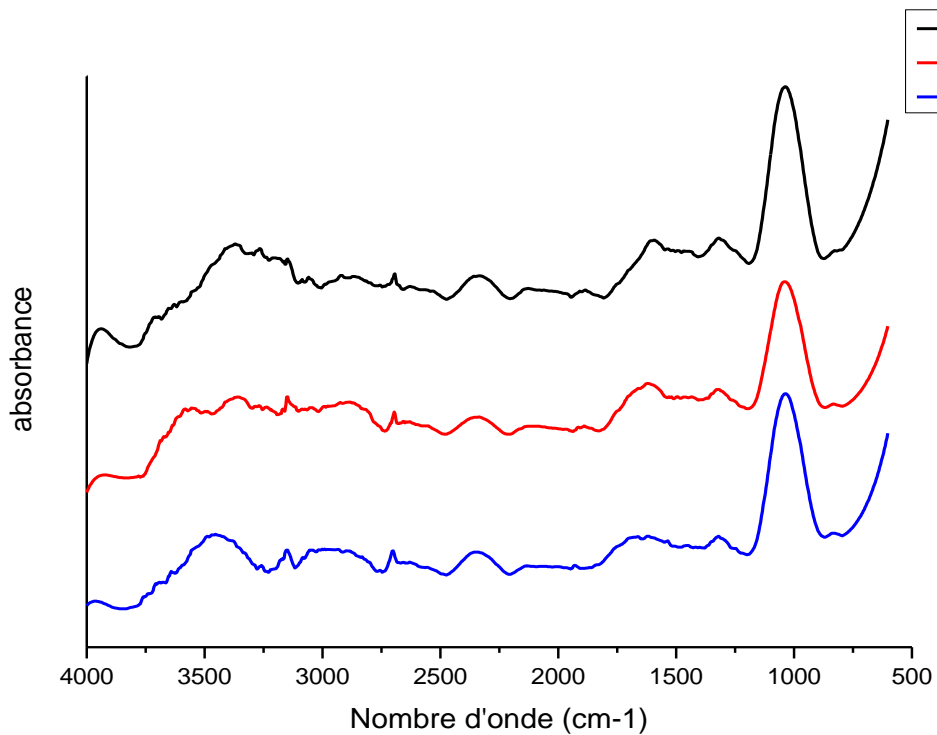


Figure IV- 8: Superposition des spectres IRTF de la farine de bois vierge et traitée thermiquement.

IV.3. Résultats de l'essai de traction :

Les figures suivantes nous montrent l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour l'éprouvette vierge et les autres composites à différent taux de charges.

Nous observons un comportement fragile pour tous les éprouvettes (figure IV- 9 a IV- 13), ce comportement est expliqué par la température de transition vitreuse de PLA qui de 75 °C largement supérieure à la température ambiante.

Une évolution croissante du module de Young est observée en fois le taux de charge dépasse les 2.5 % (figure IV- 14).

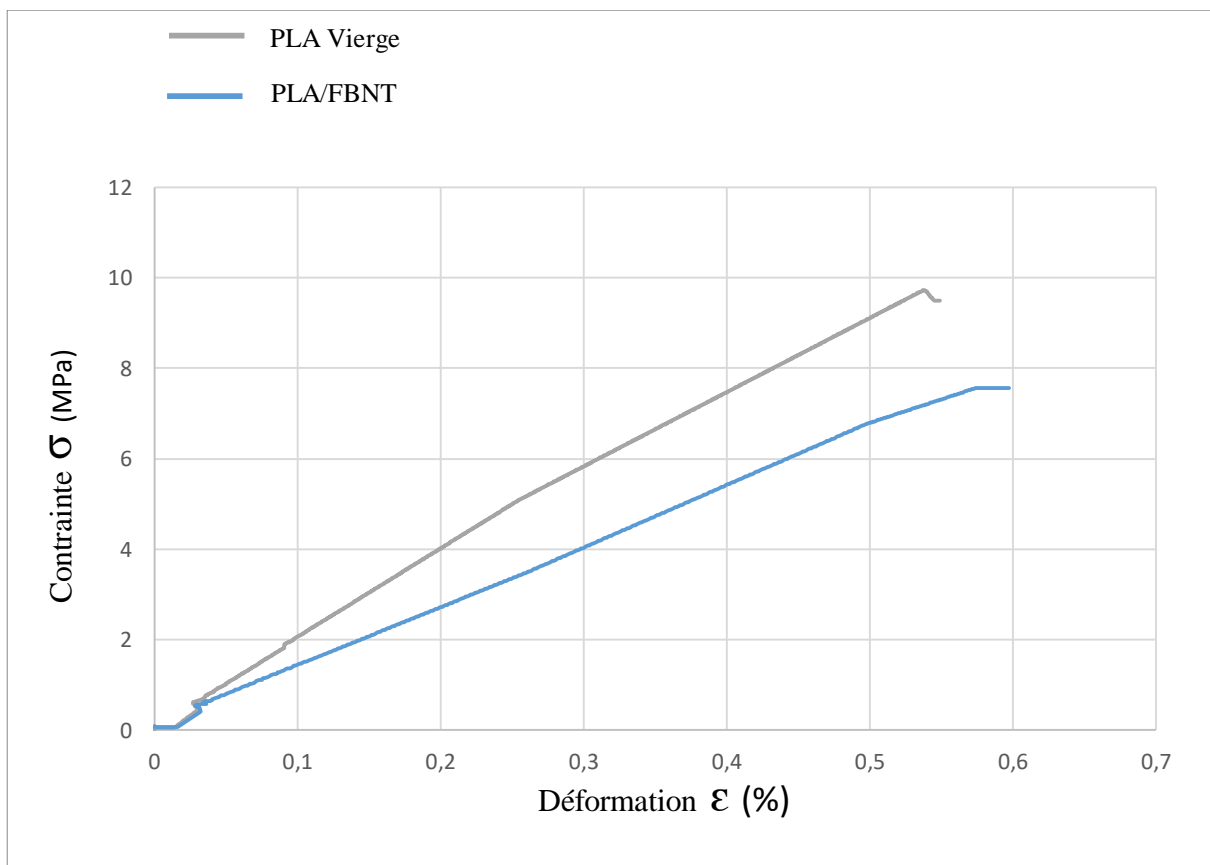


Figure IV- 9: Courbes contrainte-déformation PLA vierge, PLA/FBNT.

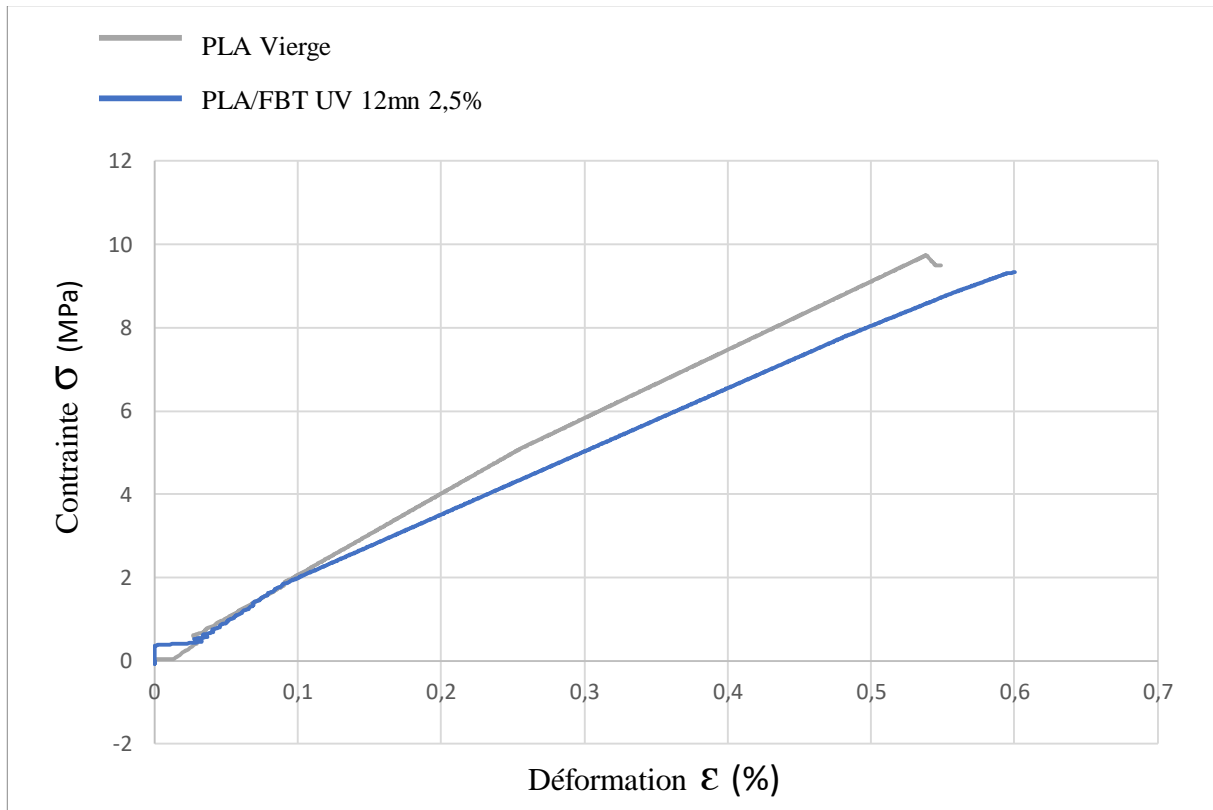


Figure IV- 10: Courbes contrainte-déformation PLA vierge, PLA/FBT 2,5%.

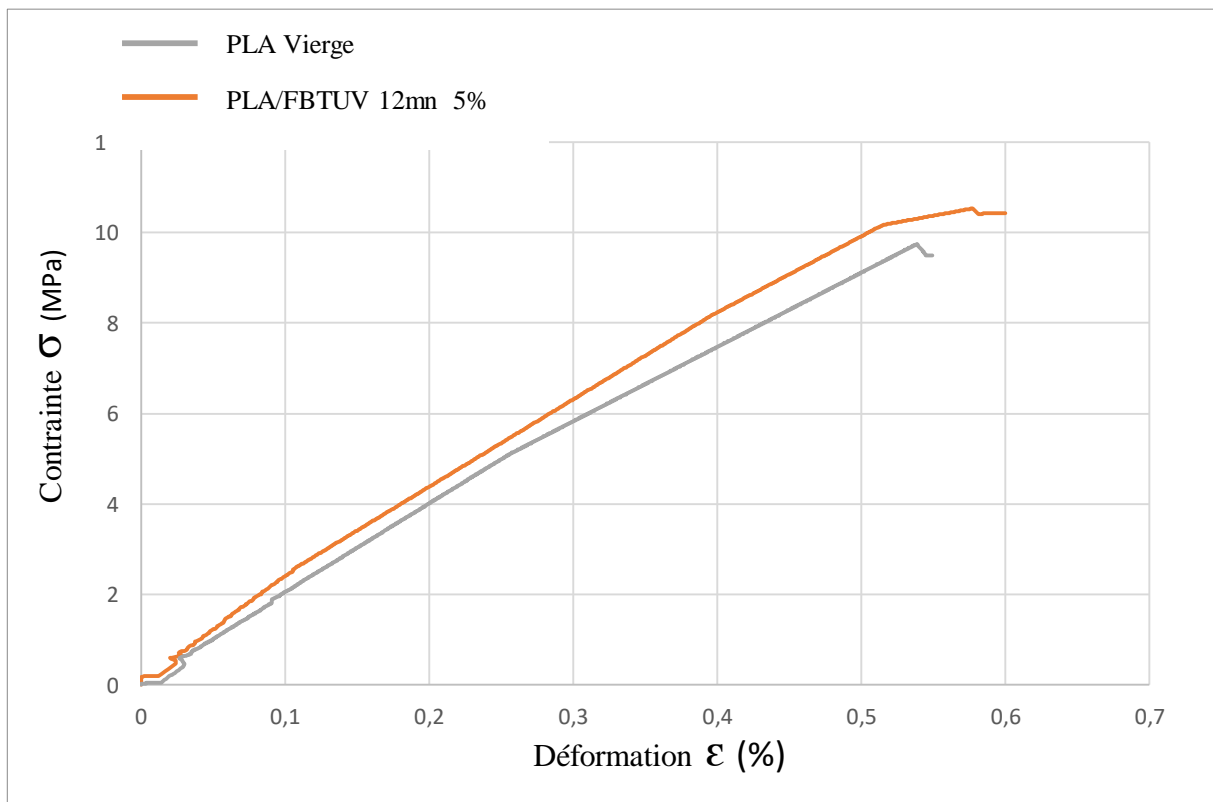


Figure IV- 11: Courbes contrainte-déformation PLA vierge, PLA/FBT 5%.

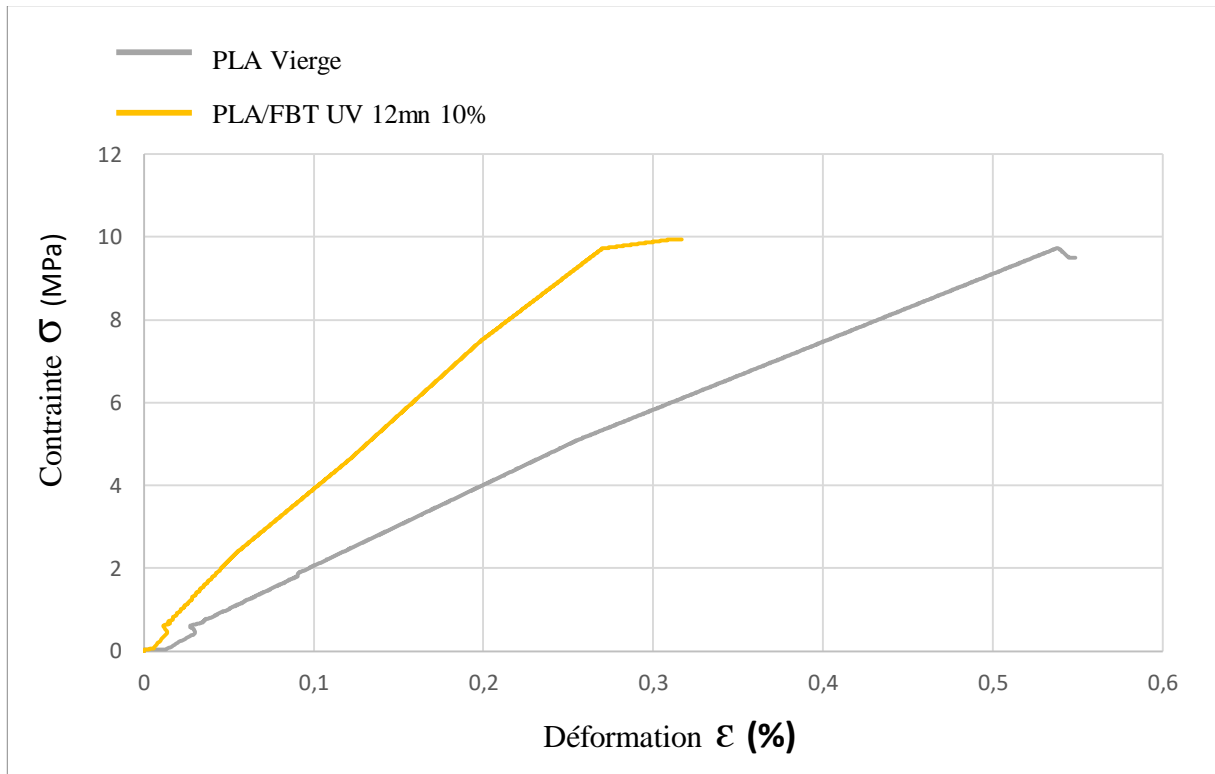


Figure IV- 12: Courbes contrainte-déformation PLA vierge, PLA/FBT 10%.

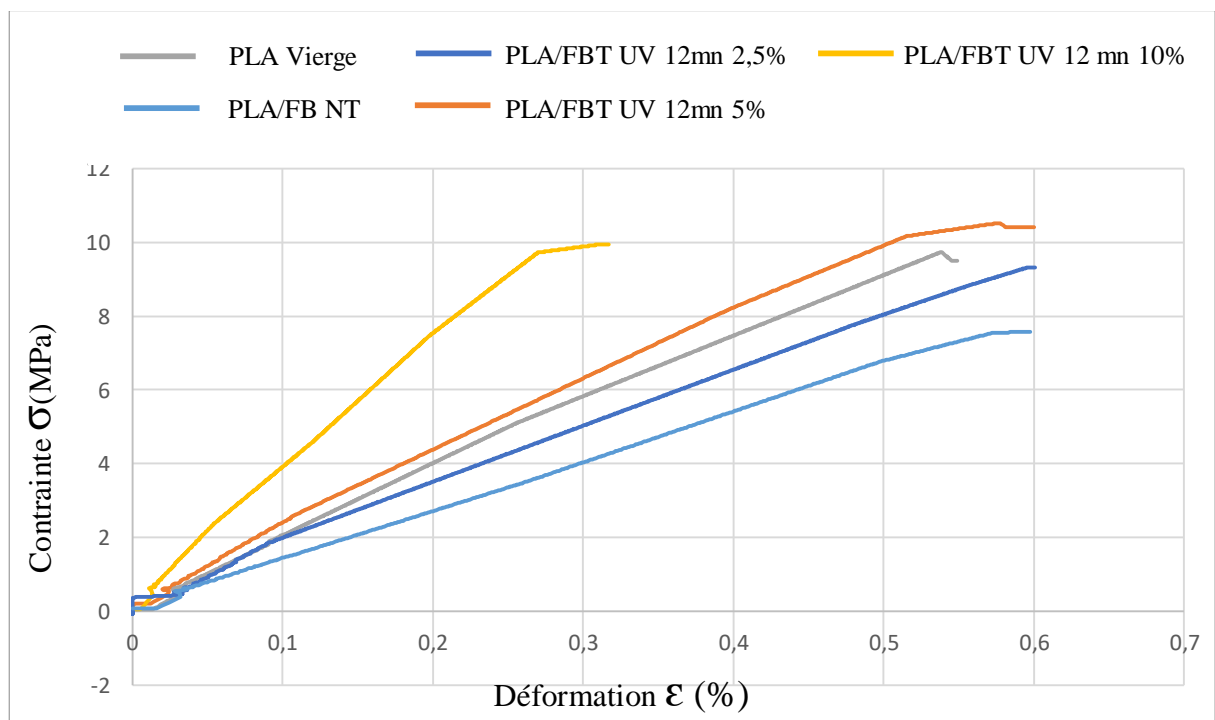


Figure IV- 13: Superposition des courbes contrainte-déformation PLA vierge et des composites PLA/FB.

La rigidité des composite augmente avec l'augmentation du taux de charge.

IV.3.1. Evolution du module de Young :

La figure suivante nous montre l'évolution du module de Young en GPa des composites réalisés.

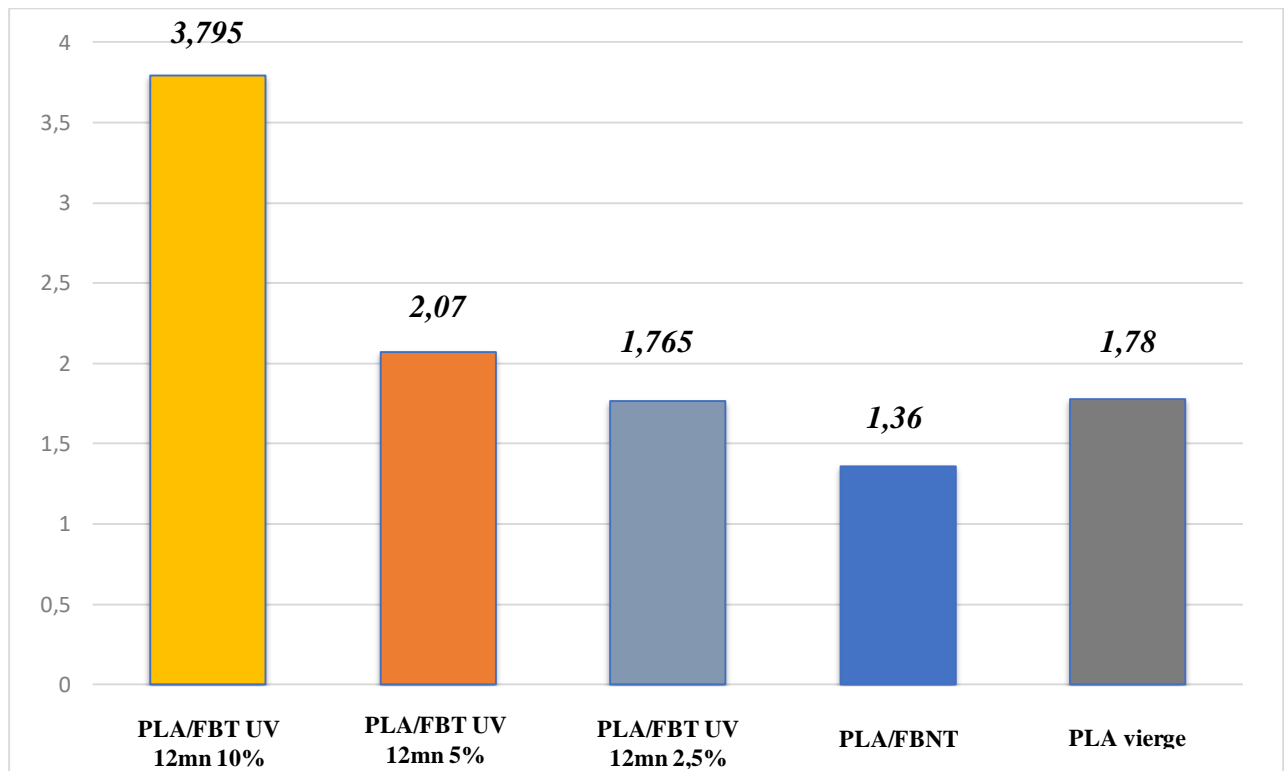


Figure IV- 14: Evolution du module de Young(GPa).

IV.4. Conclusion :

Dans ce chapitre nous avons présenté les résultats des analyses infrarouges de la farine de bois traitée et non traitée, ainsi que ceux du test de traction effectués sur les éprouvettes réalisés.

Conclusion générale :

L'objectif général de ce travail est d'élaborer et de développer de nouveaux matériaux composites à base d'un thermoplastique acide poly lactique (PLA) renforcé par la farine de bois. Les fibres présentent un caractère hydrophile qui les rend incompatibles avec les polymères qui présentent un caractère hydrophobe. Cette incompatibilité est à l'origine du problème d'adhésion au niveau de la surface entre les deux matériaux. Afin de surmonter ce problème, des traitements de vieillissement par ultraviolet(UV) et de séchage par traitement thermique lui sont appropriés.

Divers traitements des fibres végétales permettent la modification de leurs surfaces. Ces traitements réduisent l'absorption d'eau, améliorent l'ancrage de la fibre, créent un lien fort à l'interface fibres-matrice et par conséquent accordent de meilleures propriétés physiques et mécaniques aux matériaux composites.

La spectroscopie infrarouge nous a révélé que la farine traitée soit par UV ou par traitement thermique une diminution de l'absorbance au niveau de la bande comprise entre 3000 et 3500 cm^{-1} et qui correspond à la liaison O-H.

De plus la déformation des composites PLA-farine de bois traités diminuait avec l'augmentation du pourcentage de farine, tandis que le module d'élasticité et la rigidité augmentait avec l'augmentation du taux de charge.

On a observé une augmentation du module de Young avec l'augmentation du taux de charge de la farine traitée à 12min UV qui est environ de 2,015GPa à 10% de charge.

En fin, les matériaux composites farine de bois / PLA sont encore peu utilisés et en court de développement. Nous espérons trouver une continuité de ces travaux dans les années à venir.

PERSPECTIVE :

Comme perspective on propose de poursuivre

- L'élaboration des composites avec la farine traitée thermiquement et comparaison des résultats obtenus.
- Utilisation d'autres traitement sur la farine de bois tel que le traitement chimique par NaOH.
- Utilisation d'autres essais mécaniques pour la caractérisation des composites

Références bibliographique :

- [1] K. Djamila, étude de composites bois polymères renforcés par des fibres de carbone, thèse de doctorat, USTHB Alger, 2016
- [2] A.El ouadiani , S. Msahli , F. Sakli , In-depth study of agave fiber structure using Fourier transform infrared spectroscopy, Carbohydrate Polymers 164, 242–248, 2017.
- [3] MA. Almaadeed, R.Kahraman ,N. Khanam , S,AL-Maadeed . Characterization of untreated and treated male and female date palm leaves. Mater Des 2013.
- [4] N. Medjdoub, « Etude des mélanges et des composites à base du système PLA/(PEBD-PEBD-L), Caractérisations morphologique et thermo-rhéologique et Etude de la biodégradation », Thèse doctorat, Université Ferhat ABBAS Sétif, 2017
- [5] A Lepetit, Élaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène, Thèse de doctorat, l'Université de Limoges, Université du Québec à Trois-Rivières, 2017.
- [6] Yosr BEN MLIK ; Valorisation des fibres de kénaf dans des applications textiles et paratextiles ; Thèse de doctorat ; Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir ; 2017.
- [7] A. Sbiai, « Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier Dattier : effet de l'oxydation au tempo sur les fibres », Thèse de Doctorat, Ecole Doctorale Matériaux de Lyon, France, 2011.
- [8] M. ABIR. Etude de la production et de la caractérisation de composites bois Plastiques. Mémoire de maîtrise en génie chimique. Québec, CANADA, 2013.
- [9] A. Diop, « Extraction, de polymérisation et valorisation de la lignine kraft de la liqueur noire », Thèse de doctorat, Université du Québec à Trois-Rivières, 2014.
- [10] H. B. Ly, « Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose », Thèse de doctorat, Institut national Polytechnique de Grenoble, France, 2008, p218.

[11] <https://www.materiauxrenouvelables.ca/felicitations-a-alexis-achim-qui-a-decroche-une-subvention-alliance-du-crsng-pour-un-projet-multidisciplinaire-sur-la-valorisation-des-filaments-de-cellulose/>

[12] A. Ismail, « Valorisation de déchets farine du bois pour l'élaboration de matériaux composite », Ecole Nationale Polytechnique, Algérie, 2017.

[13] P. JACQUINET. Utilisation des matériaux composites. Paris : Hermès, 1991, pagination multiple.

[14] B. RINGUETTE. Matériaux composites à base de fibres de chanvre. Mémoire de maître ès sciences. Québec : Université de Laval, 2011, 126 p.

[15] E. Jao Jules, « Couplages entre propriétés thermiques, réactivité chimique et viscosité des matériaux composites therm durcissables en relation avec les conditions de leur élaboration fondée sur l'hystérésis diélectrique », Thèse de Doctorat, L'école nationale supérieure d'arts et métiers Paris Tech, 2001, p242.

[16] B. Hami, « Elaboration et caractérisation physico-mécanique d'une structure sandwich multicouches », Thèse de Doctorat, Université M'hamed Bouguerra Boumerdès, 2017/2018, p118.

[17] M. Bouti, « Etude de nouveaux matériaux biodégradables à base d'acide polylactique plastifié par des huiles époxydées », thèse doctorat, Ecole Nationale Polytechnique ENP Alger, 2022

[18] C. Paris, « Étude et modélisation de la polymérisation dynamique de composites à matrice therm durcissable », Thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2011, p144.

[19] L. Gornet, « Généralités sur les matériaux composites », Ecole centrale Nantes, France, 2011, p43.

[20] F. Bouras, « Instabilités des éléments de structures en bois en zones sismiques », Thèse de doctorat, Université 08 mai 1945 de Guelma, 2015, p115.

[21] J. Bosco M bagou, « Variabilité intra-arbre des propriétés physico mécaniques et chimiques du tessmania africana en provenance de Gabon », Thèse de Doctorat, Université laval, 2017, p155.

- [22] F. Z. Moulay, « Etude par algorithme génétique de l'effet d'humidité sur l'endommagement de l'interface d'un Bio-composite bois- polypropylène », Mémoire de Master, Université de Saida, 2018, p62
- [23] D. González, V. Santosa, J.C. Parajó, « Manufacture of fibrous reinforcements for biocomposites and hemicellulosic oligomers from bamboo », *Chemical Engineering Journal* 167, 2011, p 278-287.
- [24] S. Ben Brahim, R. Ben Cheikh, Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite, *Compos. Sci. Technol.* 67 (2007) 140–147.
- [25] J.M. Felix, P. Gatenholm, Nature of adhesion in composites of modified cellulose fibers and polypropylene, *J. Appl. Polym. Sci.* 42 (1991) 609–620
- [26] A. Alawar, A.M. Hamed, K. Al-Kaabi, Characterization of treated date palm tree fiber as composite reinforcement, *Compos. Part B Eng.* 40 (2009) 601–606.
- [27] A. Shalwan, B.F. Yousif, In State of Art: Mechanical and tribological behaviour of polymeric composites based on natural fibres, *Mater. Des.* 48 (2013) 14–24.
- [28] O. Faruk, A.K. Bledzki, H.P. Fink, M. Sain, Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000-2010, *Prog. Polym. Sci.* 37 (2012) 1552–1596.
- [29] I. Siró, D. Plackett, Microfibrillated cellulose and new nanocomposite materials: A review, *Cellulose.* 17 (2010) 459–494.
- [30] R.J. Moon, A. Martini, J. Nairn, J. Simonsen, J. Youngblood, Cellulose nanomaterials review: structure, properties and nanocomposites, *Chem. Soc. Rev.* 40 (2011) 3941-3994.
- [31] R. Sengupta, S. Chakraborty, S. Bandyopadhyay, S. Dasgupta, R. Mukhopadhyay, K. Auddy, et al., A Short Review on Rubber / Clay Nanocomposites with Emphasis on Mechanical Properties, *Engineering.* 47 (2007) 21–25.
- [32] SNEP, Notions pratiques sur l'extrusion des thermoplastiques (1993).
- [33] M. Marchetti, S. Laurenzi, *Advanced Composite Materials by Resin Transfer Molding for Aerospace Applications*, (2012) 197–226.