



HAL
open science

**Caractérisation mécanique et thermique de
biocomposites à matrice polystyrène recyclé renforcée
par des coques de cotonnier (*Gossypium Hitsutum L.*)
ou des particules de bois de Kéna (Hibiscus Cannabinus
L.)**

Sagnaba Soulama

► **To cite this version:**

Sagnaba Soulama. Caractérisation mécanique et thermique de biocomposites à matrice polystyrène recyclé renforcée par des coques de cotonnier (*Gossypium Hitsutum L.*) ou des particules de bois de Kéna (Hibiscus Cannabinus L.). Matériaux. Université de Technologie de Belfort-Montbeliard; Institut des sciences exactes et appliquées (Bobo-Dioulasso, Burkina Faso), 2014. Français. NNT : 2014BELF0243 . tel-01502466

HAL Id: tel-01502466

<https://theses.hal.science/tel-01502466>

Submitted on 5 Apr 2017

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

SPIM

Thèse de Doctorat



école doctorale sciences pour l'ingénieur et microtechniques

UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE BELFORT-MONTBÉLIARD

Caractérisation mécanique et thermique de biocomposites à matrice polystyrène recyclé renforcée par des coques de cotonnier (*Gossypium hirsutum* L.), ou de particules de bois de kénaf (*Hibiscus Cannabinus* L.).

■ Sagnaba SOULAMA

SPIM

Thèse de Doctorat



école doctorale sciences pour l'ingénieur et microtechniques
UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE BELFORT-MONTBÉLIARD

THESE présentée par :

Sagnaba SOULAMA

Pour obtenir le

Grade de Docteur de

l'Université de Technologie de Belfort – Montbéliard

Spécialité : **Sciences pour l'ingénieur (Génie Mécanique)**

Caractérisation mécanique et thermique de biocomposites à matrice polystyrène recyclé renforcée par des coques de cotonnier (*Gossypium hirsutum L.*), ou de particules de bois de kénaf (*Hibiscus Cannabinus L.*).

Unité de Recherche :

IRTES-SeT E.A. 7274

Présentée et soutenue le 21 Novembre 2014 devant le jury :

M. John VANTOMME	Président	Professeur des Universités, Ecole Royale Militaire de Bruxelles - Belgique
M. Abdellatif IMAD	Rapporteur	Professeur des Universités, Polytech'Lille, France
M. Moussa GOMINA	Rapporteur	Chargé de recherches, UCBN/CNRS, ENSI CAEN, France
M. Komla SANDA	Membre	Professeur, Directeur Ecole Supérieure d'Agronomie, Université de Lomé, Togo
M. Samuel GOMES	Membre	Professeur des Universités, UTBM-Belfort, France
M. Philippe FLUZIN	Membre	Directeur de Recherches, CNRS UTBM-Belfort, France
M. Kokou Esso ATCHOLI	Directeur de thèse	Maître de Conférences HDR, UTBM-Belfort France
M. Bétaboalé NAON	CoDirecteur de thèse	Maître de Conférences, UPB-Bobo-Dioulasso, Burkina Faso

Résumé :

Dans le contexte actuel marqué par une grande émergence des questions environnementales, de l'économie circulaire et du développement durable, la mise au point d'éco-matériaux représente un enjeu majeur qui offre une alternative aux plastiques recyclés en fin de cycles de vie.

L'objectif de ce travail est de contribuer au développement de deux éco-matériaux à partir des biomasses végétales cultivables non alimentaires disponibles, associées à des polymères synthétiques recyclés en fin de cycles de vie.

Il s'agit d'une part, de développer un matériau biosourcé constitué de polystyrène recyclé, renforcé de coques de cotonnier. Ce matériau devra être susceptible de se substituer au polystyrène dans des domaines d'applications diverses telles que la fabrication de pièces d'isolation thermique, d'habillage intérieur de voitures, des coques de portables cellulaires, d'ordinateurs, de photocopieurs et d'emballages agroalimentaires.

D'autre part, de développer des panneaux de particules en bois de tiges de cotonnier et de tiges de kéraf associés à un liant naturel (la colle d'os) pour une utilisation dans le domaine de l'isolation thermique d'intérieur en remplacement des panneaux de particules élaborés avec la colle urée formaldéhyde.

L'influence des paramètres d'élaboration pour chacun des deux matériaux a été analysée. Après optimisation des conditions de mise en œuvre pour chaque matériau, la tenue mécanique, les propriétés thermiques et la microstructure ont été déterminées et optimisées dans chaque cas.

Mots clés :

Matériau biosourcé, panneaux de particules, coques de cotonnier, bois de kéraf, bois de cotonnier, polystyrène recyclé, extrusion, injection, thermopressage, propriétés mécaniques, propriétés thermiques.

Abstract

In the current context marked by a large emergence of environmental issues, the circular economy and sustainable development, the development of eco-materials represents a major challenge which offers an alternative to plastics recycled at end of life cycles.

The objective of this work is to contribute to the development of two eco-materials from plant biomass non-cultivable food available, associated with synthetic polymers recycled at end of life cycles.

It is a part, to develop a biosourced material constitutes of recycled polystyrene, strengthened of hulls of cotton. This material will be likely to be a substitute for polystyrene in areas of various applications such as the manufacture of parts for thermal insulation, interior trim from cars, the hulls of cellular mobile, computers, photocopiers, and various packaging.

On the other hand, to develop particle board in wood of cotton stems and stalks of kenaf associated with a binder natural (the bone glue) for use in the area of the thermal insulation of

interior in replacing the panels of particles prepared with glue urea formaldehyde. The influence of the parameters for the development for each of the two materials was analyzed. After optimization of conditions of implementation for each material, the mechanical holding, thermal properties and the microstructure have been determined and optimized in each case.

Keys words

Material biosourced, particle board, hulls of cotton, wood of kenaf, wood of cotton, recycled polystyrene, extrusion, injection, thermopressage, mechanical properties, thermal properties.

A mon père S. Dan et ma mère S. Hémakié

*A Béatrice,
Tamanessi, Grace, Patrick,*

A la mémoire de Djonnémon, Amandine.

Remerciements

Le travail présenté dans ce mémoire est le fruit d'un partenariat entre l'Université Polytechnique de Bobo-Dioulasso (Burkina Faso) et l'Université de Technologie de Belfort-Montbéliard (France). IL a été mené à l'UTBM au laboratoire IRTES-SeT et également à l'UPB dans le laboratoire GERME-TI ; Il a bénéficié également du concours technique et financier de plusieurs personnes et institutions auxquelles je voudrais exprimer, mes sincères sentiments de gratitude.

Tout d'abord je tiens à remercier le Pr Kokou Ezzo ATCHOLI pour avoir œuvré à la mise en place de cette collaboration entre les deux universités qui a permis mon inscription en thèse à l'UTBM. Vous m'avez accepté dans votre groupe de recherche et m'avez témoigné votre confiance en acceptant de diriger ce travail de thèse et ce, malgré vos multiples occupations, vous avez toujours su trouver le temps nécessaire, vous êtes resté disponible pour apporter moyens techniques et conseils scientifiques à mes travaux. Je vous prie de trouver en ces mots, la marque de ma profonde gratitude pour votre générosité, votre grandeur d'âme et tout l'appui multiforme que vous m'avez apporté durant les travaux.

Toute ma reconnaissance et mes remerciements vont également au Pr Bétaboalé NAON qui a cru en moi, en acceptant de codiriger cette thèse. Malgré vos multiples charges administratives et occupations vous êtes toujours resté à mes cotés durant cette thèse pour m'apporter vos précieux conseils avisés, vos encouragements et votre soutien; ce travail est aussi l'aboutissement de vos constants efforts soutenus au quotidien à mon égard. Votre soutien multiforme qui va des facilités administratives accordées pour mes différents séjours à l'UTBM à l'encadrement en passant par l'appui financier de ce travail en témoignent. Veuillez trouver ici toute ma reconnaissance pour votre grandeur d'âme et cet engagement constant qui m'ont éclairé sur le fait qu'une thèse est une aventure et aussi un aboutissement collectif.

Ensuite, je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à toutes les bonnes volontés qui ont contribué à l'aboutissement de cette thèse. Aussi mes remerciements vont particulièrement :

A Monsieur Abder KOUKAM pour m'avoir initialement accepté au laboratoire IRTES-SeT.
Aux Directeurs d'IRTES-SeT et d'IRTES.

J'adresse mes remerciements les plus sincères à :

Monsieur Abdellatif IMAD, professeur à Polytech' Lille, d'avoir accepté de juger mon travail, en apportant la rigueur scientifique dans l'appréciation de mes recherches et d'avoir pris le temps de rapporter ce mémoire.

Monsieur Moussa GOMINA, chargé de recherches à ENSICAEN, d'avoir apporté autant de rigueur dans l'appréciation de mes recherches en acceptant de rapporter ce travail. Mes futurs travaux n'en seront que meilleurs.

Je remercie les autres membres du jury (Professeurs Philippe FLUZIN, Samuel GOMES, John VANTOMME, Komla SANDA) qui ont accepté porter une attention particulière en examinant ce travail.

Que le Ministère Français de la coopération trouve en ces lignes, l'expression de ma profonde reconnaissance pour l'appui financier accordé à travers le projet RESEAU.

Mes sentiments de gratitude vont au Professeur Moussa OUATTARA, ministre des enseignements secondaire et supérieur du Burkina Faso pour ses encouragements et son

soutien multiforme dont j'ai bénéficié.

Je remercie également le Président du conseil d'administration de l'UPB, le Pr Alioune OUEDRAOGO et le Président de l'UPB, le Pr Georges Anicet OUEDRAOGO pour leur soutien à mes travaux et leurs encouragements.

Mes sentiments de gratitude vont aussi aux autorités des deux universités (UTBM et UPB) qui m'ont appuyé dans mes travaux et pour l'obtention de toutes les autorisations nécessaires à la bonne évolution des travaux.

Je remercie le Directeur de l'IUT de Bobo pour son soutien et ses encouragements.

Je remercie les autorités du Foner pour l'appui financier apporté dans le cadre de ce travail au cours de l'année académique 2011- 2012.

Ma reconnaissance et ma gratitude vont également à monsieur Issa COMPAORE et à Monsieur André GIRARDEY, pour la marque d'amitié, le soutien multiforme et les encouragements manifestés à mon égard.

Mes pensées vont à feu le Professeur Akry COULIBALY, ancien président de l'UPB et à un collègue et ami feu Mamadou Youssouf TRAORE, pour ce qu'ils ont été pour moi.

Je remercie également la direction et l'ensemble du personnel technique du laboratoire de plasturgie de la section BTS du lycée Technique d'AUDINCOURT, Monsieur FLAHAUT qui m'a aidé à l'élaboration et à l'injection des éprouvettes et échantillons.

Je remercie tout le personnel du département EDIM et tout particulièrement : Madame Sylvie PIEMONTE, Madame Valérie BROCARD pour leur appui et leur collaboration.

Je remercie également Mme Danielle BERTRAND, Mme Claudine TERRIER, Mme Béatrice et M. Pascal à l'UTBM Sévénans pour leur gentillesse, leur disponibilité et leur collaboration.

Je dis merci à mes amis et collègues doctorants : Ahmad, Aqil, et Sora Lee-Remond.

Je remercie la famille VARRET à Montbéliard (Antoine, Tiphaine, Gaspard, Filimon, Luce) qui est une deuxième famille pour moi ici en France, pour m'avoir adopté. Je retiens de vous une formidable preuve et leçon d'amitié, d'humanité et d'amour du prochain à travers le monde. Merci du fond du cœur et soyez-en récompensés et bénis au centuple par le très haut.

Je remercie la Famille SOME à Delle (Gustave, Sylvie et Florian) pour son amitié et sa sympathie manifestées.

Que la Famille OUATTARA (Abou et Chantal) à Ouaga soit remerciée pour leur soutien, leur fraternité et leur amitié sans faille.

J'adresse mes sincères remerciements à mes amis et Collègues pour leur soutien: je pense particulièrement à Mme SOME Chantal, Mme SOME Eveline, Gabin KPODA, François OUEDRAOGO, Dominique BELEMLILGA, Ousmane KABORE, Hamidou KABRE, Idrissa KABRE, Abdou Salam GANAME, Yacouba TRAORE, Paul KABORE, Ousmane W. COMPAORE, Abdou KABORE, Fidèle SANOU, Tira SAWADOGO, Kanyi SOME, Seydou OUEDRAOGO, Korotimi BAZIEMO/TRAORE, Olga OUEDRAOGO et Yacouba OUATTARA à l'IBAM Ouagadougou.

Je dis merci à Mmes Samiha ALLAL, Nathalie VADAM et Gèneviève FREUIND au Crous.

Que Béatrice mon épouse, Grace et Patrick mes enfants soient assurés de la conscience que j'ai des sacrifices qu'ils ont consentis en supportant toutes mes absences et mes fréquentes manques d'attention tout au long de ces travaux. Merci de tout cœur à vous.

Enfin je remercie la Famille SOMA (Kouramon et Kadiatou et leurs enfants) à Ouaga pour tout ce qu'ils ont été et ont fait pour moi, et leur dédie également ce mémoire.

Sommaire

Sommaire	IV
Liste des figures	X
Liste des tableaux	XIII
Liste des photos	XV
INTRODUCTION GENERALE.....	1
CHAPITRE 1 : ETAT DE L'ART ET PROBLEMATIQUE	5
DE RECHERCHE.....	5
1. Place de la science des matériaux dans le concept du développement durable ...	5
1.1. Contexte environnemental.....	5
1.2. Problématique environnementale et industrie mécanique.....	6
1.3. Enjeux économiques	8
1.4. Eco-conception et éco-matériaux	8
1.4.1. Principe de l'éco-conception	8
1.4.2. Eco-matériaux	9
2. Problématique pour la mécanique	11
2.1. Matériaux innovants	11
3. Généralités sur les Matériaux composites	13
3.1. Introduction	13
3.2. Définition et structure de la fibre végétale	17
3.3. Classification des fibres végétales.....	19
3.4. Propriétés des fibres naturelles.....	21
3.5. Différences entre diverses fibres végétales.....	24
3.6. Impacts environnementaux des fibres végétales comparés aux fibres artificielles	25
3.7. Composites en panneaux de particules.....	25
3.7.1. Contexte de l'étude.....	25
3.7.2. Définitions	26
3.7.3. Classifications des panneaux de particules	27
3.7.4. Renforts lignocellulosiques des panneaux de particules	28
3.7.5. Propriétés des panneaux de particules.....	29
3.8. Matériaux composites renforcées de fibres végétales ou matériaux biosourcés	30
3.8.1. Définition	30
3.8.2. Principales matrices polymères utilisées.....	30
3.8.2.1. Composites à matrice polyéthylène.....	32
3.8.2.2. Composites à matrice polypropylène	32

3.8.2.3.	Composites à matrice polystyrène.....	33
3.8.2.4.	Composites hybrides	34
3.8.2.5.	Composites à matrice biodégradable.....	35
3.8.2.6.	Influence des fibres et de leur taux sur les propriétés des composites	36
3.8.2.7.	Influence de la morphologie (longueur et diamètre) des fibres sur les composites	39
4.	Procédés d'élaboration des éco-matériaux	42
4.1.	L'extrusion	42
4.1.1.	L'extrusion monovis	43
4.1.2.	L'extrusion bivis	45
4.2.	L'injection moulage	47
4.2.1.	Description d'une presse à injecter	49
4.2.2.	Outillages spécifiques	53
4.2.2.1.	Vis de plastification.....	53
4.2.2.2.	Moule	57
4.3.	Le thermo pressage.....	60
4.3.1.	Le Pressage à chaud	61
4.3.1.1.	La consolidation	61
4.3.1.2.	La relaxation transitive	62
4.3.1.3.	La relaxation asymptotique	62
4.3.1.4.	Les conditions internes du mat (Adaptation de Kamke 2003).....	62
4.3.2.	Transfert de masse et de chaleur au cours du pressage à chaud.....	64
4.3.2.1.	Compression du mat (Adaptation de Kamke 2003).....	65
4.3.2.2.	Formation du profil de densité des panneaux lors du pressage à chaud (Adaptation de Wang et Winistorfer, 2000a,b)	72
4.4.	Le thermoformage	75
4.5.	Le moulage	75
4.6.	La finition.....	75
4.7.	Limitation des procédés de Mise en forme des matériaux composites à renfort de fibre naturelle.....	76
5.	Conclusion - Synthèse de l'étude	77
CHAPITRE 2 : METHODOLOGIE D'ELABORATION.....		80
D'ECOMATERIAUX ET OPTIMISATION		80
DE LEUR MISE EN ŒUVRE.....		80
1.	Matières premières végétales (les tiges de kénaf, les tiges et coques de cotonnier)	81
1.1.	Présentation	81
1.2.	Caractéristiques physiques	83

1.2.1.	Observation au microscope	83
1.2.1.1.	Caractéristiques morphologiques des coques de cotonnier	83
1.2.2.	Mesure de la conductivité thermique	83
1.2.3.	Mesure du coefficient d'absorption des fibres végétales	84
1.2.3.1.	Dispositif expérimental	85
1.2.4.	Mesure de la masse volumique	87
1.2.5.	Mesure du gonflement à l'eau	87
1.3.	Composition chimique des fibres végétales.	87
1.3.1.	Composition chimique de la tige de kénaf et de la tige de cotonnier.....	87
1.3.1.1.	Teneur en matière sèche	88
1.3.1.2.	Teneur en matière minérale	88
1.3.1.3.	Teneur en lipides	88
1.3.1.4.	Teneur en différents constituants de la tige de kénaf/cotonnier	89
1.3.1.5.	Distribution granulométrique et dimensions des particules de kénaf/cotonnier	93
1.4.	Caractéristiques mécaniques	97
1.4.1.	Essais de flexion.....	98
1.4.1.1.	Principe.....	98
1.4.1.2.	Intérêt	98
1.4.2.	Essai de traction	99
1.4.2.1.	Principe.....	99
1.4.2.2.	Intérêt	99
1.4.3.	Essai de torsion.....	100
1.4.3.1.	Principe.....	100
1.4.3.2.	Intérêt	100
1.4.4.	Essai d'Impact (essai de résilience) IZOD	101
1.4.4.1.	Principe.....	101
1.4.4.2.	Intérêt	102
1.5.	Caractérisation de la colle d'os	102
1.5.1.	Composition chimique de la colle d'os	102
1.5.2.	Propriétés thermiques de la colle d'os	103
1.5.3.	Propriétés rhéologiques de la colle d'os	104
1.6	Caractéristiques du polystyrène recyclé.....	107
2.	Optimisation des méthodes et procédés de mise en œuvre des écomatériaux	109
2.1.	Mise en œuvre des panneaux de particules	109
2.1.1.	Par thermo pressage	109
2.1.1.1.	Influence de la teneur en eau du Mat	113
2.1.1.2.	Influence de la température sur la densité, sur MOE et sur MOR	116

2.1.1.3.	Influence du taux de liant et de la température	120
2.1.1.4.	Influence de la durée de pressage.....	125
2.1.1.5.	Influence de la température de pressage sur la densité et la conductivité thermique des panneaux	127
2.2.	Conclusion.....	129
2.3.	Mise en œuvre d'un écomatériau à matrice polystyrène renforcée de charges en coques de cotonnier	131
2.3.1.	Elaboration du compound par extrusion bi-vis	131
2.3.2.	Mise en forme par injection moulage.....	134
2.4.	Conclusion.....	138
CHAPITRE 3 : DEVELOPPEMENT ET CARACTERISATION DE		139
PANNEAUX DE PARTICULES A BASE DE BOIS		139
DE TIGES DE COTONNIER ET DE KENAF		139
1.	Matériels	140
1.1.	Matières utilisées:.....	140
1.2.	Matériels d'élaboration	141
1.3.	Matériels de caractérisation	143
1.4.	Mesures thermiques.....	143
2.	Méthode.....	144
2.1.	Méthode d'élaboration optimisée des panneaux de particules.....	144
2.1.1.	Préparation des particules de kénaf (Hibiscus cannabinus L).....	144
2.1.2.	Préparation des particules de cotonnier.....	144
2.1.3.	Préparation du liant	144
Préparation du mat (mélange particules liant à thermopresser)		145
2.1.4.	Thermopressage des panneaux.....	145
2.1.5.	Caractérisation des panneaux de particules de kénaf/cotonnier.....	146
3.	Résultats de la mise en œuvre optimisée des panneaux de particules et discussion.....	147
4.	Conclusion.....	149
CHAPITRE 4 : DEVELOPPEMENT ET CARACTERISATION D'UN.....		150
COMPOSITE A MATRICE EN POLYSTYRENE.....		150
RENFORCE DE COQUES DE COTONNIER		150
1.	Matériels	150
1.1.	Matières premières	150
1.2.	Appareils utilisés	151
1.2.1.	Four pour séchage	151
1.2.2.	Microscope	151
1.2.3.	Broyeur mélangeur	151

1.2.4.	Alimentateur de polymère (la matière)	152
1.2.5.	Extrudeuse	152
1.2.6.	Granulateur	152
1.2.7.	Presse à injection	152
1.2.8.	Appareil pour la mesure de la masse volumique.....	152
1.2.9.	Balance d'humidité pour la mesure de l'humidité dans le mélange.....	152
1.2.10.	Appareils pour les tests de résistance à la traction et à la flexion	152
1.2.10.1.	Traction	153
1.2.10.2.	Flexion.....	153
1.2.10.3.	Appareil pour les analyses de résistance à la torsion	154
1.2.10.4.	Appareil pour les analyses de résistance à l'impact.....	154
2.	Méthodes	155
2.1.	Préparation de la matière première.....	155
2.2.	Elaboration des granulés : extrusion et granulation	157
2.2.1.	Paramètres pour l'extrusion	157
2.2.2.	Montage pour l'extrusion	158
2.3.	Mise en forme par injection - fabrication des éprouvettes et des échantillons du matériau composite Biosourcé	158
2.4.	Caractérisation mécanique (flexion-traction-torsion-impact)	160
3.	Résultats	160
3.1.	Micrographie de la structure des composites élaborés.....	160
3.2.	Résultats des essais mécaniques.....	162
3.2.1.	Masse volumique.....	164
3.2.2.	Traction	165
3.2.2.1.	Module de traction	165
3.2.2.2.	Contraintes maximales à la traction	166
3.2.2.3.	Elongation à la rupture	167
3.2.3.	Flexion 3 points (NORME NF EN ISO 178).....	168
3.2.3.1.	Module élastique de flexion (E)	168
3.2.4.	Essai d'impact (NORME NF EN ISO 458-1).....	169
3.2.5.	Essai de torsion (NORME NF EN ISO 458-1)	170
4.	Discussions.....	172
4.1.	Analyse des propriétés mécaniques.....	172
4.1.1.	Flexion.....	172
4.1.2.	Impact.....	173
4.1.3.	Traction	173
5.	Conclusion.....	175

6.	PERSPECTIVES	176
	CONCLUSION GENERALE	179
	BIBLIOGRAPHIE	182

Liste des figures

Figure 1. Cycle de vie d'un produit manufacturé.....	7
Figure 2. Tableau synoptique de conception d'une pièce en matériau composite.....	12
(d'après A. Négrier et J.C. Rigal) [A 7 790].....	12
Figure 3 : structure d'un composite renforcé de charges particulières.....	16
Figure 4. Illustration de la distribution et de la dispersion des charges dans la matrice (MORTON, 1989).....	17
Figure 5-a. Structure d'une fibre végétale au sein d'un faisceau (Baley, 2004).....	18
Figure 5-b. Schéma de principe de la structure d'une fibre végétale (Baley, 2004).....	18
Figure 6. Organigramme de la classification des différentes fibres naturelles.	20
Figure 7. Courbes contrainte/déformation en flexion de composites : polystyrène expansé (EPS), carton bicouche (PB), amidon expansé et composites d'amidon expansé avec fibres, CaCO ₃ et fibres/CaCO ₃ (G. Glenn, et al., 2001).....	34
Figure 8. Module d'élasticité/masse volumique (E/ρ) du polystyrène expansé et des composites multicouches contenant des fibres (Stanojlovic-Davidovic, 2006).....	36
Figure 9. Schéma d'une extrudeuse monovis (Agassant et al, 1996 ; p.235).	43
Figure 10. Forces agissant sur la matière durant la rotation de la vis d'extrusion d'après (Trotignon, 1996).	44
Figure 11. Types de vis utilisées dans les extrudeuses bivis (Agassant, 1996; Trotignon, 1996).....	46
Figure 12. Exemples de différents systèmes de plastification de presse à injecter d'après (Rosato, 2000).	48
Figure 13. Eléments de base d'une machine d'injection moulage d'après (Rosato, 2000)	50
Figure 14. Schéma d'une presse à injecter électrique à vis de plastification	51
Figure 15. Vis de plastification standard d'une presse à injecter (Agassant et al., 1996).....	54
Figure 16. Plastification d'un polymère dans la zone de fusion :	56
a) retard à la fusion (Agassant, 1996),.....	56
b) plastification (Rubin, 1972).	56
Figure 17. Mélange et écoulement d'un plastique dans une vis de plastification (Rosato, 2000).....	57
Figure 18. Principe de fonctionnement standard d'une vis de plastification sur un plastique à injecter (Rosato, 2000).	57
Figure 19. Structure générale d'un moule d'injection (Pichon, 2001).....	58
Figure 20 : Moulage par compression (d'après Trotignon, 1996)	60
Figure 21. Les étapes dans le cycle de pressage (Adaptation de Wolcott, 1989)	62
Figure 22. Compression d'un Panneau de 0 à 75 % de déformation.	66
Les flèches indiquent la progression de la disparition des espaces vides (Adaptation de Lenth et Kamke, 1996a, b).	66
Figure 23. Module de relaxation pour un polymère amorphe dans le temps, la température et la concentration du diluent (Adapté de Ward, 1971).	68
Figure 24. Représentation schématique des phénomènes physiques lors du pressage à chaud des panneaux (Adaptation de Zavala et Humphrey, 1996)	70
Figure 25. Formation du profil de densité durant le pressage à chaud.....	74
(Adaptation de Wang et Winistofer, 2000a, b)	74
Figure 26 : schéma de principe de la méthode de la plaque chaude gardée.....	84
Figure 27. Schéma du dispositif expérimental de l'essai de désorption.	86
Figure 28. Isothermes d'absorption des fibres	86
Figure 29. Courbes de perte de masse de la tige entière de kénaf/cotonnier en analyse.....	91
thermogravimétriques sous air et sous azote.	91

Figure 30. Courbes de perte de masse de la tige sans écorce de kénaf en analyse thermogravimétriques sous air et sous azote.....	91
Figure 31. Courbes de calorimétrie des tiges de kénaf et cotonnier	92
Figure 32. Distribution granulométrique des particules de kénaf/cotonnier utilisées.....	94
Figure 33. courbe granulométrique des particules de kénaf/cotonnier suivant la taille de la maille du tamis	95
Figure 34. Dimensions des particules de grosse taille (a) : tiges de kénaf (b) : tiges de cotonnier (grossissement : x 7.5).....	96
Figure 35. Dimensions des particules de taille moyenne (a) : tiges de kénaf (b) : tiges de cotonnier (grossissement : x 10).....	96
Figure 35*. Dimensions des particules de taille moyenne (a) : tiges de kénaf (b) : tiges de cotonnier (grossissement : x 10).....	96
Figure 36. schéma de principe de l'essai de flexion.....	98
Figure 37. schéma de principe de l'essai de traction.....	99
Figure 38. Schéma de principe de l'essai de torsion	100
Figure 39. schéma de principe de l'essai de flexion.....	101
Figure 40. Courbe de calorimétrie différentielle de la colle d'os suivant la température, (Nenonene, 2009).....	104
Figure 41. Evolution de la contrainte de cisaillement t (N.m-2) d'une solution de colle d'os à 5 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse g (s-1), (Nenonene, 2009).....	105
Figure 42. Evolution de la contrainte de cisaillement t (N.m-2) d'une solution de colle d'os à 15 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse g (s-1), (Nenonene, 2009).....	105
Figure 43. Evolution de la contrainte de cisaillement t (N.m-2) d'une solution de colle d'os à 20 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse g (s-1).....	106
Figure 44. Evolution de la viscosité apparente h sous contraintes de cisaillement t imposées de 0,04 Pa et 0,08 Pa à 25 °C de solutions de colle d'os en fonction de leur teneur en matière sèche (%).	106
Figure 45. Influence de la teneur en eau sur la densité	114
Figure 46. Influence de la teneur en eau sur MOE.....	115
Figure 47. Influence de la teneur en eau sur MOR	115
Figure 48. Influence de la température sur la densité	118
Figure 49. Influence de la température sur MOE (kenaf)	119
Figure 50. Influence de la température sur MOR (kenaf)	119
Figure 51. Influence du taux de liant sur MOE.....	123
Figure 52. Influence de la température et du taux de liant sur MOE	123
Figure 53. Influence de la température et du taux de liant sur MOE	124
Figure 54. Influence de la température et du taux de liant sur MOR.....	124
Figure 55. Influence de la température et du taux de liant sur la densité ρ	125
Figure 56. Influence du temps de cuisson sur MOE et MOR	127
Figure 57. Influence de la température sur la conductivité thermique.....	129
Figure 58. Isothermes d'absorption des panneaux de kénaf/cotonnier	148
Figure 59. Evolution de la masse volumique des échantillons en fonction du taux de coques de cotonnier.....	164
Figure 60. Module de traction pour les composites avec 10%, 15% et 20% de coques de cotonnier.....	165
Figure 61. module spécifique de traction pour les différents composites	165
Figure 62. Contrainte maximale pour les composites avec 0%, 10%, 15% et 20% de coques de cotonnier.....	166
Figure 63. Contrainte maximale spécifique dans les composites.....	166
Figure 64. Elongation à la rupture pour les composites avec 0%,10%, 15% et 20% coques de	

cotonnier.....	167
Figure 65. Evolution de la contrainte de traction σ sur les 3 échantillons élaborés.....	168
Figure 66. Modules de flexion pour les composites avec 0%, 10%, 15% et 20% de coques de cotonnier.....	168
Figure 67. Evolution du module spécifique suivant le taux de coques dans le composite	168
Figure 68. Résistance à l'impact pour les composites avec 0%, 10%, 15% et 20% de coques de cotonnier.....	169
Figure 69. Evolution de la résistance spécifique selon le taux de coques dans le composite ...	169
Figure 70. Evolution du module de Coulomb en fonction du taux de coques	170
Figure 71. Evolution du module spécifique de Coulomb en fonction du taux de coques.....	170
Figure 72. Variation du module d'Young E et de la contrainte à la rupture Rm en traction du composite en fonction de sa masse volumique ρ	171

Liste des tableaux

Tableau 1 : Propriétés mécaniques des différentes fibres (Kalia et al., 2009)	22
Tableau 2 : Propriétés mécaniques des différentes fibres naturelles et de la fibre de verre (Wambua et al., 2003).	23
Tableau 3 : Comparaison entre les fibres naturelles et les fibres de verre (Wambua et al., 2003).....	23
Tableau 4 : Possibilités de réduction de poids (Joshi et al., 2003).....	25
Tableau 5 : Propriétés des panneaux de particules.....	30
Tableau 6 : Propriétés mécaniques de composites polystyrène/chanvre et fibre de verre (Vilaseca et al., 2004).....	33
Tableau 7 : Propriétés du PLA seul (Lee et al., 2003)	35
Tableau 8 : Propriétés mécaniques des composites (Lee et al., 2003)	39
Tableau 9 : Avantages et inconvénients de l'injection moulage d'après (Rubin, 1972).....	49
Tableau 10 : Composition quelques fibres végétales issues de tiges Sources: Danforth International, and TAPPI ; Han, 1998, CTP, 1996 in Etude Agrice, 1998.	87
Tableau 11 : Caractéristiques physico-chimiques des tiges de kénaf et du cotonnier (Kadia, 2011).....	88
Tableau 12 : Dimensions moyennes des particules et fibres dans les coupes granulométriques de broyat de tige de cotonnier	96
Tableau 13 : Dimensions moyennes des particules et fibres dans les coupes granulométriques de broyat de tige de kénaf.....	97
Tableau 14 : Composition chimique de la colle d'os	102
Tableau 15 : Résumé des propriétés physico-chimique du polystyrène	108
Tableau 16 : Propriétés du polystyrène recyclé utilisé dans l'étude:	108
Tableau 17 : Paramètres d'élaboration du Polystyrène source : Pichon-TI-Précis des matières plastiques-WEKA.....	109
Tableau 18 : influence de la teneur en eau sur la densité, MOE, et MOR (panneau en kénaf)	114
Tableau 19 : Influence de la température sur la densité, MOE et MOR (Kénaf).....	117
Tableau 20 : Influence de la température sur la densité, MOE et MOR (cotonnier)	117
Tableau 21-a : MOE et MOR en fonction du taux de liant et la température (kenaf).....	121
Tableau 21-b : MOE et MOR en fonction du taux de liant et la température (coton)	122
Tableau 22-a : Influence de la température et la durée de pressage sur la densité, MOE et MOR.....	126
Tableau 22 -b : Influence de la température et du taux de liant sur le temps de cuisson	126
Tableau 23 : influence de la température de pressage sur la densité et la conductivité thermique des panneaux	128
Tableau 24 : Profil 1 de température extrudeuse.....	132
Tableau 25. Profil 2 de température extrudeuse.....	133
Tableau 26 : Profil optimisé de température extrudeuse.....	133
Tableau 27 : profil 1 de température pour l'injection	135
Tableau 28 : profil de température retenu pour l'injection	135
Tableau 29 : Composition chimique de la colle d'os (A Y. Nénonéné, 2009)	141
Tableau 30 : Résumé des propriétés des panneaux élaborés avec les paramètres optimisés.	147
Tableau 31 : détermination de la masse volumique au pycnomètre	156
Tableau 32 : Conditions de mise en œuvre des composites sur l'extrudeuse	158
Tableau 33 : Caractéristiques techniques de la presse à injection hydraulique Arburg 370 S 700-70.....	159
Tableau 34 : Résultats des mesures de masse volumique et de l'essai de flexion	162

Tableau 35 : Résultats de l'essai de traction	163
Tableau 36 : Résultats de l'essai de torsion	163
Tableau 37 : Résultats de l'essai d'impact	164
Tableau 38 : propriétés spécifiques de quelques matériaux	171
Tableau 39 : tableau comparatif des propriétés de l'éocomposite (PS recyclé+coques de cotonnier) et d'autres matériaux	172

Liste des photos

Photo 1 : Emission de résidus d'égrenage dans l'environnement d'une usine d'égrenage de coton (Cliché © Cirad)	2
Photo 2 : Coques de cotonnier.....	2
Photo 3 : Champ de kénaf	81
Photo 4 : Champ de cotonnier	81
Photo 5 : Tiges de kénaf avec écorces.....	82
Photo 6 : Tiges de kénaf sans écorces	82
Photo 7 : Tiges de cotonnier après récolte de coton graine.....	82
Photo 8 : Coton graine récolté.....	82
Photo 9-a : image de coques de cotonnier x40.....	83
Photo 9-b : image de Coques de cotonnier x10.....	83
Photo 10.a) : Bois de kénaf hachées (5 à 15 cm)	110
photo 10.b) : Broyat de kénaf (0 à 5 mm)	110
Photo 11 : Tiges de cotonnier hachées	110
Photo 12 : Tiges de cotonnier broyées.	110
Photo 13 : Le moule vide	111
Photo 14 : Moule rempli du mat.....	111
Photo 15 : Panneaux de particules thermopressés sains.....	112
Photo 16 : Panneaux de particules floqués.....	112
Photo 17 : Coques de cotonnier non broyées	131
Photo 18 : Résidus de polystyrène broyé	131
Photo 19 : Mélange de polystyrène et des coques de cotonnier broyé.....	131
Photo 20 : Granulés	133
Photo 21 : Empreinte du moule suite « à un coup de feu ».....	135
Photo 22 : Eprouvettes de traction injectées	137
Photo 23 : Broyeur Marlex de la colle d'os	142
Photo 24 : Broyeur à couteaux des particules	142
Photo 25 : Thermopresse hydraulique CARVER	142
Photo 26 : Poste de flexion Texture analyser	143
Photo 27 : Microscope Nikon AZ100	143
Photo 28 : Appareil de mesure de la conductivité thermique (λ).....	143
Photo 29 : Panneaux de particules thermopressés sains.....	146
Photo 30-a : image surface panneau (x 5)	146
Photo 30-b : image surface panneau (x 10).....	146
Photo 31 : Eprouvettes pour essais de flexion (a), de traction (b) et le gonflement dans l'eau (c)	147
Photo 32 : Machine de traction	153
Photo 33 : Machine de Flexion	154
Photo 34 : Machine de torsion.....	154
Photo 35 : Machine d'impact	155
Photo 36 : Balance d'humidité	157
Photo 37 : Montage de l'extrusion	158
Photo 38 : Presse à Injecter	159
Photo 39 : Eprouvettes de traction injectées	159
Photo 40 : Images de la structure interne du matériau au microscope Nikon AZ100 pour 0%, 10%, 15% et 20%de coques de cotonnier	161
Photo 41 : Observation au microscope des surfaces des produits injectés.....	161

INTRODUCTION GENERALE

Le Burkina Faso est un pays essentiellement agricole. Le coton (*Gossypium Hirsutum*) et le kénaf (*Hibiscus cannabinus L.*) sont deux cultures de rente, très répandues.

Le kénaf est une plante annuelle, qui est cultivée pour l'exploitation de ses fibres d'écorces qui sont utilisées en général pour le cordage; le reste de la plante après l'extraction des fibres est laissé dans la nature ou brûlé comme énergie de chauffe ce qui constitue une source de pollution environnementale.

La production de coton est la première culture de rente du pays. Elle représente 60% des recettes d'exportation, et contribue à hauteur de 35% à la formation du produit intérieur brut (PIB) selon le «Rapport sur le développement humain 2009 (Nations unies) ».

Le Burkina produit en moyenne 500 000 tonnes de coton par an. La culture du coton engendre une quantité importante de déchets agricoles parmi lesquels on trouve les tiges de cotonnier qui sont le plus souvent délaissées dans les champs après les récoltes à travers toute l'étendue du territoire. Ces tiges de cotonnier, (300 000 à 450000 tonnes) ne sont ni valorisées ni transformées mais souvent brûlées dans les champs pour s'en débarrasser ou utilisées comme énergie de chauffe.

Par ailleurs, l'industrie d'égrenage du coton fournit trois sous-produits principaux à savoir :

- les graines : utilisées pour la production d'huile,
- la fibre : utilisée pour l'industrie textile le plus souvent,
- les résidus issus de l'égrenage (voir photo 2) « les coques de cotonnier » : Ils représentent 30% du volume traité et sont très peu transformés et valorisés (en général sous forme de tourteaux pour le bétail), mais souvent brûlés pour l'énergie de chauffe ou à l'air libre pour s'en débarrasser ; cela constitue un problème environnemental du fait de la pollution engendrée par le CO₂ dégagé.

Enfin les processus d'égrenage utilisent très largement le transport de matière par air qui disperse dans l'atmosphère des déchets de fibres et poussières de taille variable. Cette situation est d'autant plus préoccupante que les usines sont souvent situées dans des zones habitées, voire en ville ce qui nécessite que les législations pour la protection de l'environnement doivent être renforcées.



Photo 1 : Emission de résidus d'égrenage dans l'environnement d'une usine d'égrenage de coton.

(Cliché © Cirad)



Photo 2 : Coques de cotonnier

Face à cette pollution environnementale, il devient urgent de rechercher des pistes de solutions pour pallier au problème. L'objectif de ce travail est double. Il s'agit :

- ✓ d'une part, de développer des composites biosourcés, par incorporation de biomasses polluantes et sans valeur marchande (les coques de cotonnier) dans du polystyrène recyclé pour réduire leur nuisible impact environnemental.
- ✓ d'autre part de développer des panneaux de particules à partir des bois de tiges de cotonnier et de tiges de kénaf associées à de la colle d'os.

En outre, ce sujet présente un intérêt économique pour un pays comme le Burkina Faso dans la mesure où il valorise des ressources naturelles très répandues dans le pays et dans la région ouest-africaine.

Le présent travail se fixe pour objectifs de valoriser deux résidus de la biomasse non alimentaire à savoir : les tiges de cotonnier et les tiges de kénaf d'une part et d'autre part, les coques de cotonnier à travers leur transformation pour l'élaboration de deux matériaux composites.

Deux applications principales sont visées :

- un premier matériau en panneau de particules de fibres végétales formé par des tiges de cotonnier ou des tiges de kénaf associées à un liant naturel pour une application dans le domaine de l'isolation thermique d'intérieur;
- un second matériau composite biosourcé obtenu par l'ajout de fibres végétales (résidus de coques de cotonnier) à une matrice polymère (polystyrène recyclé). Ces

deux matériaux composites sont élaborés et caractérisés suivant la démarche éco-conception en se basant sur le concept « Produit/Process/Matériaux ».

Pour atteindre les objectifs fixés, ce travail est structuré en quatre parties comme suit :

Le premier chapitre présente tout d'abord le contexte environnemental de l'étude et notamment la place de la mécanique et des matériaux dans la problématique du développement durable. Les concepts d'éco-matériau et d'éco-conception seront également précisés dans cette partie. L'état de l'art est focalisé sur l'utilisation d'agroressources dans les matériaux polymères : une revue bibliographique concernant le renforcement de matrices polymères thermoplastiques par des fibres végétales ainsi qu'une synthèse des récents travaux menés sur le développement d'éco-matériaux pour différents domaines de conception sont présentés. Enfin l'étude fait le point sur les potentiels de développement, les méthodes de production et les propriétés de ces nouveaux matériaux puis énonce la problématique de recherche à laquelle nos travaux vont tenter de répondre. Ainsi les différents matériaux composites et les méthodes et procédés d'élaboration ont été décrits, puis les limitations identifiées dans l'élaboration de ces matériaux présentées.

La deuxième partie traite de la caractérisation des matières premières utilisées dans ce projet et regroupe des résultats issus de la bibliographie et des résultats expérimentaux obtenus durant cette étude. Elle s'intéresse aux constituants des deux matériaux composites élaborés respectivement (le composite biosourcé et le composite en panneaux de particules). Dans cette partie une exploration des propriétés physico-chimiques, mécaniques et thermiques des différents constituants est présentée. Dans un premier temps, les propriétés chimiques, physiques et mécaniques des fibres végétales sélectionnées pour ce projet, à savoir la tige de kénaf, la tige de cotonnier et les coques de cotonnier, seront analysées et comparées à celles d'autres types de fibres végétales ou synthétiques. Ensuite les constituants de la matrice liante (la colle d'os), et de la matrice polymère (le polystyrène) seront également analysés. Les compositions physico-chimiques de la colle d'os ainsi que les mécanismes de prise qu'elle induit seront notamment décrits.

Les caractéristiques physiques, thermiques et mécaniques du polystyrène recyclé seront présentées.

Enfin l'influence des paramètres de mise en œuvre sur les propriétés des deux matériaux élaborés sera étudiée dans le but d'optimiser les procédés de mise en œuvre retenus en vue d'une élaboration de ces matériaux dans des conditions optimales garantissant l'atteinte des performances attendues en termes de propriétés physiques et mécaniques.

Les troisième et quatrième parties portent sur la mise en œuvre des méthodes d'élaboration des composites retenues et les essais et tests de caractérisation utilisés en vue de déterminer les propriétés physiques, mécaniques et thermiques des matériaux élaborés. Ainsi les résultats de ces essais qui portent sur la détermination de propriétés mécaniques telles que le module de flexion, le module de traction, les contraintes à la rupture et les contraintes maximales, la résistance à l'impact, le module de cisaillement, et sur la détermination de propriétés physiques telles que la densité, l'absorption d'eau, et enfin sur la détermination de propriétés thermiques telle que la conductivité thermique sont présentés puis comparées à ceux retenues par la norme, ou présentes dans la littérature. Ce qui nous permet de conclure sur la qualification des matériaux élaborés à satisfaire une utilisation dans un domaine d'application donnée.

Enfin l'utilisation de certaines propriétés déterminées précédemment telles que le module d'élasticité (E), la densité (ρ), le module de cisaillement (G) et le coefficient de Poisson (ν) dans un modèle de simulation numérique par éléments finis développé avec le code de calcul Abaqus, permettra d'accéder au comportement du matériau sous divers chargements en flexion, traction et torsion, et d'optimiser les formes et les dimensions des produits lors de leur conception pour une application donnée conformément à un cahier de charge produit.

CHAPITRE 1 : ETAT DE L'ART ET PROBLEMATIQUE DE RECHERCHE

1. Place de la science des matériaux dans le concept du développement durable

1.1. Contexte environnemental

Ces dernières décennies ont été marquées par une prise de conscience généralisée quant aux actions de l'homme sur la nature dont les conséquences ont eu pour manifestations : le réchauffement climatique de la planète, la pollution de l'air et des eaux, et surtout l'épuisement annoncé des ressources naturelles, etc. Face à cette menace qui met en cause la survie même de l'humanité, des voix s'élèvent de plus en plus pour prôner un autre type de développement, voire un autre type de comportement. C'est ainsi qu'est né le concept du « développement durable ».

Le développement durable est sans aucun doute le concept le mieux partagé au plan international à ce jour, puisque tous les médias en parlent à longueur de journée, même si on est encore loin d'un consensus au plan international sur les moyens et méthodes de sa mise en œuvre. Dans un tel contexte, il importe de se pencher sur les enjeux réels. Selon de Vergès M., (2009) : « le développement durable doit répondre au besoin du présent sans compromettre la capacité des générations futures à répondre aux leurs ». Les travaux de K. Halada en 1992, s'inscrivent dans ce cadre lorsqu'il a défini la notion d'éco-matériaux comme « des matériaux devant contribuer à la réduction de l'impact environnemental lié aux activités humaines ». Ainsi cette définition montre que les matériaux sont appelés à jouer un rôle de premier plan dans ce contexte. La notion d'éco-matériau ainsi défini, recouvre des matériaux aussi bien usuels qu'innovants, ainsi que des utilisations variées.

1.2. Problématique environnementale et industrie mécanique

L'industrie mécanique est perçue à tort ou à raison au même titre que la chimie comme les sources principales de dégradation, de pollution de notre environnement notamment à travers les déchets et rejets engendrés pendant les activités de production, à la phase d'utilisation des produits et enfin quand les produits arrivent en fin de vie. A ce titre l'industrie mécanique se trouve au cœur des enjeux et problématiques du développement durable. Cependant la mécanique est moins concernée que les entreprises métallurgiques par certains enjeux environnementaux.

Comme toute industrie, elle est confrontée au traitement des déchets de fabrication (huiles, boues, chutes de métaux...) et de ceux liés aux fournitures (papier, emballage, conteneurs, chiffons). Des difficultés persistent en effet dans la collecte de ces déchets car les quantités individuelles restent faibles et dispersées.

Les industries mécaniques s'engagent dans un processus de développement durable.

Elles proposent des procédés plus propres tels que la presse adiabatique, l'usinage et le formage à sec, l'utilisation de nouveaux produits de traitements de surface excluant produits volatils et chlorés. Dès la conception, une réflexion sur l'impact environnemental (éco-conception) accompagne aussi quelques démarches individuelles. C'est pourquoi relever le défi du développement durable passe par une nouvelle vision sur la production des produits industriels depuis la conception, jusqu'à la fin de vie du produit en passant par la fabrication et l'utilisation. C'est cette nouvelle vision que tente de s'approprier l'industrie mécanique d'aujourd'hui notamment à travers son concept de « cycle de vie d'un produit ». L'étude du cycle de vie est un outil qui vise à identifier les interactions entre l'activité de production, le produit et l'environnement comme le montre la figure 1.

Considérons la fabrication et l'utilisation d'un produit manufacturé comme une boîte noire (figure 1). En entrée, nous avons des ressources naturelles et de l'énergie tandis qu'en sortie nous avons divers impacts environnementaux.

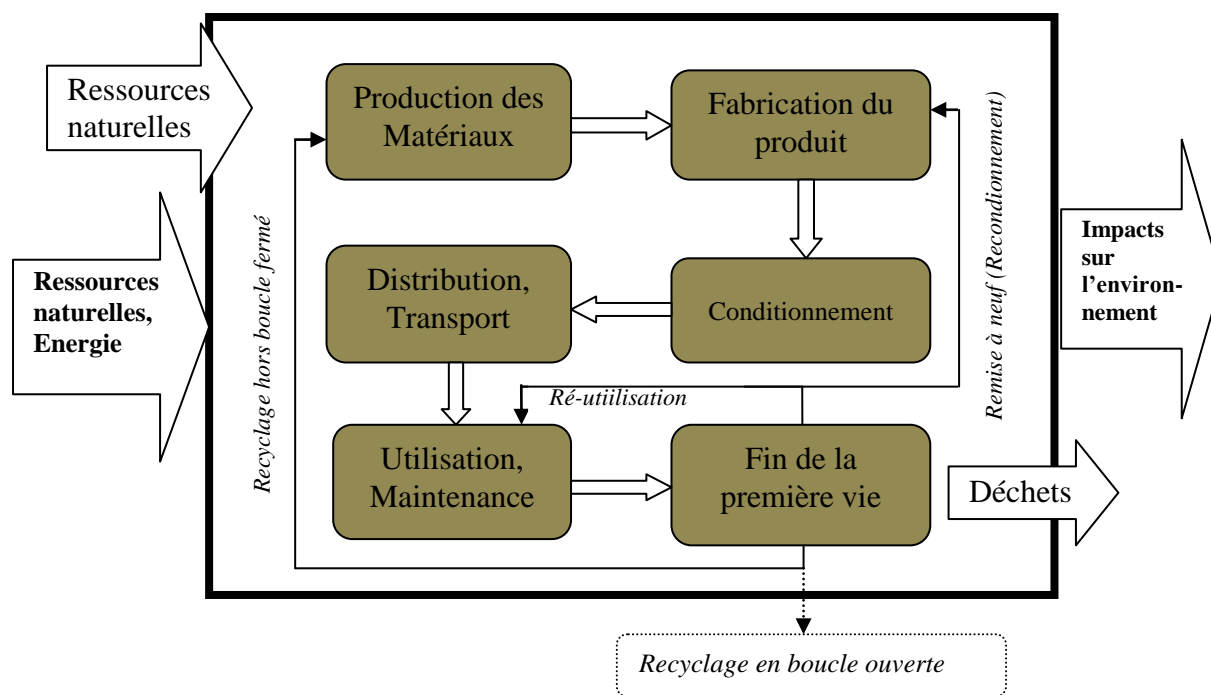


Figure 1. Cycle de vie d'un produit manufacturé (Ashby M., 2007)

Les déchets constituent l'impact environnemental le plus visible. Leur incinération peut s'accompagner d'une valorisation énergétique sous forme de chaleur ; d'autres alternatives sont le stockage ou l'enfouissement. Les déchets sont de plus en plus taxés, leur incinération pose parfois des problèmes environnementaux (émission toxiques...) et leur stockage s'avère difficile (manque de place, législation...), coûteux ou dangereux.

Sur la figure 1 (Ashby M., 2007) qui représente le cycle de vie d'un produit manufacturé, à chaque étape des impacts environnementaux sont générés. En fin de vie, le produit est considéré comme un « déchet ». Plusieurs alternatives au stockage, à l'enfouissement ou à la valorisation énergétique existent : le recyclage (en boucle ouverte ou fermée), la réutilisation des produits manufacturés et le reconditionnement (remise à neuf). Sont appelées matières premières secondaires des matières ayant déjà été incorporées au moins une fois à un produit : elles n'ont pas forcément les mêmes propriétés physiques que les matières premières initiales. C'est par exemple le cas des polymères styréniques tel que le polystyrène qui fera d'ailleurs l'objet de notre étude dans ce travail.

1.3. Enjeux économiques

Le marché est de plus en plus caractérisé par des clients ou consommateur sensibles à l'impact du produit acheté sur l'environnement. À cela on doit associer l'imposition de normes de production et notamment environnementales, que ce soit au plan national, régional ou international, aux entreprises. Toute entreprise qui mène une activité de production doit obligatoirement respecter ces normes sous peine de voir ses produits disqualifiés sur le marché.

Ces normes qui peuvent porter sur l'hygiène, la sécurité et l'environnement peuvent concerner en plus des produits, l'ensemble de la chaîne de production, sans oublier la gestion ou le traitement des déchets générés par l'entreprise à travers la mise en place d'un système de qualité qui a bien entendu un coût.

Dans ce contexte, le respect ou le non respect des normes a forcément un coût économique. Toutefois, une petite touche ou amélioration d'un produit notamment au plan environnemental peut engendrer un gain substantiel pour l'entreprise surtout s'il s'agit d'un produit manufacturé de grande consommation.

Cela permet d'appréhender les spécificités du développement durable pour les produits spécifiques aussi.

L'instauration des normes a eu pour effet d'accroître la responsabilité des fabricants en France et Europe selon (Ashby M., 2007).

Néanmoins la situation est loin d'être simple car l'amélioration, en termes d'impacts environnementaux, d'une phase de vie d'un produit peut, au contraire, dégrader une autre phase. Par exemple comment juger de la pertinence d'un recyclage dont le coût énergétique est très important? La notion d'eco-conception est une tentative de réponse à ces questions complexes.

1.4. Eco-conception et éco-matériaux

1.4.1. Principe de l'eco-conception

L'eco-conception est un concept utilisé au plan international et développé par le «World Business Council for Sustainable Development» lors du sommet de Rio de 1992. Il s'agit d'intégrer l'environnement dès la phase de conception des produits, en s'appuyant sur une approche globale et multicritère des impacts sur l'environnement,

ainsi que sur la prise en compte de toutes les étapes de vie des produits. Cette démarche peut s'accompagner d'un système de management environnemental (SME) au sein de l'entreprise.

L'éco-conception intègre dans sa démarche l'analyse du cycle de vie (ACV), même s'il est difficile d'estimer l'impact environnemental du produit à certaines phases de sa vie.

Pour un produit standard, on doit établir, pour chaque phase de la vie, le coût en termes de ressources (matières premières, énergie), l'inventaire des émissions et l'estimation de l'impact sur l'environnement. Cela requiert des bases de données sur les matériaux et les procédés de fabrication, autrement dit des données nombreuses, parfois difficiles à obtenir. De plus la démarche d'éco-conception est coûteuse en temps et en argent, d'où la nécessité de mettre au point des éco-indicateurs pertinents et utilisables dans la pratique (Rydh C.J. et al., 2005 ; Tiruta-Barna L. et al., 2007). L'ACV est surtout utilisé pour comparer des solutions technologiques entre elles. Elle est seulement appliquée à quelques composants du produit complet et se limite le plus souvent à quelques critères environnementaux et/ou à certaines phases de vie du produit.

1.4.2. Eco-matériaux

Le terme d'éco-matériaux est défini dans une publication de Kohmei Halada en 1992 (Halada K., 1992, 31, p. 505-512) et cette notion prend tout son sens dans le contexte de développement durable et d'éco-conception.

De manière générale, il s'agit de matériaux qui contribuent à la réduction de l'impact environnemental liés aux activités humaines. Halada a classé les éco-matériaux en 4 grandes catégories (Halada K., 2003, p. 209-216) :

- Les matériaux contenant moins de substances dangereuses

Il va s'agir par exemple de matériaux sans plomb, sans gaz halogènes (retardateur de feu, substitut du PVC...), sans mercure, de matériaux semi-conducteurs moins dangereux pour l'environnement...

- Les matériaux avec un meilleur profil environnemental

Cette catégorie inclut :

- des matériaux issus de ressources renouvelables (Baley C., 2002 ; Bodros E. et al., 2007 ; Dupré B., 2005) : matériaux à base de plantes, de bois, tels les bioplastiques (bio-polymères)...
- des matériaux obtenus à partir de déchets : ciments obtenus à partir de déchets municipaux ou de cendres (résidus de combustion), bétons légers contenant des granulats de caoutchouc (granulation de pneus usés (Benazzouk A. et al., 2003, 2006 ; Bonnet S., 2003 ; Turki M., 2007), bétons légers contenant des granulats de plastique (broyats de PET et PEHD obtenus mécaniquement à partir de bouteilles plastiques (Yazoghli O., 2005))...
- des matériaux issus de procédés de fabrication ayant moins d'impacts sur l'environnement...

- Les matériaux avec un potentiel de recyclage plus important

On peut citer les aciers recyclables, des matériaux composites recyclables (composites décomposables, composites de la même famille de matériaux), des aciers avec peu d'impuretés...

- Les matériaux présentant un rendement supérieur par rapport aux ressources utilisées.

Les produits d'origine végétale sont très présents : Il s'agit de valoriser des agro-ressources non alimentaires parmi lesquels des déchets agricoles et agro-alimentaires.

La définition des éco-matériaux peut encore être étendue aux matériaux qui entrent dans la fabrication de systèmes de contrôle et/ou de traitement de la pollution, de procédés de traitement et/ou de recyclage et de procédés de fabrication plus respectueux de l'environnement. L'amélioration du taux de recyclage des gisements de matières plastiques, pour lesquelles le tri automatique est difficile, peut entrer dans cette catégorie.

Enfin, comme le soulignent Yagi et Halada (Yagi K. et al., 2001), nous allons utiliser les matériaux mieux et plus longtemps, ce qui implique de repenser la «science des matériaux » dans le cadre de l'eco-conception et des éco-matériaux.

L'approche de ces auteurs est par ailleurs intéressante puisqu'ils lient les notions d'environnement et de gestion des risques, une dimension souvent oubliée lorsqu'on traite de développement durable (Yagi K. et al., 2001).

Nos travaux qui portent sur la valorisation de la biomasse non alimentaire polluante et le recyclage de déchets plastiques sont en adéquation avec cette approche.

2. Problématique pour la mécanique

2.1. Matériaux innovants

Les matériaux innovants qui font partie des éco-matériaux sont le plus souvent des composites élaborés avec des combinaisons nouvelles ayant pour renfort des fibres issues de ressources végétales ou d'agro ressources ou même de la biomasse végétale. Diverses compétences sont nécessaires pour leur élaboration à savoir : l'agronomie, la chimie, la biochimie, la mécanique, etc.

Ainsi, à l'instar de l'aéronautique, dans le secteur automobile les objectifs sont entre autres de diminuer la consommation énergétique et les émissions de pollution tout en assurant la sécurité des passagers et la recyclabilité des véhicules en fin de vie ; cela passe nécessaire par l'allègement des structures et l'utilisation des fibres végétales à cette fin semble une approche assez fiable et même déjà expérimentée dans l'industrie.

Cependant, les fibres se distinguent surtout par la variabilité de leurs propriétés dans le temps, et selon le lieu de leur culture. Cette variabilité des propriétés pose le problème de la modélisation du comportement mécanique du matériau qui est pourtant indispensable pour une utilisation industrielle. Il faut alors trouver un compromis entre le caractère «durable», les propriétés thermiques, hydriques, acoustiques et mécaniques, tout en veillant à ce que la fonction technique soit remplie. Cela nécessite une certaine pluridisciplinarité et un dialogue avec tous les acteurs de la filière, du fournisseur de matières premières jusqu'aux assurances. Cela pose aussi le problème des objectifs contradictoires qu'il faut concilier à travers une utilisation des technologies économiquement viables.

L'originalité ici tient du fait que le mécanicien peut intervenir dès la phase d'élaboration du matériau afin d'apporter son expertise technique à des industriels

et/ou à des chercheurs issus d'autres disciplines (chimie, physique, biologie, agriculture, économie, génie civil, génie des procédés...). C'est pourquoi l'étude et la mise au point d'un éco-matériau innovant doit se baser sur le concept : « Produit, Procédé, Matériaux » dans toute démarche d'éco-conception (figures 2).

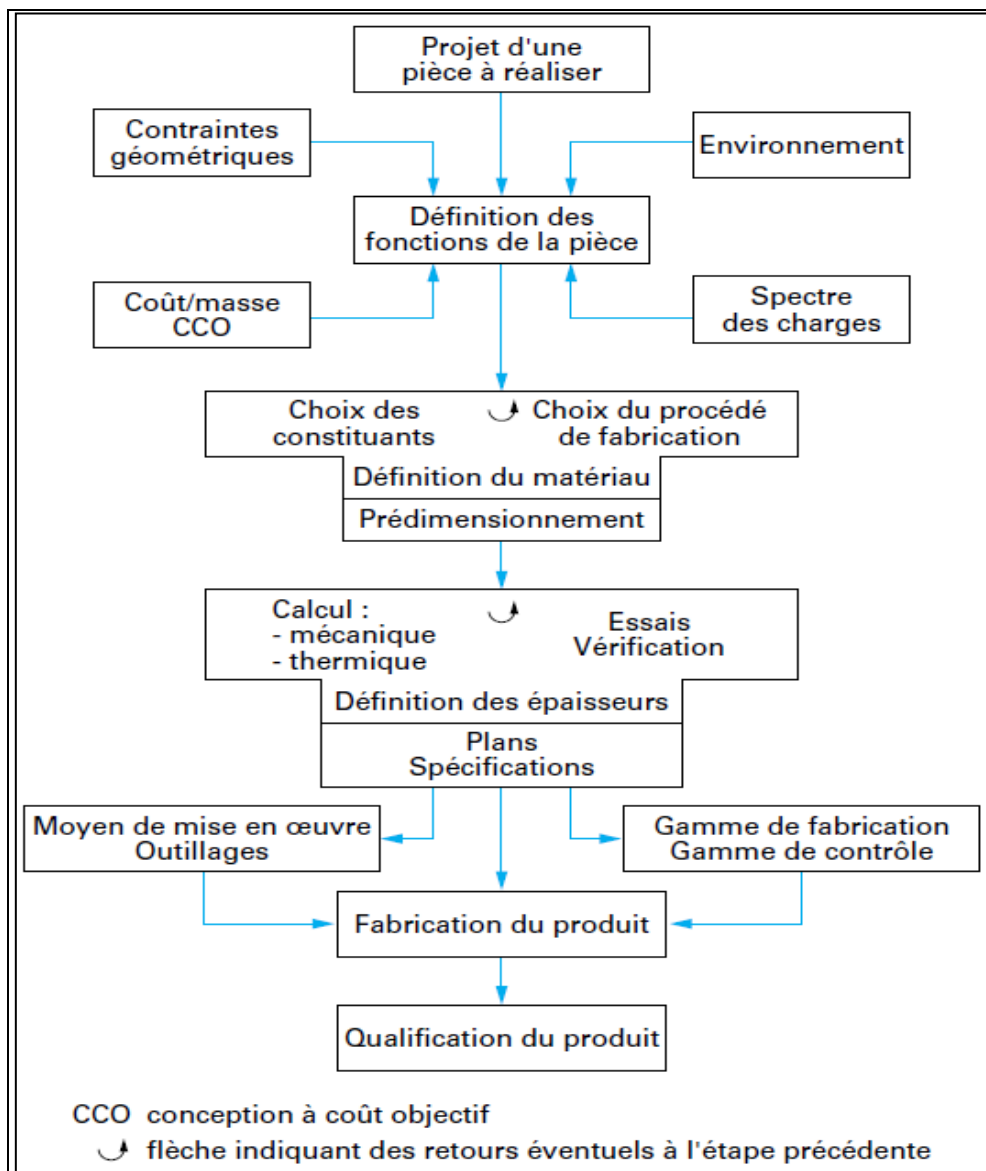


Figure 2. Tableau synoptique de conception d'une pièce en matériau composite (d'après A. Négrier et J.C. Rigal) [A 7 790]

Comme le montre la figure 2, l'utilisation d'un éco-matériau dans un dispositif ou équipement, en vue de remplir une fonction technique, suppose que celui-ci a au préalable satisfait à une étude sur un ou plusieurs des aspects suivants : optimisation de forme, calcul de dimensionnement des structures, sollicitations complexes et sévères, comportement mécanique en fatigue, mécanique de l'endommagement, mécanique des matériaux hétérogènes, approches multi-échelles, couplages multi-physiques et autres

conditions liées à l'environnement d'utilisation pour vérifier sa capacité à supporter et résister à ces facteurs.

Il apparaît alors que tout cela relève du domaine de la mécanique.

Enfin, le recyclage, la réutilisation des matières recyclées, l'élaboration de matériaux biodégradables, l'amélioration des processus de fabrication répondent sans aucun doute aux objectifs contenus dans la définition des écomatériaux et interpellent le domaine de la mécanique.

3. Généralités sur les Matériaux composites

3.1. Introduction

De tous temps les matériaux ont été essentiels pour l'évolution des civilisations : c'est ainsi que de grandes époques de notre humanité ont été référencées aux matériaux : âge de pierre, âge de bronze, âge de fer ...

Aujourd'hui dans notre monde de haute technologie aux évolutions rapides, les innovations dans le domaine des matériaux sont au cœur de bien des avancées industrielles et elles se succèdent à un rythme très soutenu.

Les matériaux composites font partie des matériaux dits "nouveaux" et vont retenir notre attention dans cette étude. Les premiers matériaux composites créés par l'homme furent sans doute à base de bois. Un des tous premiers composites est l'arc traditionnel mongol qui date d'environ 2000 ans av. J.-C. L'âme de l'arc est en bois et contrecollée de tendon au dos et de corne sur la face interne. Durant le moyen-âge, un matériau composite populaire pour la construction, le torchis, fut utilisé pour ses propriétés isolantes et son faible coût. En 1823, Charles Macintosh créa l'imperméable en imprégnant du caoutchouc sur du tissu. Par la suite, en 1892, Hennebique déposa un brevet sur un matériau très semblable au béton armé d'aujourd'hui. Fabriqués à partir de dérivés de l'industrie pétrochimique, les composites à fibres de verre sont les plus répandus dans les applications industrielles à cause des performances techniques liées à leurs excellentes propriétés mécaniques et thermiques.

Un matériau composite est un assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles, mais ayant une forte capacité d'adhésion. Le nouveau matériau ainsi constitué possède des propriétés que les éléments seuls ne possèdent pas. En

combinant deux phases différentes, par exemple un polymère tel que le polypropylène et de la fibre de verre, il est possible de créer un matériau beaucoup plus intéressant du point de vue mécanique que le polypropylène seul, mais à un coût moindre que la fibre de verre seule. Le matériau ajouté, souvent sous forme de fibre, est appelé le renfort, tandis que le matériau présent en plus grande quantité et qui assure la cohésion dans la structure est appelé la matrice. Dans l'exemple précédent, le polypropylène est la matrice et la fibre de verre est le renfort. Les matrices les plus communes sont les polymères thermoplastiques, thermodurcissables ou élastomères (les caoutchoucs). Il existe également des matrices de type céramique ou métallique, mais seules deux matrices sont concernées dans ce travail (la matrice thermoplastique et la matrice thermodurcissable). Les renforts les plus utilisés à ce jour sont les fibres de verre et de carbone, bien que les fibres naturelles gagnent en popularité. L'utilisation des matériaux composites s'est répandue très rapidement ces dernières années à tel point qu'ils sont devenus omniprésents dans notre vie de tous les jours à travers des applications dans des domaines aussi divers que l'industrie automobile, l'ameublement, la construction, l'agroalimentaire, la marine, l'aéronautique, la décoration, le sport et les loisirs et même la santé.

Cette évolution s'est encore généralisée dans d'autres secteurs de la vie avec l'élaboration des matériaux composites à fibres naturelles.

Outre les fibres artificielles ou synthétiques, c'est-à-dire celles créées par l'homme, il y a plusieurs types de fibres d'origine naturelle (Baley, 2005). Comme il est mentionné ci-dessus, les fibres naturelles ont sans aucun doute été les premières à être utilisées par l'homme. Ce qui justifie l'utilisation des fibres naturelles, c'est tout d'abord leurs impacts environnementaux qui sont beaucoup moindres que les fibres artificielles. Ces fibres sont biodégradables et renouvelables. Finalement, les fibres naturelles peuvent permettre d'atteindre des propriétés mécaniques intéressantes, tout en réduisant de façon significative le coût des composites. Il est important de spécifier que le terme « fibre naturelle » comme le montre la figure 6, regroupe aussi bien les fibres d'origine végétale (cellulose), animale (protéine) que minérale (Robert, 2005 ; Baley, 2005). Les fibres naturelles les plus intéressantes à utiliser sont celles qui possèdent déjà à la base une propriété de renfort ou de support. Un autre point intéressant à mentionner est que,

de par la très grande différence entre les fibres naturelles, les propriétés mécaniques varient énormément d'une fibre à l'autre. Les fibres d'origine animale les plus intéressantes sont sans doute les soies (Baley, 2005). De par leur structure complexe, les soies possèdent d'excellentes propriétés de résistance à l'allongement supérieures à celles des fibres artificielles. Quant aux fibres naturelles d'origine végétale, en plus de la fibre de chanvre qui se distingue des autres fibres par ses propriétés intéressantes de bonne rigidité et de résistance à la rupture (Baley, 2005), il y'a aussi la fibre de kénaf et la fibre de coton qui possèdent de bonnes propriétés de résistance et de rigidité. Une limitation majeure de l'élaboration des matériaux dans le domaine des fibres est la température maximale de mise en forme. Bien que les technologies pour mettre en forme les matériaux composites soient souvent les mêmes (extrusion, injection, compression), une température maximale de l'ordre de 200 à 230°C ne doit pas être dépassée, puisqu'à ces températures commence la dégradation des fibres (Ouajai et al., 2005). Finalement, un autre aspect non négligeable des fibres naturelles est leur décomposition. En les jumelant à un polymère biodégradable, il serait possible de créer des matériaux composites « verts » ayant peu d'impact sur l'environnement : 100% recyclable (Stanojlovic-Davidovic A., 2006).

Ces matériaux peuvent se présenter sous différentes formes généralement dépendantes de la géométrie du renfort (particules, fibres longues ou courtes introduites dans les tissus...). Les composites qui nous préoccupent ici, font partie de la famille des composites des fibres courtes et de celle des composites dits particuliers. Pour les composites dits particuliers, la matrice conserve la disposition géométrique des renforts et leur transmet les sollicitations auxquelles elle est soumise. Ces matériaux sont hétérogènes à l'échelle microscopique mais sont considérés macroscopiquement comme homogènes selon la taille de la pièce (Berthelot, 1992 ; Chapman et Hall, 1993; Gay, 1987;).

Les matériaux composites sont développés et choisis pour leurs caractéristiques mécaniques, thermiques, chimiques, etc... Les propriétés obtenues sont généralement meilleures que celles de la matrice seule. Bien évidemment, il est impossible de réunir l'ensemble de ces propriétés dans un même composite (Nielsen, 1970) ; mais, par rapport aux caractéristiques recherchées, on peut trouver des solutions optimales.

La progression des connaissances sur les différents matériaux constitutifs permet un contrôle permanent des différents paramètres de conception, ce qui a pour effet d'améliorer considérablement les propriétés des matériaux composites résultants. Les matériaux ainsi obtenus sont de plus en plus performants dans les différents domaines d'application.

Dans leur utilisation, les matériaux composites sont soumis à différents phénomènes de dégradation, qu'ils soient d'ordre mécanique, chimique ou bien physique. Depuis de nombreuses années, on s'intéresse à l'analyse de leurs propriétés thermomécaniques et à la modélisation de leur comportement. Les différentes études expérimentales utilisant des analyses non-destructives permettent de suivre le comportement évolutif de matériaux composites en cours de dégradation.

Dans notre étude, nous nous intéresserons dans un premier temps au cas des matériaux composites où les particules (renfort) sont agglomérées par un liant (polymère) et dans un second temps au cas de matériaux composites dans lesquels les charges particulières (renfort) sont directement intégrées dans une matrice polymère (figure 3).

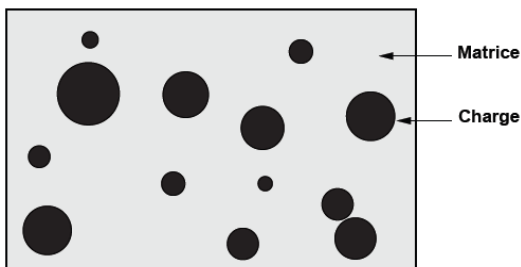


Figure 3 : structure d'un composite renforcé de charges particulières

Les propriétés du composite résultent directement de celles de ses constituants, de la distribution des charges dans la matrice et de l'interaction entre les constituants ; Pour décrire le matériau composite, il sera nécessaire de spécifier la nature des constituants et leurs propriétés, la géométrie et la distribution des charges, la nature et les propriétés de l'interface charge-matrice.

Les composites peuvent être formés d'un nombre relativement important de constituants, ce qui rend complexe leur étude. Dans le cadre de notre travail, nous nous concentrerons sur l'étude de deux matériaux composites à deux phases (charge d'une seule nature et matrice).

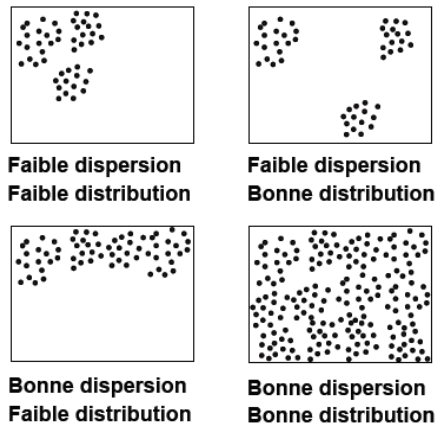


Figure 4. Illustration de la distribution et de la dispersion des charges dans la matrice (MORTON, 1989)

La fraction de charges dans la matrice est un des paramètres déterminants des propriétés du matériau composite, car elle fait intervenir un volume de renfort et une surface de contact (interface charges-matrice). Pour une concentration donnée, la répartition des charges dans la matrice constitue également un paramètre aussi important. Une répartition uniforme des charges assurera, à l'échelle macroscopique, une certaine « homogénéité » du matériau. Cette hypothèse simplifie considérablement les problèmes de modélisation du matériau composite. Les mauvaises répartitions spatiales (ou dispersions) des charges dans la matrice (constitution d'agrégats, zone dépourvue de charge, zone dite de gomme occluse), présentées par (Morton, 1989) à la figure 4, affecteront directement les propriétés mécaniques, favorisant des zones pauvres en renfort et diminuant nettement la résistance du composite.

Les renforts se présentent généralement sous deux formes différentes, les fibres plus ou moins longues et les charges particulières (sphériques). Les propriétés du composite résultant diffèrent en fonction de la géométrie des charges caractérisées par leur forme, leur taille et leur orientation notamment pour les fibres.

3.2. Définition et structure de la fibre végétale

Les fibres lignocellulosiques sont des structures biologiques fibrillaires (figure 5) d'origine végétale majoritairement composées de cellulose, d'hémicelluloses et de lignine (Jodin, 1994; Neto et al., 1996), et en proportions relativement faibles d'extractibles non azotés, de matière protéique brute, de lipide et de matière minérale (Rowell et al, 1997). Les proportions de ces différents constituants dépendent

énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante (Neto et al., 1996 ; Nishimura, et al., 2002 ; Ververis et al., 2004).

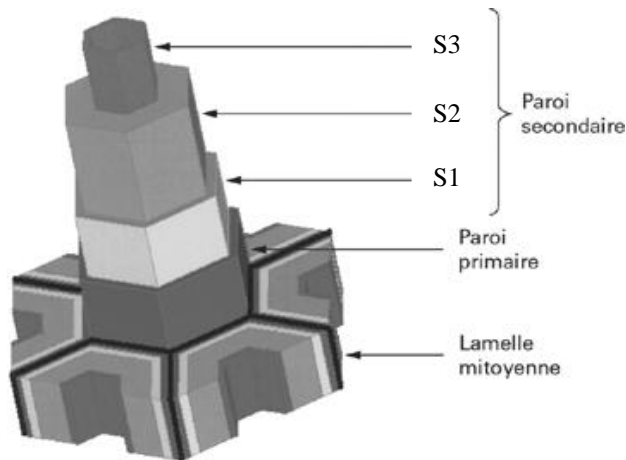


Figure 5-a. Structure d'une fibre végétale au sein d'un faisceau (Baley, 2004)

La structure des fibres naturelles, et en particulier des fibres libériennes (issues des tiges), peut être analysée à différentes échelles (Charlet et al., 2007).

A l'échelle macroscopique, et en partant de l'extérieur vers l'intérieur, la tige végétale est composée de l'écorce, du phloème, du xylème et d'un vide central.

Au niveau mésoscopique, la section transversale d'un faisceau contient des fibres qui sont liées ensemble principalement par des pectines (Morvan et al., 2003).

A l'échelle microscopique, une fibre est constituée de couches concentriques qui se différencient par leur épaisseur, leur composition chimique et leur structure.

Chaque couche est composée de microfibrilles qui, à l'échelle nanoscopique, sont constituées de chaînes de cellulose cristallisée noyées dans une matrice amorphe d'hémicellulose, de lignine et de pectine principalement :

- la cellulose est un polymère linéaire, dont les longues chaînes sont constituées d'unités de glucose. Elle présente des régions cristallisées, le centre des microfibrilles est généralement cristallisé, tandis que les chaînes de surface sont de nature plus désordonnée et constituent des zones paracristallines (Mitra et al., 1980 ; Sedan, 2007);

- l'hémicellulose est un polymère ramifié, fait de plusieurs polysaccharides ;

- la lignine, dont la structure chimique n'est pas entièrement connue à l'heure actuelle serait composée d'un mélange hétérogène et amorphe de polymères aromatiques condensés et de monomères de phénylpropane ;

- les pectines sont des polymères complexes dont la chaîne principale est composée d'acide uronique. Au niveau microscopique, la structure concentrique des fibres végétales est plus précisément décrite par John (John et al., 2005). Les fibres sont constituées d'une paroi primaire très fine, d'une paroi secondaire composée de trois couches et d'un espace vide au centre, le lumen (Figure 5). Il existe également des vaisseaux transversaux qui connectent les fibres entre elles. Les fibres sont liées les unes aux autres au sein de faisceaux par une couche appelée lamelle mitoyenne.

Les différentes couches sont composées en proportions variables de lignine, cellulose, hémicellulose et pectine. On trouve également des produits d'extraction (constituants secondaires des bois ou autres végétaux, pouvant en être extraits par dissolution dans l'eau, l'éther, l'éthanol ou le benzène, à froid ou à température peu élevée) et de la matière inorganique en faible quantité.

Les parois primaire et secondaire contiennent une armature formée de microfibrilles de cellulose, dans une matrice contenant des hémicelluloses et de la lignine ; cette structure simplifiée est représentée schématiquement sur la Figure 5a (Baley, 2004). Les microfibrilles sont parallèles les unes aux autres et forment avec l'axe de la fibre un angle appelé angle microfibrillaire.

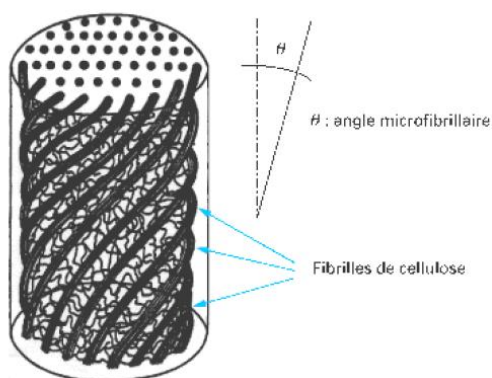


Figure 5-b : Schéma de principe de la structure d'une fibre végétale (Baley, 2004)

3.3. Classification des fibres végétales

La classification des fibres végétales n'est pas aisée car il existe plusieurs critères de différenciation des fibres.

Suivant l'organe de la plante dont elles sont issues, les fibres végétales peuvent être classées en fibres de tige (kénaf, jute, lin, ramie, etc.), de feuilles (sisal, abaca, paille de graminées) ou de fruits (coco, banane, etc.) figure 6.

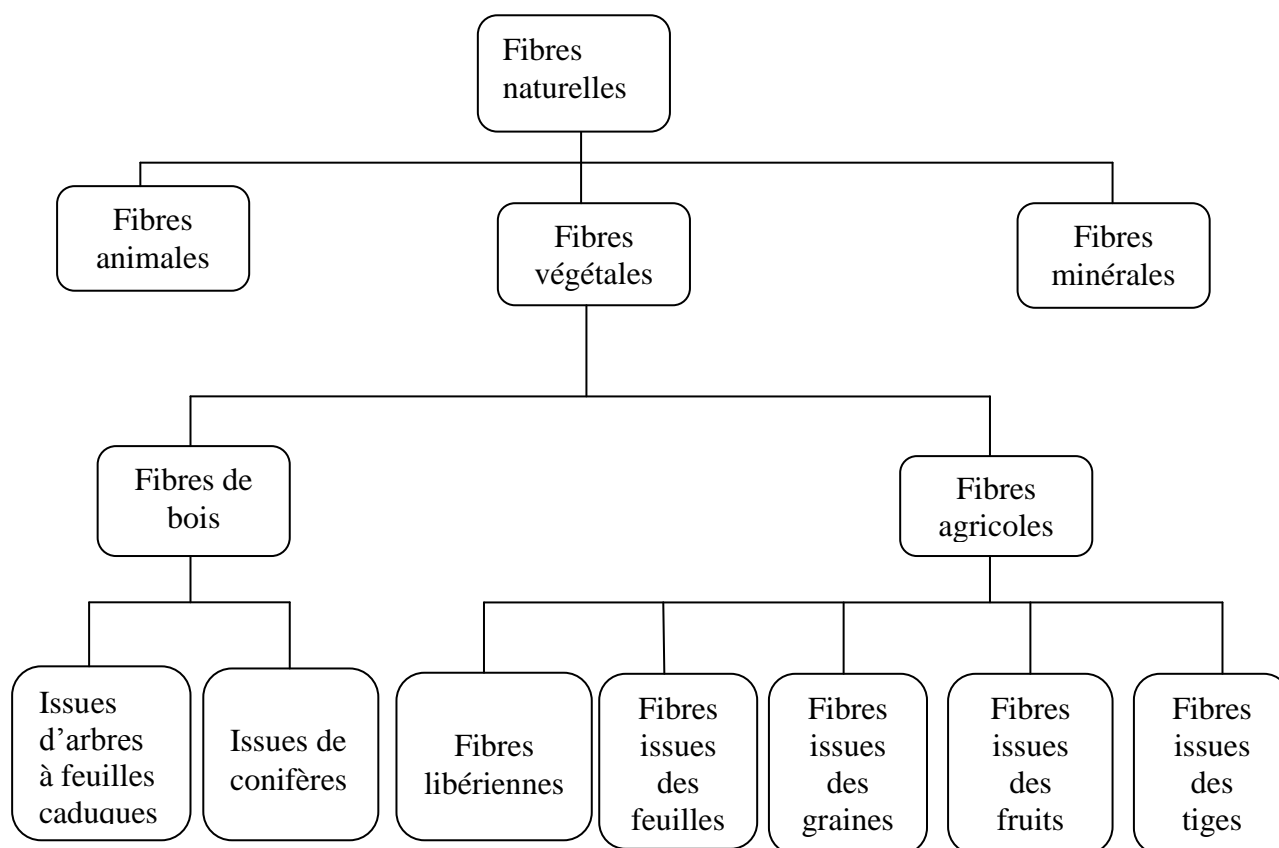


Figure 6. Organigramme de la classification des différentes fibres naturelles.

Notre attention portera particulièrement sur les fibres de tiges dans la suite.

Les panneaux de particules mis au point en 1940 dans le but de valoriser les déchets de bois, connaissent aujourd'hui un essor important avec la mise au point et le développement de nouveaux procédés de fabrication.

D'une manière générale, la fabrication des panneaux de particules se fait en 4 étapes principales : le fractionnement, l'imprégnation, le formage et la finition (English *et al.*, 1997a ; Mehta *et al.*, 2005 ; Drzal *et al.*, 2002).

- Le fractionnement

La préparation du matériel fibreux qui dépend du type et des caractéristiques des panneaux désirés consiste en un simple fractionnement mécanique (simple découpe du matériau lignocellulosique en copeaux ou simple broyage dans le cas des panneaux de particules traditionnels) ou en un défibrage thermomécanique (dans le cas des panneaux de fibres). Dans le cas du défibrage, une attaque chimique ou enzymatique peut précéder l'opération. Après fractionnement, le matériel fibreux obtenu est séché et classé afin d'obtenir des fragments ou particules homogènes.

- L'imprégnation

Elle consiste à mélanger le matériel fibreux avec la matrice liante par pulvérisation de la résine en suspension colloïdale dans l'eau, dans un mélangeur contenant la matière fibreuse ou par injection sous pression des liants en sortie d'un raffineur thermomécanique et avant l'étape de séchage des fibres sous courant d'air chaud (flash-drying) pour les panneaux de fibres. Dans le cas des matrices thermoplastiques, le mélange peut être réalisé par incorporation des fibres dans le polymère en phase fondue (compoundage).

Les particules ou fibres ainsi encollées sont alors distribuées pour former un matelas (ou MAT) d'épaisseur contrôlée, ou introduites dans un moule.

- Le formage

Les techniques de mises en forme des panneaux de particules peuvent être classées en trois grandes catégories : le thermopressage, le thermoformage et le moulage. Ces trois procédés feront l'objet d'étude dans la suite de ce travail.

- La finition

La finition des panneaux de particules porte sur les opérations visant la stabilité dimensionnelle des panneaux (traitements contre la prise d'humidité), la mise au format par sciage, ponçage, découpe et conditionnement et les traitements post-formage tels que la peinture, l'enduction de vernis, de produit de protection contre les agressions biologiques, et le placage.

3.4. Propriétés des fibres naturelles

Malgré leurs très grandes différences en termes de propriétés mécaniques, les fibres végétales sont intéressantes comme renfort dans un matériau composite. Il est certain que les fibres végétales n'ont pas les mêmes propriétés mécaniques que les fibres artificielles. Il n'en demeure pas moins que dans certaines applications spécifiques, comme par exemple les patios ou les poutres en composites utilisées dans les bancs de parc, où le type de chargement peut être la flexion ou la traction, elles sont intéressantes (Klyosov, 2007). Dans les tableaux 1 et 2, les auteurs comme (Klyosov, 2007 ; Kalia et al., 2009; Wambua et al., 2003) comparent quelques caractéristiques de ces fibres. Néanmoins, les fibres végétales se défendent très bien et peuvent même rivaliser par moment avec les fibres artificielles.

(Wambua et al., 2003), résume assez bien au Tableau 3, les avantages de chaque type de fibre.

Tableau 1 : Propriétés physiques et mécaniques des différentes fibres (Kalia et al., 2009)

Type de fibre	Masse volumique (g/cm ³)	Diamètre (µm)	Module de traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Elongation à la rupture (%)
Jute	1,3 - 1,45	20 – 200	393 – 773	13 – 26,5	7,1 – 8
Lin	1,5 – 3	-	800 – 2000	40-85	2,7 – 3,2
Chanvre	-	-	690	-	1,6
Ramie	1.5	-	400 – 938	61,4 – 128	1,2 – 3,8
Sisal	1,45	50- 200	468 – 640	9,4 – 22	3,1 – 7
Palme	-	20 – 80	413 – 1627	34,5 - 82,51	1,6
Coton	1,5 – 1,6	-	287 – 800	5,5 – 12,6	7,1 – 8
Coco	1,15	100 – 450	131 – 1785	4,1 – 6	15 – 40
Fibre de verre	2,5	-	2000-3500	70	2,5
Fibre d'acier	2,5	-	4570	86	2,8
Aramide	1,4	-	3000-3150	63-67	3,3 – 3,7
Fibre de carbone haute résistance	1,7	-	4000	230-240	1,4 – 1,8
Kevlar 29	1,44	-	2700	59	
Kevlar 49	1,45	-	2900	127	
Fibre de carbone haut module	1,95	-	2000	400	
Fibre de carbone II	1,75	-	2600	260	
Acier	7,80	-	4000	200	
Reed de chine	0,58	-	89-144	10-43	

Tableau 2 : Propriétés physiques et mécaniques des différentes fibres naturelles et de la fibre de verre (Wambua et al., 2003).

Propriété	Fibre							
	Fibre de verre	Chanvre	Jute	Ramie	Coco	Sisal	Lin	Coton
Masse volumique (g/cm ³)	2,55	1,48	1,46	1,5	1,25	1,33	1,4	1,51
Module de traction (MPa)	2400	550-900	400-800	500	220	600-700	800-2000	400
Module de Young (GPa)	73	70	10-30	44	6	38	40-85	12
Elongation à la rupture (%)	3	1,6	1,8	2	15-25	2-3	1,2-1,6	3-10
Absorption d'humidité (%)	-	8	12	12-17	10	11	7	8-25

Tableau 3 : Comparaison entre les fibres végétales et les fibres de verre (Wambua et al., 2003).

	Fibre végétale	Fibre de verre
Masse volumique	Faible	Le double des fibres végétales
Coût	Faible	Faible mais plus élevé que les fibres naturelles
Renouvelabilité	Oui	Non
Recyclabilité	Oui	Non
Dépense d'énergie	Faible	Elevé
Distribution des fibres	Large	Large
Carbone – neutre	Oui	Non
Abrasion des machines	Non	Oui
Risque à la santé	-	Oui
Biodégradable	Oui	Non

En résumé, (Joshi et al., 2003) ont montré que les fibres végétales sont moins dispendieuses et sont moins dommageables pour l'environnement que les fibres artificielles. D'un point de vue

purement mécanique, les fibres artificielles sont intéressantes puisque leurs propriétés en flexion, en traction et en impact sont pratiquement toujours supérieures aux fibres végétales. Cependant, dans certaines applications, comme par exemple en emballage, le but est d'avoir un matériau assez résistant mais pas nécessairement le meilleur; il s'agit d'avoir des propriétés mécaniques suffisantes tout en réduisant les coûts. C'est dans ce domaine que les fibres végétales peuvent être beaucoup plus intéressantes que les fibres artificielles, puisqu'elles sont moins dispendieuses. Il y a également tous les aspects environnementaux dont il faut tenir compte. Les fibres végétales ont habituellement un bilan net de CO₂ moins important que les fibres artificielles (Joshi et al., 2003). Elles consomment moins d'énergie, sont biodégradables et endommagent habituellement moins les appareils de mise en forme que la fibre de verre ou de carbone (Robert, 2005). Un dernier point de comparaison est la densité des fibres végétales habituellement plus faible que celle des fibres artificielles. Ce facteur pourrait être un élément clé dans le domaine du transport, où la réduction de poids signifie une réduction de coût énergétique, donc une économie d'argent.

3.5. Différences entre diverses fibres végétales

Il existe une très grande variété des fibres végétales (Wambua et al., 2003) ce qui constitue parfois un avantage. Il est donc possible de choisir la bonne fibre pour une application donnée afin d'avoir le meilleur matériel et de diminuer les coûts. En effet, certaines fibres comme le chanvre, par exemple, possèdent de meilleures caractéristiques en traction et en flexion. Elle se défend aussi plutôt bien pour sa résistance à l'impact. Cependant, il peut toujours être intéressant d'utiliser des fibres végétales si la ressource est à proximité, afin de minimiser les coûts (production et transport) et de favoriser une industrie locale. Plusieurs auteurs ont travaillé sur la différenciation des fibres végétales à travers la détermination de leurs différentes caractéristiques (Pietak et al., 2007 ; Wambua et al., 2007 ; Grishanov et al., 2006 ; Munder et al., 2004 ; Eichhorn et al., 2001 ; DeJong et al., 1999), et dont l'absorption d'humidité par la fibre végétale (Kohler et al., 2003 ; Gelica et al., 2003 ; Mishra et al., 1998 ; Mishra et al., 1998).

3.6. Impacts environnementaux des fibres végétales comparés aux fibres artificielles

Les avantages indéniables des fibres végétales sont leurs aspects économiques et environnementaux (Joshi et al. 2003). La fibre végétale possède l'avantage de pouvoir se dégrader naturellement dans l'environnement, limitant ainsi l'impact environnemental. Par la suite, les Tableaux 4 à 8 montrent tous que la fibre naturelle nécessite beaucoup moins d'énergie à produire. De plus, de par leur densité plus faible, les fibres végétales permettent de réduire la masse des composites tel que présenté dans le Tableau 4. Une économie de poids dans le domaine du transport signifie également une économie d'énergie. Finalement, outre le fait que les fibres végétales, donc à CO₂ neutre, la réduction d'énergie venant des fibres végétales implique également moins de CO₂ produit. Les fibres végétales gagneront sans doute de plus en plus en popularité puisqu'elles peuvent produire des propriétés similaires aux fibres artificielles (par unité de masse) avec un coût et un impact environnemental bien moindres.

Tableau 4 : Possibilités de réduction de poids (Joshi et al., 2003)

Pièce	Matériau	Masse (g)	Composite à base de fibre végétale	Masse du composite (g)	Réduction de poids (%)
Panneau latéral d'automobile	ABS	1125	Chanvre -Époxy	820	27
Panneau isolant d'automobile	Fibre de verre -PP	3500	Chanvre - PP	2600	26
Palette de transport	Fibre de verre -PP	15000	"reed" de chine - PP	11770	22

3.7. Composites en panneaux de particules

3.7.1. Contexte de l'étude

Les panneaux de particules sont des matériaux composites réalisés avec des particules de bois et une matrice polymère (en général, de la colle urée formaldéhyde UF) mais l'action nocive, toxique et polluante du formaldéhyde contenu dans les panneaux est bien avérée aujourd'hui. Il se pose alors la problématique soit de la

substitution de ces liants par d'autres de nature végétale, animale ou minérale, ou de la neutralisation des émissions du formaldéhyde pendant tout le cycle de vie du matériau. C'est pour répondre à cette problématique que des panneaux de particules lignocellulosiques qui sont des bio-composites, ont été développés (Chow et al., 1992; Younquist et al., 1994; Rowell, 1995; Drzal et al., 2002). Ils sont constitués de copeaux de bois ou d'autres matières fibreuses lignocellulosiques (anas de lin, bagasse de canne à sucre...), formés avec ou sans apport de liant.

Aujourd'hui, les éco-matériaux constituent une thématique pluridisciplinaire, porteuse et en plein devenir et cette étude se veut une contribution dans le domaine. Elle porte sur deux types de panneaux ayant en commun l'utilisation de fibres végétales issues de biomasses agricoles non alimentaires et sans valeur ajoutée. Il s'agit d'une part, de l'élaboration puis la caractérisation thermomécanique de panneaux de particules en bois de tiges de kénaf et d'autre part, de l'élaboration et la caractérisation thermomécanique de panneaux de particules en bois de tiges de cotonnier.

3.7.2. Définitions

Un panneau composite à renfort lignocellulosique est une combinaison de matériaux fibreux lignocellulosiques et d'une matrice adhésive dans laquelle les composants gardent leur identité, ils ne se dissolvent pas ou ne se mélangent pas complètement. Ces deux constituants du composite sont de formes et de compositions différentes à l'échelle macroscopique et peuvent être physiquement identifiables avec leur interface remarquable (ASM international, Elgun, 1999).

Selon la norme (EN 309, 1992), les panneaux de particules lignocellulosiques peuvent se définir comme des bio-composites en plaque mono ou multi couches d'épaisseur variable fabriqués sous pression et chaleur, essentiellement à partir de particules constitués de copeaux de bois ou d'autres déchets ligneux provenant du façonnage du bois et/ou d'autres matières fibreuses lignocellulosiques (anas de lin, bagasse de canne à sucre, chènevotte de chanvre, etc.) avec ou sans apport de liant (Chow et al., 1992 ; Youngquist et al., 1994 ; Rowell 1995a ; Drzal et al., 2002).

3.7.3. Classifications des panneaux de particules

La grande variété des panneaux de particules conduit à une multiplicité de critères de classification de ces composites. En effet, la nature et la géométrie des éléments de renfort, la nature et la réactivité de la matrice, la proportion renfort/matrice, la spécificité fonctionnelle des panneaux, les conditions de leur utilisation ainsi que les procédés de fabrication sont quelques uns des critères de classification des panneaux de particules (EN 309, 1992 ; EN 312, 2004 ; ANSI, A208.1, 1999).

Classiquement, d'après Suchsland et Woodson (1986), les panneaux de particules et les panneaux de fibres sont classés suivant la morphologie du renfort, la densité, et le procédé d'élaboration. Ainsi, suivant la taille des particules, on distingue les panneaux de fibres, les panneaux de particules, les panneaux de copeaux, les panneaux de lamelles minces et longues et les contre plaqués. Suivant la densité, il y a les panneaux d'isolation thermique et acoustique de faible densité ($150 \leq \rho \leq 450$), les panneaux de fibres (MDF) et les panneaux de particules de densité moyenne ($450 < \rho \leq 800$) pour l'ameublement principalement et les panneaux structuraux de haute densité ($\rho > 800$). Suivant le procédé de fabrication, on distingue les panneaux obtenus par voie sèche et ceux produits par voie humide.

La norme EN 309 (1992) définit 6 critères de classification des panneaux de particules: le procédé de fabrication, l'état de la surface, la forme, la dimension et la forme des particules, la structure du panneau et l'usage final du panneau.

Suivant le procédé de fabrication, on distingue les panneaux pressés à plat, les panneaux à pressage par cylindre et les panneaux extrudés pleins ou tubulaires.

L'état de la surface des panneaux de particules permet de définir les panneaux bruts non poncés, des panneaux poncés ou rabotés, des panneaux revêtus avec un verni ou une peinture et des panneaux revêtus sous pression avec un matériau solide par placage tels que les panneaux de particules surfacés mélaminés (PPSM) et enfin des panneaux surfacés papier sec ou revêtus d'un stratifié décoratif.

Selon la forme, les panneaux de particules sont plats, en forme ou en chant profilé.

La dimension et la forme des particules font distinguer des panneaux de particules arrondies, de particules plates (waferboard), de particules en lamelles minces, longues et orientées (Oriented Strand Board OSB) et des panneaux avec d'autres types de particules comme les anas de lin.

Suivant leur structure, les panneaux peuvent être monocouche, et plus fréquemment "trois couches", ou multicouches avec souvent différents types de particules disposées avec ou sans orientation spécifique.

Suivant l'usage et les conditions d'utilisation des panneaux, la norme EN 312 définit huit types de panneaux de particules : P1 – P7.

P1 : Panneaux pour usage général en milieu sec

P2 : Panneaux pour agencements intérieurs (y compris les meubles) utilisés en milieu sec

P3 : Panneaux non travaillants utilisés en milieu humide

P4 : Panneaux travaillants utilisés en milieu sec

P5 : Panneaux travaillants utilisés en milieu humide

P6 : Panneaux travaillants sous contrainte élevée utilisés en milieu sec

P7 : Panneaux travaillants sous contrainte élevée utilisés en milieu humide.

Ces panneaux peuvent être traités pour en améliorer la résistance vis-à-vis des attaques biologiques, pour les ignifuger ou pour leur conférer des propriétés d'isolation acoustique, etc.

3.7.4. Renforts lignocellulosiques des panneaux de particules

Les particules lignocellulosiques sont des structures à renfort fibreux issues de bois natifs ou recyclées : copeaux, sciures, et chutes ; de déchets de bois de post-consommation : palettes et matériau d'emballage rejetés, débris de la construction ; de résidus agricoles : chaumes, tiges de cotonnier, tige de kenaf, etc. ; de plantes à fibres : kénaf, chanvre, jute, etc, (Youngquist et al., 1996 ; English et al., 1997a ; Mohanty et al., 2002 ; Nenonene, 2009 ; kadja, 2011).

De part leur disponibilité, le coût de production relativement bas, la capacité de renouvellement, la légèreté, la capacité acoustique, la faible conductivité thermique et les bonnes propriétés mécaniques, les fibres végétales se prêtent bien pour leur

transformation en matériaux composites (Youngquist et al., 1996 ; Rowell et al., 1997; Drzal et al., 2002 ; Nenonene, 2009 ; kadja, 2011).

Cependant, la morphologie, la structure et la composition chimique des fibres lignocellulosiques et le liant utilisé ont un effet sur les caractéristiques et le comportement physicochimique des composites qui en sont issus.

3.7.5. Propriétés des panneaux de particules

Un panneau de particules est caractérisé par ses propriétés physiques et mécaniques au regard des exigences de son domaine d'application. Les propriétés physiques sont la densité et son comportement vis-à-vis des autres éléments tels que chimiques etc.

La garantie de qualité et de performance des panneaux de particules est exprimée en terme de propriétés mécaniques stables et effectivement conformes aux utilisations auxquelles ils sont destinés. Les normes précisent les exigences à remplir par les panneaux en fonction de leur domaine d'application et des conditions spécifiques de leur utilisation. Ces exigences peuvent être mécaniques ou et spécifiques. Les normes européennes EN 312 1 à EN 312 -7 et Américaines ANSI A208.1 définissent ces exigences.

En général, quel que soit le type de panneau de particules, les exigences générales portent sur la stabilité dimensionnelle dont la méthode d'essai est régie par la norme EN 324-1, la teneur en humidité régie par (EN 322), la masse volumique régie par (EN 323) et le potentiel d'émission de formaldéhyde régi par (EN 120).

Les tests physiques et mécaniques auxquels les panneaux de particules sont soumis dépendent du type et de la norme de certification utilisée. Ainsi selon la norme EN 312, en plus des exigences générales, seules la résistance à la flexion (EN 310) et la cohésion interne (EN 319) sont requises pour les panneaux de type P1. Les valeurs de la résistance à la flexion, de module d'élasticité en flexion, de cohésion interne et de gonflement en épaisseur après immersion (EN 317) sont requises par la norme EN 312 pour tous les autres types de panneaux. Par contre la norme ANSI 208.1 requiert la mesure de tous les paramètres cités plus haut quel que soit le type de panneau.

En résumé les caractéristiques principales nécessaires à la qualification d'un panneau de particules pour une application sont : le module d'élasticité en flexion ; la contrainte

de rupture à la flexion, la contrainte de traction et le gonflement en eau ou le taux d'absorption d'eau. Toutes ces caractéristiques dépendent des conditions d'élaboration des panneaux de particules. Le tableau 5 ci-dessous résume les valeurs des propriétés des panneaux exigées par les normes ANSI A 208.1 1999 pour les différents panneaux.

Tableau 5 : Propriétés des panneaux de particules

Catégories	Module de rupture N/mm ²	Module d'élasticité N/mm ²	Cohésion interne N/mm ²	Dureté HB	Expansion linéaire max.moy. (pourcent)	Tenue des vis	
						Face N/mm ²	rive N/mm ²
PANNEAUX DE PARTICULES							
H-1	16,5	2400	0,90	2225	NS	1800	1325
H-2	20,5	2400	0,90	4450	NS	1900	1550
H-3	23,5	2750	1,00	6675	NS	2000	1550
M-1	11,0	1725	0,40	2225	0,35	NS	NS
M-S	12,5	1900	0,40	2225	0,35	900	800
M-2	14,5	2250	0,45	2225	0,35	1000	900
M-3	16,5	2750	0,55	2225	0,35	1100	1000
LD-1	3,0	550	0,1	NS	0,35	400	NS
LD-2	5,0	1025	0,15	NS	0,35	550	NS
produits de plancher en panneaux de particules produits							
PBU	11,0	1725	0,40	2225	0,35		
D-2	16,5	2750	0,55	2225	0,30		
D-3	19,5	3100	0,55	2225	0,30		

Source Norme CCMC d'ANSI A 208.1 1999

3.8. Matériaux composites renforcées de fibres végétales ou matériaux biosourcés

3.8.1. Définition

Un matériau biosourcé ou encore écocomposite est un matériau composite formé par l'association de constituants végétaux ou de constituants synthétiques et végétaux ou de matériaux recyclés dans une démarche globale de limitation de l'impact environnemental appelée « démarche d'éco-conception ».

3.8.2. Principales matrices polymères utilisées

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

Un monomère est un composé constitué de molécules simples pouvant réagir avec d'autres monomères pour donner un polymère. Contrairement au polymère, un monomère a une faible masse moléculaire.

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

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

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

Un copolymère est un polymère qui comporte des motifs monomères de deux ou plus sortes différentes. Les polymères peuvent être d'origine naturelle (animale ou végétale) ou d'origine synthétique. Les macromolécules naturelles sont les caoutchoucs, les polysaccharides, le glycogène, l'ADN, les protéines... Les macromolécules synthétiques sont représentées par exemple par le polyéthylène, le polypropylène, le polystyrène, le PVC, le PTFE, les polyesters, les polycarbonates, les polysiloxanes, les polyimides...

Les matrices polymères des matériaux composites sont regroupées en trois principales catégories :

- les thermoplastiques : Une résine thermoplastique est constituée de chaînes linéaires ou ramifiées à liaisons covalentes. Ces chaînes sont liées entre elles par des liaisons faibles de type Van der Waals et hydrogène par exemple. Les thermoplastiques peuvent être dissous dans certains solvants et se ramollissent à la chaleur d'où le terme « thermoplastique ». Les thermoplastiques comprennent entre autres le polyéthylène, le polypropylène et le polystyrène.
- les thermodurcissables : Une résine thermoplastique est constituée de chaînes linéaires réticulées entre elles. Les chaînes sont liées dans l'espace par des liaisons fortes de type covalent. Nous sommes donc en présence d'un réseau tridimensionnel insoluble et infusible. on trouve le polyester et l'époxy.
- les élastomères : dans cette catégorie, le caoutchouc est le plus connu.

Plusieurs auteurs se sont intéressés aux composites à fibres végétales et notamment l'incorporation du chanvre dans les matrices polymères comme (Kirwan et al., 2007 ; Leute et al.,2002 ; etc.).

3.8.2.1. Composites à matrice polyéthylène

Le polyéthylène est un des polymères les plus simples, le plus utilisé et le moins dispendieux. Cependant, avec la simplicité viennent souvent des propriétés mécaniques un peu moins intéressantes. C'est pourquoi il est peu utilisé dans les matériaux composites (Naik et al., 2005 ; Mishra et al., 2005). Mishra et Naik ont développé un composite à partir du polyéthylène haute densité (HDPE) renforcé par de la fibre de banane, de chanvre ou d'agave. Certaines fibres ont été traitées avec de l'anhydride maléique dans le but d'évaluer l'absorption d'eau dans le composite (Mishra et al., 1999). La fibre de chanvre a présenté la plus forte capacité d'absorption d'eau avec un taux de 19% à l'inverse de l'agave dont le taux d'absorption se situe à environ 13% après 30 heures. La fibre de banane se situe entre les deux. L'effet de l'anhydride maléique a permis de réduire d'environ de moitié les quantités d'eau absorbées. De plus, l'anhydride maléique permis de ramener le temps de saturation du composite de 18 heures à seulement 12 heures.

3.8.2.2. Composites à matrice polypropylène

Un des polymères les plus populaires comme matrice dans les matériaux composites est sans doute le polypropylène (Beckermann et al., 2008 ; Li et al., 2003 ; etc.). Ce polymère présente de meilleures propriétés mécaniques que le polystyrène et une température maximale d'utilisation plus élevée. C'est pourquoi il est souvent favorisé dans la plupart des applications.

Dans l'article de Mutjé et al., (Mutjé et al., 2006), des composites à base de polypropylène ont été préparés avec des taux de fibre de 10% , 20%, 30% et 40%. Les auteurs ont montré que l'ajout de fibres sans aucun traitement préalable a permis d'obtenir des propriétés mécaniques intéressantes. Toutefois l'étude montre également que l'ajout d'un agent couplant (le copolymère d'anhydride maléique) permet d'améliorer de façon significative les propriétés mécaniques obtenues. En effet, sans l'ajout d'agent couplant, la fibre ne présente pas une bonne adhésion avec le polymère. C'est ainsi que l'ajout du copolymère d'anhydride maléique greffé sur le polypropylène permet de faire le pont entre les fibres et la matrice et de créer des liens covalents plus forts, entraînant ainsi l'amélioration des propriétés mécaniques (Mutjé et al., 2006).

3.8.2.3. Composites à matrice polystyrène

Un autre polymère thermoplastique, le polystyrène, peut être utilisé comme matrice dans les matériaux composites (Naik et al., 2007) ; Naik et al., 2006 ; Mishra et al., 2005). Cette matrice est cependant moins étudiée que le polypropylène.

(Vilaseca et al., 2004) ont comparé la fibre de chanvre avec la fibre de verre comme renfort dans le polystyrène. La fibre de chanvre a été traitée avec un agent hydrophobe le AKD (ALKYLKETENE DIMER), pour la rendre hydrophobe. Les différences dans les propriétés mécaniques des composites à fibre de chanvre et ceux à fibre de verre sont assez élevées quand la teneur en fibre est faible (Tableau 6). Cependant, avec l'augmentation de la teneur en fibre, les écarts deviennent moins importants. Un point intéressant soulevé par les auteurs est le fait que les propriétés mécaniques du composite de chanvre sont moins élevées, mais que la densité finale est aussi plus faible que le composite de fibre de verre. Pour pallier cet écart de comportement mécanique, il est possible d'augmenter la teneur en fibres de chanvre dans le composite pour ainsi augmenter sa densité et réhausser ses propriétés mécaniques. Un autre point soulevé par les auteurs est que le composite avec des fibres de chanvre est relativement intéressant lorsque les propriétés de transparence du polystyrène ne sont pas requises (maintenues par l'emploi des fibres de verre).

Le tableau 6 traduit l'amélioration des contraintes d'une matrice polymère en polystyrène expansé par l'incorporation des fibres végétales.

Tableau 6 : Propriétés mécaniques de composites polystyrène/chanvre et fibre de verre (Vilaseca et al., 2004).

Teneur massique en fibre (%)	Module de traction (MPa)	Elongation à la rupture (%)	Énergie à la rupture (kJ/m ²)	Résistance à la flexion (MPa)	Module de flexion (MPa)	Résistance à l'impact (kJ/m ²)
PS avec fibre de chanvre						
0	34,1 ±0,7	2,08 ±0,10	36,3 ±1,1	63,5 ± 2,3	2678 ± 34	26,2 ± 0,8
7,5	38,9 ± 0,7	2,26 ± 0,08	49,0 ± 0,8	73,1 ±0,4	3045 ±12	17,6 ±0,7
15	39,9 ± 0,7	2,12 ±0,09	47,4 ± 0,5	75,3 ± 0,6	3554 ±19	13,1 ±0,6
22,5	40,4 ± 0,6	1,92 ±0,06	43,4 ± 0,7	76,7 ± 0,8	4226 ±1	12,7 ±0,6
PS avec fibre de verre						
0	34,1 ±0,7	2,08 ±0,10	36,3 ±1,1	63,5 ±2,3	2678 ± 34	26,2 ± 0,9
7,5	43,3 ± 0,7	2,96 ± 0,09	86,7 ±1,0	80,5 ± 0,6	3107 ±17	20,1 ±0,9
15	46,0 ± 0,4	2,72 ± 0,08	82,0 ± 0,9	84,9 ± 0,6	3596 ±21	16,2 ±0,5
22,5	46,9 ± 0,8	2,18 ±0,08	64,2 ± 0,6	87,2 ± 0,3	4503 ± 29	14,8 ±0,9

Glenn et al., (2001) ont comparé les propriétés mécaniques de composites d'amidon expansé renforcé par des fibres de bois tendre avec ou sans carbonate de calcium (CaCO_3) mis en forme par le procédé de moulage avec celles des matériaux utilisés actuellement dans l'industrie de l'emballage (polystyrène expansé et carton bi couche). Les résultats montrent que les composites contenant des fibres (rapport massique amidon/fibres=5 :1) possèdent les meilleures propriétés mécaniques.

Leurs propriétés mécaniques sont comparables à celles de matériaux traditionnels de l'emballage, contrairement aux faibles propriétés mécaniques de l'amidon expansé seul ou de l'amidon expansé chargé de CaCO_3 (figure 7).

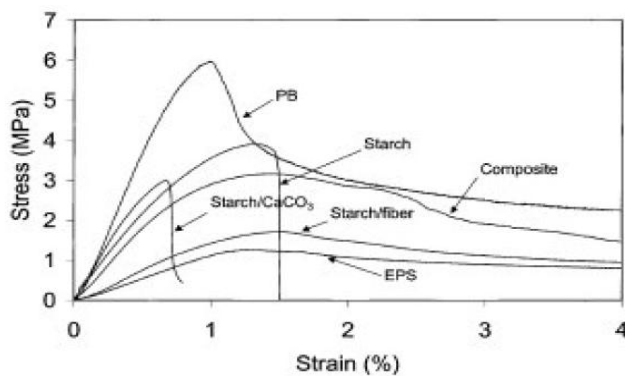


Figure 7. Courbes contrainte/déformation en flexion de composites : polystyrène expansé (EPS), carton bicouche (PB), amidon expansé et composites d'amidon expansé avec fibres, CaCO_3 et fibres/ CaCO_3 (G. Glenn,et al., 2001).

3.8.2.4. *Composites hybrides*

Panthapulakkal et Sain ont travaillé sur des matériaux hybrides incorporant des fibres de chanvre et des fibres de verre avec une matrice polypropylène (Landro et al., 2009 ; Panthapulakkal et al., 2006 ; Panthapulakkal et al., 2007). Ils ont aussi ajouté un copolymère de polypropylène et d'anhydride maléique pour étudier l'effet de la rétention d'eau sur les propriétés mécaniques. Les échantillons ont été trempés jusqu'à saturation. Les résultats montrent la nature hydrophile de la fibre de chanvre, car une plus grande quantité d'eau a été absorbée par les composites avec des concentrations plus élevées de chanvre. De plus, les composites avec davantage de fibres de verre ont gardé des propriétés mécaniques plus élevées après saturation d'eau. La fibre naturelle a tendance à absorber de l'eau, ce qui risque de faire gonfler la fibre et d'endommager la matrice qui l'entoure.

3.8.2.5. *Composites à matrice biodégradable*

Une solution possible pour le recyclage (ou biodégradabilité) des matériaux composites serait de remplacer la matrice polymère non dégradable par un polymère biodégradable. Plusieurs auteurs se sont intéressés récemment aux polymères biodégradables (Herrmann et al., 2009 ; Stanojlovic-Davidovic, 2006 ; Lee et al., 2003 ; etc.).

Ces polymères sont souvent d'origine végétale ou sont des composés naturels polymérisés par l'homme. Hu et Lim ont créé un matériau composite avec une matrice polymère d'acide polylactique ou PLA (Lee et al., 2003). Souvent, ces polymères sont dispendieux. Le fait d'incorporer de la fibre de chanvre dans le PLA permet d'augmenter ses propriétés mécaniques. Les propriétés mécaniques du PLA sont présentées au Tableau 7.

Tableau 7 : Propriétés du PLA seul (Lee et al., 2003)

Masse volumique (g/cm ³)	1,25
Melt index, g/10 min (190°C)	4,8
Résistance à la traction (MPa)	35
Module de traction (GPa)	3,5
Elongation à la rupture (%)	6
Résistance à l'impact Izod (ft-lb/in)	0,24

(Stanoylovic-Davidovic et al., 2006) ont élaboré et caractérisé un biodégradable composé d'amidon expansé de pomme de terre renforcé de fibres végétales (linter de coton, chanvre) pour une application dans le domaine de l'emballage alimentaire et ils ont développé un matériau multicouche pour remplacer les barquettes en polystyrène expansé (PSE). La figure 8 indique les modules spécifiques du PSE et des différents composites élaborés. On remarque que les propriétés mécaniques spécifiques du composite formé avec le renfort en cellulose sont équivalentes à celles du PSE. Les composites contenant les fibres de linter de coton et la paille de blé ont des modules spécifiques équivalents mais légèrement inférieurs à celle du PSE. L'ajout des fibres de chanvre dans la matrice polymère n'a pas un effet significatif en termes de variation

des propriétés spécifiques du composite ainsi obtenu. Ainsi le meilleur composite susceptible de remplacer le PSE dans son utilisation comme barquette est celui formé avec le renfort en cellulose (M+10% cellulose).

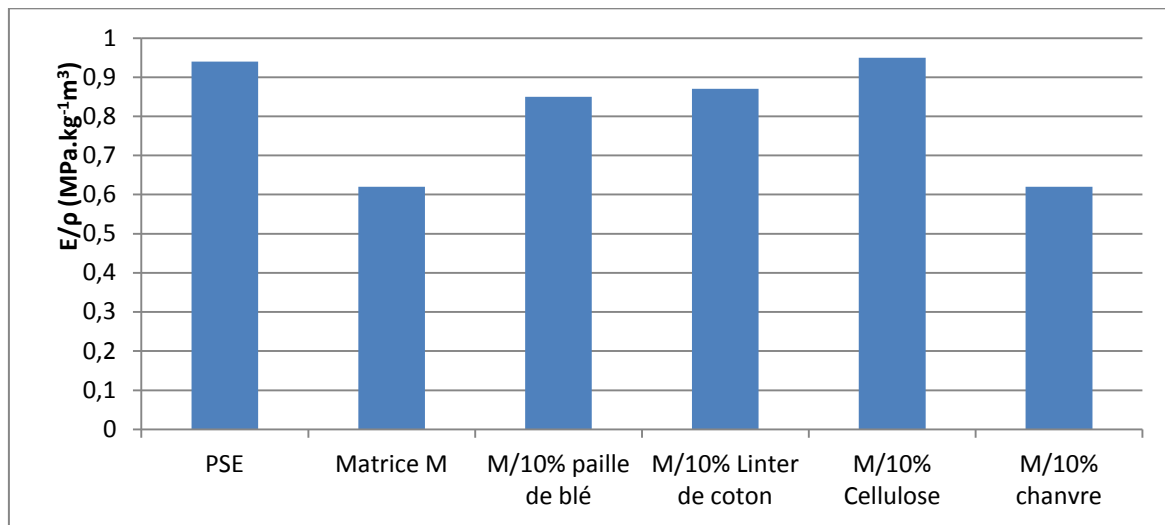


Figure 8. Module d'élasticité/masse volumique (E/ρ) du polystyrène expansé et des composites multicouches contenant des fibres (Stanojlovic-Davidovic, 2006).

3.8.2.6. Influence des fibres et de leur taux sur les propriétés des composites

La plupart des travaux sur des composites Polymère/fibres végétales portent sur l'influence des fibres et de leur taux sur les propriétés mécaniques et la cristallisation.

Les auteurs s'accordent à dire que la quantité de phase cristalline augmente en présence de fibres (Yongli et al., 1997 ; Nayak et al., 2009 ; Zhang et al., 2010). Ainsi les fibres (bambou) joueraient un rôle d'agents nucléants du Polymère polypropylène (PP). Une augmentation de la vitesse de cristallisation a également été observée par Zhang et al., (2010). Par contre, aucune variation significative de la température de fusion du composite par rapport au Polymère (PP) pur n'est observée par Nayak et al., (2009). Ils relèvent également que dans le cas où la surface des fibres naturelles et de la matrice polymère ont une nature chimique similaire (présence de groupements OH), des liaisons hydrogènes entre les fibres et la matrice sont possibles, ce qui conduit à des composites possédant de bonnes propriétés mécaniques.

Vilaseca et al. (2007) ont étudié les composites élaborés à partir des fibres de jute et d'amidon.

Les résultats montrent que la contrainte à la rupture augmente de 35, 54 à 68% pour les composites comprenant 10, 20 et 30% (en poids) respectivement de fibres non

traitées. Le module d'Young des composites, quant à lui, augmente de 80, 180 et 310% pour les composites renforcés respectivement avec 10, 20 et 30% (en poids) de fibres non traitées.

La plupart des publications présentent des résultats similaires, à savoir que l'ajout des fibres permet une augmentation de la contrainte à la rupture et du module en traction (Follain et al., 2006 ; Rossana et al., 2006 ; Wembo et al., 2006), ainsi que du module vitreux mesuré en DMA (Vroman et al., 2009 ; Zho et al., 2008). Tous les auteurs ont également montré que la déformation à la rupture diminue lorsqu'on ajoute des fibres (Curvelo et al., 2001 ; Ochi et al., 2006 ; Carmen et al., 2009). Tous ces résultats sont probablement dûs au fait que les fibres seules ont un module plus élevé que la matrice et une déformation à la rupture plus faible. Cependant, selon Torres et al. (2007), pour des composites amidon/fibres naturelles, la contrainte à la rupture atteint une valeur maximale pour une teneur en fibres d'environ 12%. Ils expliquent ceci par la difficulté d'obtenir une bonne dispersion des fibres dans les composites pour des teneurs en fibres de 10% en poids, à cause de la formation de mottes de fibres et de vides dans les composites. Les résultats de Chen et al. (2009) montrent aussi que le module et la contrainte à la rupture diminuent quand le taux de fibres est supérieur à 20% en poids. (Kumar et al., 2008 ; Carmen et al., 2009 ; Lu et al., 2006) ont observée une réduction de l'absorption d'eau avec l'augmentation de la teneur en fibres (dans le cas des fibres de cellulose, de la poudre de cellulose microcristalline et des fibres de pulpe d'eucalyptus). Cette réduction est attribuée à l'insolubilité et à la faible capacité de gonflement de la cellulose dans l'eau en comparaison avec la matrice d'amidon (Kumar et al., 2008). De plus, ce phénomène peut être dû à la présence de fortes interactions (liaisons hydrogènes) entre la matrice d'amidon et les fibres (Lu et al., 2006).

La rigidité de la matrice augmente avec l'incorporation des fibres qui permettent un transfert de contrainte entre la matrice et la fibre (Thwe et al., 2002, Huda et al., 2008). L'ajout de fibres naturelles dans le PP conduit généralement à une augmentation du module d'Young et une diminution de la contrainte et de la déformation à la rupture. Les propriétés mécaniques en fonction du taux de fibres de bambou ont été étudiées par Thwe et al. (2002). Aucune variation significative de la résistance en traction n'est constatée lorsque le taux de fibres de bambou varie entre 10 et 30% massique, par

contre celle-ci diminue lorsque le taux de fibres augmente jusqu'à 40%. Cette diminution pourrait être attribuée à une faible adhésion entre la fibre et la matrice qui serait à l'origine de la formation de microfissures à l'interface. En effet un fort taux de fibres, par exemple fibres de bagasse Mohammad et al., (2007) ou de bambou Thwe et al., (2002) conduit à la formation de plus de vides au cours de la mise en œuvre, provoquant ainsi la formation de microfissures lorsque le matériau polypropylène est soumis à un effort et donc une réduction de la résistance en traction.

Toutefois, le module d'Young montre un accroissement régulier, presque linéaire, avec l'augmentation du taux de fibres du fait d'une rigidité toujours plus élevée. Ceci est en accord avec les résultats obtenus par Nayak et al., (2009) (composites PP/fibres de bambou/fibres de verre) et Lee et al., (2006) (composites PP/fibres de bambou) respectivement en analyse mécanique dynamique et essais de traction.

Quelques soient les fibres naturelles en renfort dans le PP, les résultats sont la plupart du temps similaires à ceux obtenus avec le bambou, à savoir une augmentation du module, une diminution de la résistance en traction. Quelques auteurs observent cependant, pour leurs composites, un comportement mécanique différent. En effet, Bledzki et al., (2007) sur des composites PP/abaca, PP/lin et PP/jute, ont montré que les propriétés mécaniques s'améliorent jusqu'à 40% de fibres et se détériorent ensuite, probablement du fait d'une plus mauvaise distribution des fibres à taux élevé. D'après Hanafi et al., (2002), la résistance mécanique du composite (caoutchouc naturel/fibres de bambou) diminue lorsque les renforts ont une forme irrégulière du fait d'un moins bon contact entre la fibre de bambou et la matrice et d'une plus grande difficulté pour la fibre de récupérer les contraintes transférées par la matrice. D'autres auteurs comme Vilaseca et al., (2010) (fibre d'abaca/PP), Mutje et al., (2006) (fibres de chanvre/PP), Mendez et al., (2007) (pulpe de bois/PP) constatent également une augmentation du module avec la teneur en fibres ainsi qu'une diminution de la déformation à la rupture mais dans leur cas la contrainte à la rupture augmente aussi avec le taux de fibres. Ils attribuent ce résultat peu courant à un ancrage mécanique entre la fibre et la matrice et à un phénomène de diffusion du polymère dans la fibre mais aussi à la présence de transcristallinité.

Dans la plupart des cas, l'incorporation de fibres naturelles dans une matrice

polypropylène conduit à une augmentation de la reprise d'eau ou d'humidité du fait de la forte hygroscopie des fibres végétales (Wulin et al., 2003 ; Thwe et al., 2002 ; González et al., 2011).

La concentration optimale en masse de fibres dans le composite PP/lin (Lee et al., 2003) semble se situer à environ 40% (Tableau 8).

Tableau 8 : Propriétés mécaniques des composites (Lee et al., 2003)

Teneur en fibres (% massique)	Traitement alcalin	Épaisseur (mm)	Masse volumique (g/cm ³)	Résistance à la traction spécifique E/ρ (MPa.kg ⁻¹ .m ³)	Module de traction spécifique σ/ρ (MPa.kg ⁻¹ .m ³)	Module de traction E (MPa)	Résistance à la traction (MPa)
30	Oui	4,01	1,21	32,47	6306,6	7631,0	39,29
30	Non	3,66	1,25	32,91	4522,0	5652,5	41,14
40	Oui	4,39	1,23	44,39	6902,0	8489,6	54,60
40	Non	4,09	1,19	37,5	6218,1	7399,5	44,63
50	Oui	4,65	1,21	34,52	5795,3	7012,3	41,77
50	Non	4,02	1,22	35,84	5763,0	7030,8	43,73

3.8.2.7. Influence de la morphologie (longueur et diamètre) des fibres sur les composites

L'incorporation de fibres végétales dans une matrice nécessite une connaissance préalable de la réaction des fibres dans le milieu et également d'optimiser l'interface matrice/fibre. La résistance d'un composite renforcé par des fibres dépend du degré avec lequel une charge appliquée est transmise aux fibres. Ceci est fonction de l'amplitude de la liaison interfaciale fibre /matrice. L'importance des interactions à l'interface entre la matrice polymère et les fibres a été largement reconnue dans l'amélioration de la stabilité hygrothermique et des propriétés mécaniques des composites naturels et polymère renforcé de fibres. Pour cela, différents traitements ont été étudiés afin d'améliorer cette liaison. Une force appliquée directement à la matrice, sur la surface d'un composite, est transférée sur les fibres les plus proches et

se propage de fibre en fibre via la matrice et l'interface. Si l'interface est mauvaise, une distribution efficace des forces n'est pas atteinte et les propriétés mécaniques des composites sont altérées. Par contre, une bonne interface peut permettre que le composite ait la capacité de supporter la contrainte, même après que plusieurs fibres soient coupées parce que la force peut être transférée aux fibres non cassées. Plusieurs études dans le passé ont déjà étudié les modifications des propriétés de surface des fibres de cellulose afin d'améliorer leur adhésion avec une matrice polymérique et réduire l'absorption d'humidité. Il a été démontré qu'un traitement approprié appliqué sur les fibres peut entraîner une compatibilité avec la matrice polymère, qui améliore la qualité des composites. Des méthodes variées comme les traitements plasma, alcalin, thermique, greffage par copolymérisation, le traitement avec des silanes ou encore avec d'autres produits chimiques ont permis d'améliorer la compatibilité des fibres avec la matrice. L'ensemble de ces études montre que l'adhésion entre les fibres et la matrice joue un rôle primordial sur les propriétés mécaniques du composite. Il est donc indispensable de connaître les interactions chimiques de surface entre les différents constituants des composites avant de pouvoir réaliser une caractérisation mécanique de l'ensemble. Ainsi un point de comparaison intéressant pour les composites est l'effet de la taille (longueur et diamètre) des fibres sur les propriétés mécaniques du composite. (Mechraoui et al., 2008) ont montré que, plus les fibres sont longues, plus elles sont capables d'absorber de l'énergie avant de rompre. C'est pourquoi les propriétés mécaniques sont supérieures. Dans la majorité des composites, il est intéressant d'avoir le maximum de fibres plus longues afin d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques possible, mais ceci diminue généralement la facilité de mise en œuvre. Thwe et al., (2002) ont montré que dans des composites PP/bambou-verre, l'accroissement de la longueur des fibres de bambou provoque une légère diminution de la contrainte à la rupture en traction mais une augmentation du module d'Young. L'interface entre la fibre de bambou et une matrice PP diminue lorsque le diamètre des faisceaux de fibres augmente Nguyen et al., (2004). La forme de la section de ces derniers devient de plus en plus complexe lorsque le diamètre augmente conduisant à un contact imparfait entre la matrice et la fibre en plusieurs endroits.

Pour des composites PP/sisal renforcés par des fibres courtes Joseph et al.,(1999), ont mis en évidence l'existence d'une longueur critique de ces fibres requise pour un bon transfert des contraintes. En dessous de cette longueur, la fibre soumise à une contrainte est déchaussée de la matrice et le composite se rompt pour de faibles charges. Pour des longueurs supérieures, l'application d'une contrainte conduit à la rupture des fibres (et non pas au déchaussement) d'où une résistance en traction plus élevée.

González et al., (2011) ont étudié, pour des composites PLA/bambou, l'influence de la taille des fibres non seulement sur les propriétés mécaniques mais également sur l'absorption d'eau. 3 tailles de fibres ont été utilisées : farine ($<150\mu$), fibres courtes (entre 150 et 500μ) et fibres longues (entre 150 et 1000μ). Aucune variation significative de module n'est observée, par contre la contrainte et la déformation à rupture sont augmentées mais uniquement quand on passe de la farine aux fibres courtes tandis que la résistance à l'impact augmente chaque fois que la longueur des fibres croît. En ce qui concerne l'absorption d'eau, une augmentation de la longueur des fibres conduit à une reprise d'eau plus élevée. En effet celle-ci étant gouvernée par un processus de diffusion, une plus grande longueur de fibres facilite la pénétration d'eau dans le composite.

Soykeabkaew et al., (2004) ont également élaboré des composites (matrice polymère en amidon + jute ou lin) en faisant varier le rapport longueur/diamètre (L/D) et l'orientation des fibres (transversale, longitudinale et aléatoire) pour le même taux de fibres (10% en masse) afin d'estimer la variation des propriétés physiques et mécaniques en fonction de ces paramètres. Les propriétés mécaniques des composites dépendaient également de L/D et de l'orientation des fibres. Elles étaient les plus élevées pour les composites contenant des fibres avec un rapport L/D le plus important. Ceci peut s'expliquer par le fait que les fibres avec un L/D plus élevé possèdent une surface de contact avec la matrice plus importante. De plus, ces auteurs ont également mis en évidence une forte interaction entre les fibres et l'amidon.

En ce qui concerne l'orientation des fibres, les composites avec une orientation longitudinale des fibres possèdent les meilleures propriétés mécaniques. Tandis que les plus faibles propriétés mécaniques ont été notées pour des composites avec une

orientation transversale des fibres. Les composites avec une orientation aléatoire des fibres possèdent des propriétés mécaniques médiocres.

4. Procédés d'élaboration des éco-matériaux

La plupart des composites à matrice polymère ont jusque-là été développés sur des machines dédiées à l'élaboration des matériaux plastiques. Les plastiques sont mis en forme par un grand nombre de technologies, chacune étant adaptée au matériau à transformer. Ces machines sont conçues en fonction des propriétés physico-chimiques du polymère, mais également des caractéristiques recherchées pour le produit fini. Les technologies de mise en forme des plastiques sont: l'extrusion, l'extrusion gonflage, le calandrage, le thermoformage, le moulage par injection, l'injection multiphasée, l'injection soufflage, le moulage par réaction (RIM) ou réaction renforcée (RRIM), le rotomoulage, etc.

La mise en forme des agro matériaux est au début de son développement industriel. A l'exception des presses de thermopressage, les équipements spécifiques de mise en forme ne sont pas fabriqués en série comme pour les polymères synthétiques. Certains agro matériaux ont cependant été fabriqués et étudiés avec les équipements disponibles en plasturgie classique. C'est le cas des matériaux développés dans notre travail où les procédés retenus sont le thermopressage, l'extrusion suivi du moulage par injection. Les principaux procédés et méthodes d'élaboration d'éco-matériau sont présentés ci-après :

4.1. L'extrusion

L'extrusion est le plus important des procédés de mise en forme des polymères car elle présente l'avantage de fonctionner en continu. Ce procédé est soit utilisé pour la mise en forme d'un produit fini (film, plaque, profilé, tube, etc.), ou pour des étapes intermédiaires du procédé de fabrication : compoundage, granulation ou encore polymérisation.

Le terme « extrusion » désigne généralement un système vis-fourreau équipé d'une filière dont les fonctions sont les suivantes : transport et malaxage de la matière, plastification ou fusion du polymère grâce à la chaleur apportée (apport thermique et dissipation visqueuse), et mise sous pression du polymère nécessaire à sa

transformation, à son écoulement à travers une filière de mise en forme. L'extrusion monovis et l'extrusion bivis sont deux technologies qui coexistent.

4.1.1. L'extrusion monovis

C'est la plus répandue. L'industrie alimentaire a depuis très longtemps utilisé la vis d'Archimède et le procédé d'extrusion pour fabriquer entre autre des saucisses ou des pâtes. Concernant la plasturgie, le premier brevet d'extrudeuse monovis, pour isoler des câbles à base de gutta percha, a été déposé en 1879, soit au tout début de l'histoire des plastiques (Agassant, 1996). Depuis, ce procédé n'a cessé d'être optimisé, adapté aux polymères à transformer, au fur et à mesure de la diversification des grades de plastique.

Une extrudeuse monovis est constituée d'une vis d'Archimède qui tourne dans un fourreau cylindrique réglé en température, et au bout duquel est fixée une filière. La vis est généralement conique, son filet peut être plus ou moins usiné en fonction des effets de transport ou de malaxage attendus. Il existe trois zones phénoménologiques : la zone d'alimentation où le polymère est solide (granulés ou poudre plus ou moins compactée) ; la zone de plastification ou de compression dans laquelle coexistent le polymère solide et en phase fondue ; la zone de pompage où le polymère est totalement fondu (Figure 9).

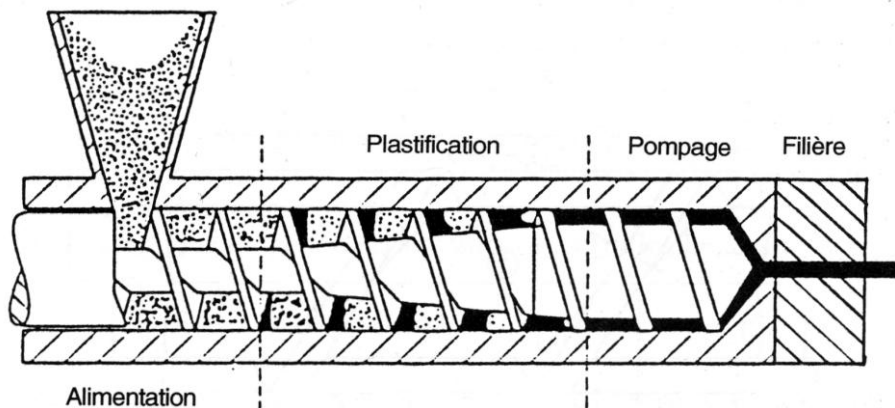


Figure 9. Schéma d'une extrudeuse monovis (Agassant et al, 1996 ; p.235).

Le diamètre du corps de la vis augmente de l'arrière vers l'avant, et donc la profondeur du canal diminue, soit sur toute la longueur de la vis soit dans la seule zone de compression. La matière se déplace grâce aux frottements induits par les mouvements du filet de la vis sur le polymère. Si la matière colle à la vis, l'effet d'extrusion est nul,

tandis que si elle adhère à la paroi interne du fourreau, le processus d'écoulement est augmenté. L'étude des phénomènes de transport et de fusion du polymère dans l'extrudeuse a fait l'objet de très nombreux travaux (Rubin, 1972; Agassant, 1996; Rosato, 2000), qui ont mis en évidence l'importance de la géométrie de la vis. En effet, l'écoulement de la matière dans le canal de la vis pendant la rotation de l'extrudeuse dépend du coefficient de frottement, qui varie avec la température et la nature du polymère, et surtout de l'action de plusieurs forces composantes (Figure 10).

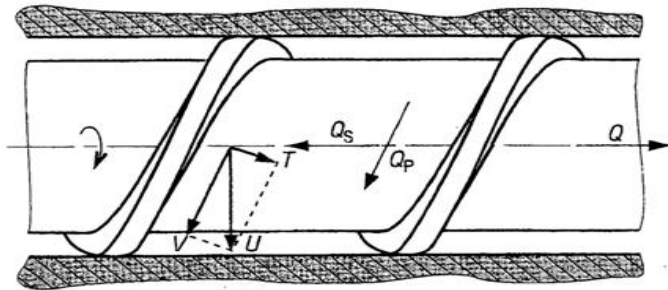


Figure 10. Forces agissant sur la matière durant la rotation de la vis d'extrusion d'après Trotignon (1996).

Ainsi la force « U » exercée sur le polymère par la vis se décompose en premier lieu en une composante « T » perpendiculaire au filetage et une composante tangentielle « V » parallèle à l'axe du canal de la vis. La force composante « V » est due à l'entraînement de la matière qui adhère à la paroi et qui est raclée par le sommet des filets. Le mouvement oblique de ces derniers pousse la matière le long du canal en direction opposée au vecteur « V ». Ce mouvement est appelé « écoulement de transport » : sa vitesse est plus grande au fond du canal et diminue à l'approche du fourreau.

La force composante « T » est perpendiculaire à l'axe longitudinal du canal de la vis.

L'écoulement induit par cette force n'intervient pas sur le débit de l'extrudeuse, mais il joue un rôle important dans le malaxage de la matière et dans le transfert de chaleur.

Une troisième force composante résulte de l'augmentation de pression dans le fourreau. Sa direction est opposée à la direction de l'écoulement Q. Elle apparaît quand la section de la filière est plus petite que la section interne du fourreau. La valeur de son débit est notée Q_p .

Cette force s'oppose au mouvement de transport et provoque une augmentation de pression à l'avant de l'extrudeuse, suite à cela une partie de la matière s'écoule par la

filière tandis que l'autre recule le long du canal de la vis.

La quatrième composante Q_s représente la fuite de la matière par le petit jeu entre la paroi interne du fourreau et le sommet des filets (quelques centièmes de millimètre).

La géométrie de la vis, le rapport longueur / diamètre de vis, les caractéristiques du fourreau, le système de régulation thermique de l'extrudeuse, ainsi que la géométrie de filière sont autant de spécificités des extrudeuses à adapter à la matière à mettre en forme. En effet, sans la maîtrise de ces outillages, le matériau risque de ne pas être convenablement plastifié, et ce, même si les paramètres d'extrusion (températures du fourreau et de la filière, vitesse de rotation de la vis) sont correctement fixés d'après les propriétés physico-chimiques de la matière, et par conséquent, le produit fini obtenu sera de mauvaise qualité.

4.1.2. L'extrusion bivis

Comme son nom l'indique, l'extrusion bivis s'effectue avec une extrudeuse à deux vis dans un fourreau non plus cylindrique, mais en forme de huit légèrement déformé, et qui est régulé en température. Comparativement à l'extrusion monovis, l'extrusion bivis offre des particularités intéressantes pour la transformation et la mise en forme des plastiques. Du fait de son fonctionnement similaire à une pompe à vis, l'alimentation est beaucoup plus régulière. Les débits peuvent être augmentés. Le mélange est bien plus efficace, et l'homogénéité du polymère en phase fondue ou du compound est assurée.

Développée en parallèle depuis soixante-quinze ans pour des applications agroalimentaires et dans l'industrie des polymères synthétiques, cette technologie a conduit à la mise au point de plusieurs types d'extrudeuses bivis. Les vis peuvent être coniques ou cylindriques, leur pas peuvent être constant ou non. De plus, elles peuvent être corotatives ou contrarotatives, interpénétrantes ou non, conjuguées ou non (Figure 11). De nombreuses combinaisons sont possibles, et le choix d'une configuration de vis dépend de l'action à effectuer sur la matière. Pour les applications de compoundage de matériaux complexes, voire d'extrusion réactive, l'extrudeuse bivis à vis corotatives et interpénétrantes, à profil conjugué, est préférée. Elle présente, entre autre, l'avantage d'avoir des vis autonettoyantes, ce qui permet à la matière de

s'écouler régulièrement dans le fourreau.

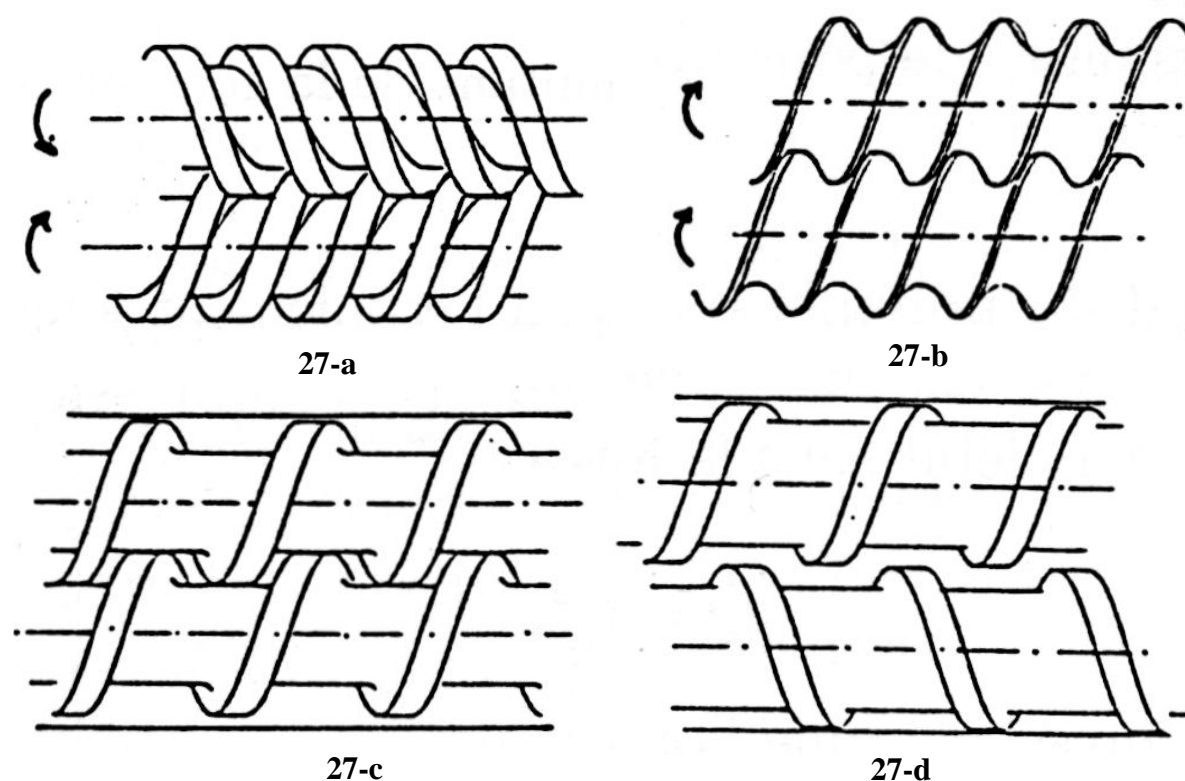


Figure 11. Types de vis utilisées dans les extrudeuses baxis (Agassant, 1996; Trotignon, 1996).

La mise en œuvre de tronçons de vis spécifiques (Figure 11) et le développement d'équipements modulaires ont considérablement élargi le champ d'application de la technologie. Au-delà du compoundage et de la mise en forme des matières plastiques, de la cuisson extrusion pour les transformations agro-alimentaires l'extrusion baxis a été appliquée à de nombreux procédés de fractionnement et transformations de matières végétales très variées.

Dans le domaine des biopolymères, la plastification de l'amidon en extrudeuse baxis a sans nul doute donné lieu au plus grand nombre de travaux (Lacourse, 1989; Lourdin, 1995; Ilo, 1996; Willett, 1997; Barron, 1998; Bastioli, 1998; Della Valle, 1998; Lourdin., 1999; Mohanty, 2000; Stepto, 2000; Loercks, 2001; Van Soest, 2001). Les transformations imposées à l'amidon dans chaque zone de l'extrudeuse (zone de convoyage solide, de fusion, de convoyage fondu), ainsi que les modifications structurales de la matière ont été décrites (Vergnes, 1986), en particulier en relation avec l'énergie mécanique spécifique et l'énergie spécifique formée par dissipation

visqueuse (Della Valle, 1989). Plusieurs modélisations des écoulements ont été proposées et appliquées à l'amidon (Vergnes, 1987; Parker, 1990). Par contre, dans le cas du composite fibre/amidon de maïs plante entière (Peyrat, 2000a), la modélisation de la plastification dans les contre-filets de l'extrudeuse baxis s'est avérée trop complexe. Bien que donnant lieu aussi à une plastification efficace en extrudeuse baxis, peu de travaux ont été consacrés au cas des protéines (Arêas, 1992; Culioli, 1996; Zhang, 2001; Fischer, 2004).

4.2. L'injection moulage

L'injection moulage est le procédé le plus couramment utilisé industriellement pour la mise en forme des thermoplastiques, et même de thermodurcissables, en tout type d'objets finis (Rosato, 2000). Cette technologie trouve son origine dès le XIX^{ème} siècle. En effet, en 1872, John et Isiah Hyatt obtiennent un brevet pour une machine d'injection moulage qui leur permettait de mouler du celluloïde. Six ans plus tard, John Hyatt introduit le premier moule multi-empreinte. En 1909, Leo H. Baekeland, le concepteur de la résine phénolformaldéhyde ou bakélite, utilise la première presse à injecter possédant une vis de plastification dans son groupe injecteur (Rubin, 1972).

Il existe plusieurs types de machines d'injection moulage (Figure 12) : presse à injecter à piston, à vis de plastification, à injection multiple (à piston, à vis, à piston et à vis), etc.

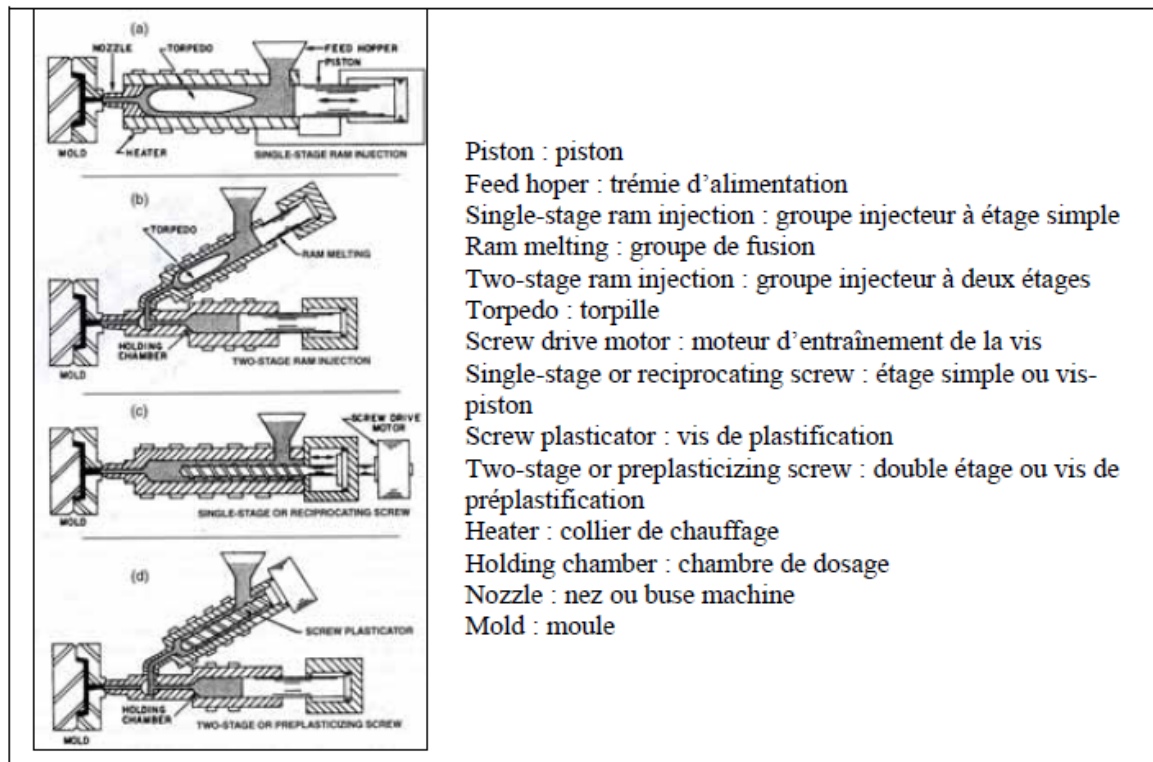


Figure 12. Exemples de différents systèmes de plastification de presse à injecter d'après (Rosato, 2000).

Si tant de machines d'injection moulage ont été proposées parallèlement au développement des différents grades de plastiques, c'est que cette technologie présente des avantages importants pour les industriels, et ceci malgré quelques inconvénients (Tableau 9).

Tableau 9 : Avantages et inconvénients de l'injection moulage d'après (Rubin, 1972).

Avantages	Inconvénients
Fort rendement de production	Forte concurrence d'où une faible marge
Grand volume de production	Trois opérations unitaires en décalage dans le procédé (plastification, injection moulage, démoulage)
Coût de production relativement faible par objet	
Automatisation du procédé	Prix élevés des machines, des équipements auxiliaires et des moules
Définition précise de la pièce (décoration en bas relief, précision de la géométrie, etc.)	
Recyclage des rebus et autres déchets thermoplastiques après broyage d'où des pertes minimales de matière première	Détermination de la qualité d'une pièce non Immédiate
Possibilité de mouler de mêmes formes avec des matériaux différents, voire avec des additifs ou charges, via la même machine et le même moule	Problèmes liés aux bases du procédé difficiles à appréhender
Propriétés de produit fini intéressantes: <ul style="list-style-type: none"> • ratio • forte résistance mécanique / masse, résistance à la corrosion, résistance en traction, etc. 	Manque de connaissance sur les conséquences que peuvent avoir des défaillances machines sur les propriétés du produit fini

Nous nous limiterons dans cette partie au cas des presses à injecter à vis de plastification, qui sont les plus répandues, en nous attachant à montrer l'importance des caractéristiques des principaux outillages de cette machine vis-à-vis de la plastification d'un matériau et de sa mise en forme.

4.2.1. Description d'une presse à injecter

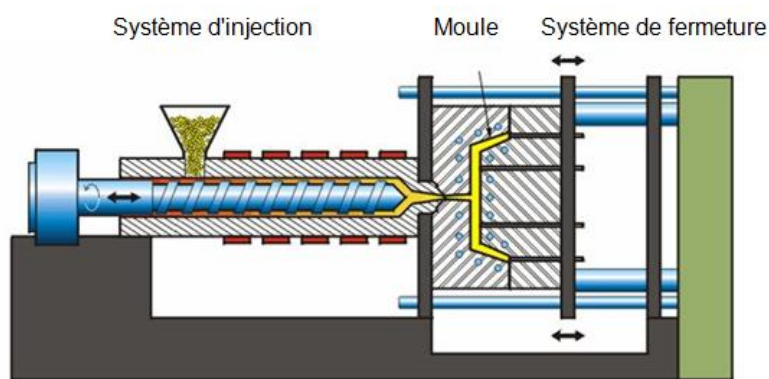
Une presse à injecter, ou machine d'injection moulage, est constituée de deux unités principales : l'unité d'injection, ou de plastification, et l'unité de moulage (moule et

système de fermeture) (Figure 11). Le plus souvent, les différences notables entre les types de machines concernent l'unité de plastification (Figure 10). Notons qu'il existe des presses verticales bien que les presses horizontales soient les plus fréquentes. Parmi ce type de machines, deux grands groupes se distinguent : les presses hydrauliques et les presses électriques. Elles présentent chacune des particularités plus ou moins intéressantes et adaptées à certaines fabrications.

Injection unit : unité d'injection, groupe injecteur

Mold : moule

Clamping cylinder : groupe ou unité de fermeture



<http://archimede.bibl.ulaval.ca/archimede/files/>

Figure 13. Eléments de base d'une machine d'injection moulage d'après (Rosato, 2000)

Une machine d'injection moulage se caractérise généralement par sa capacité maximum d'injection et sa force de fermeture. La première caractéristique peut être donnée en masse de Polystyrène standard ou en volume (cm^3). La capacité d'injection réelle est comprise entre 30 et 70% de cette capacité maximale, ceci en fonction du comportement en phase fondue de la matière à transformer et des limites de sécurité machine (étape de compactage). La force de fermeture est généralement exprimée en tonne, et correspond à la force de fermeture maximum du moule que peut maintenir la presse avant, pendant et après le remplissage du moule par la matière fondue. Toutefois, de nombreux autres critères peuvent être précisés pour définir au mieux une presse à injecter. Ils sont d'autant plus importants qu'ils seront nécessaires au choix d'une machine parfaitement adaptée à une gamme d'objets à fabriquer : par exemple les distances entre plateaux et entre colonnes doivent être de dimensions compatibles avec celles du moule.

La Figure 12 indique les éléments essentiels d'une machine d'injection moulage. Parmi ces éléments, l'unité de plastification nous intéresse tout particulièrement dans le cas de la mise en œuvre des matériaux bio sourcés. En effet, le rapport longueur / diamètre de la vis de plastification, la régulation thermique du fourreau à la base de la trémie, la longueur et la géométrie de la buse d'injection sont autant de caractéristiques à prendre en compte pour la fusion de la matière sans dégradation de celle-ci.

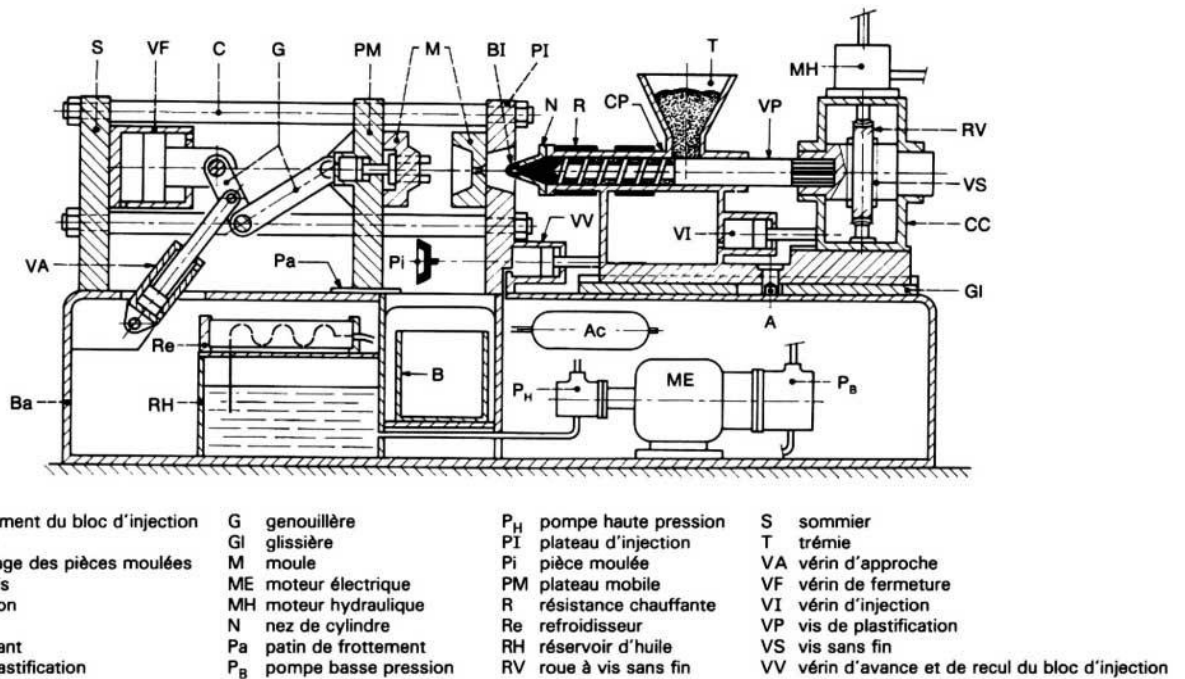


Figure 14. Schéma d'une presse à injecter électrique à vis de plastification

Lorsque ces éléments, qui ont une forte incidence mécanique sur le plastique, sont mal dimensionnés, les pièces éventuellement formées présentent des défauts qualitatifs importants.

Le principe de fonctionnement d'une machine d'injection moulage reste sensiblement le même quel que soit le type de presse :

- La matière plastique est introduite dans la trémie.
- Le moule est fermé et verrouillé à la force de fermeture nécessaire pour son remplissage. Si la force d'injection est supérieure à cette force de fermeture, le moule s'ouvre. Ce phénomène peut provoquer une usure prématurée du moule et de la machine, l'objet est souvent à rejeter (bavure voire défaut).
- Par conduction thermique et dissipation visqueuse, la matière est ramollie lors de la

rotation de la vis qui recule au fur et à mesure que la matière fondue est stockée en bout de fourreau. La pression engendrée par la matière sur la vis est contrée par une contrepression consignée et exercée par le moteur, ceci évite de stocker des gaz ou des espaces vides en plus de la matière, qui pourrait éventuellement changer d'état (équilibre PVT modifié). Il s'agit de la phase de dosage.

- Lorsque le dosage est effectué, le groupe injecteur avance vers le moule. Et lorsque le contact buse machine et busette moule est établi, la matière fondue est injectée dans l'empreinte du moule par un mouvement de translation de la vis de l'arrière vers l'avant du fourreau (effet piston).

- Une pression de maintien est exercée pendant un bref instant afin d'assurer le compactage de la pièce. Cette étape assure une bonne reproductibilité dans la fabrication des pièces injectées. Elle présuppose également la nécessité de doser un volume de matière fondue légèrement supérieur au volume de l'empreinte du moule.

- La pièce doit se solidifier dans le moule avant d'être démoulée et éjectée. Dans le cas des thermoplastiques, le moule est thermorégulé à une température inférieure à la température de ramollissement par circulation de fluide. Dans le cas de thermodurcissables, des moules dotées de systèmes de chauffe électriques sont le plus souvent utilisés. En effet, ils offrent l'avantage de modifier rapidement la température du moule, et il est donc possible de réticuler rapidement la pièce injectée par cuisson.

- Une fois l'objet figé dans sa forme, et après que le ponton du groupe injecteur soit reculé, le moule s'ouvre et les éjecteurs poussent la pièce hors du moule.

Après nettoyage du moule, si nécessaire, un nouveau cycle peut démarrer. Pour gagner du temps, le dosage peut s'effectuer lors du recul ponton ou pendant l'ouverture du moule et l'éjection.

Les phénomènes physiques liés au fonctionnement d'une presse à injecter sont très nombreux. Les modèles permettant de représenter l'ensemble de la transformation nécessitant la prise en compte de multiples paramètres :

- la géométrie est complexe ;
- le procédé est non stationnaire, donc transitoire ;
- la forte vitesse d'injection génère une puissance dissipée élevée ;
- les gradients thermiques sont marqués dans l'épaisseur de la pièce ;

- l'écoulement est compressible (notamment au cours du compactage) ;
- les phénomènes de cristallisation et d'orientation sont très hétérogènes;
- les conditions aux limites sont modifiées au cours du refroidissement.

De nombreux modèles concernant la plastification des polymères synthétiques et le remplissage des moules ont été proposés (Alles, 1986; Rosato, 2000). Ils sont très utiles pour définir et concevoir au mieux les moules et aussi pour paramétrer les consignes d'injection moulage (Agassant, 2000). Ainsi ils permettent :

- l'optimisation du moule et notamment la localisation des seuils d'injection,
- l'optimisation des paramètres de mise en œuvre,
- la prévision des structures, des déformations résiduelles et des propriétés du matériau moulé.

Dans le cas des biopolymères, aucune donnée sur l'application de ces modèles n'a été signalée à notre connaissance.

4.2.2. Outillages spécifiques

La fabrication des objets injectés de bonne qualité requiert d'une part une bonne connaissance de la matière première et de ses propriétés rhéologiques et thermiques, et d'autre part de bien dimensionner la machine et ses outillages spécifiques. De nombreux critères doivent être pris en compte, car ils sont liés à l'interaction entre la matière et le travail thermomécanique qu'elle va subir : la sensibilité du plastique vis-à-vis du taux de cisaillement, son indice de fluidité à chaud et son comportement rhéologique, sa température de ramollissement et la température du moule, la pression et la vitesse d'injection, la contrepression sur la matière, le couple subi par la vis, la vitesse de rotation de la vis, le(s) système(s) de dégazage, les types de buses, la température de séchage du matériau, le retrait au moulage et la densité du matériau.

4.2.2.1. Vis de plastification

Les principaux phénomènes qui ont lieu lors de la rotation de la vis de plastification sont : le transport, le ramollissement ou la fusion, et le pompage de la matière. Cette vis de plastification est à quelques détails près une vis d'extrusion (Figure 15). Et comme elle, elle présente trois zones : alimentation, plastification et pompage.

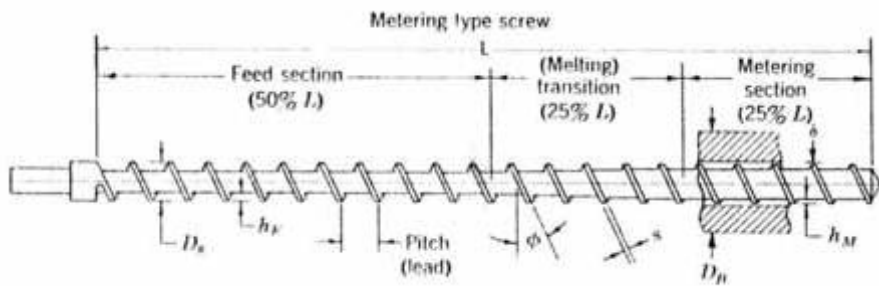


Figure 15. Vis de plastification standard d'une presse à injecter (Agassant et al., 1996).

Metering type screw : vis à section homogène

Feed section : zone d'alimentation

(Melting) transition : zone de fusion, de transition

Metering section : zone de dosage

Pitch (lead) : pas de vis

Les vis de plastification standard sont à pas singulier (Figure 13) dont les caractéristiques sont les suivantes :

- D_s (ou D), le diamètre nominal de la vis ;
- Φ , l'angle de l'hélice ;
- s , l'épaisseur du filet ;
- h_F , la profondeur du filet au niveau de la zone d'alimentation ;
- h_M , la profondeur du filet au niveau de la zone de pompage ;
- L , la longueur de la vis ;
- δ , le jeu entre le sommet du filet et le fourreau ;
- L/D , le rapport longueur sur diamètre nominale de la vis ;
- $\tau_c = h_F / h_M$, le taux de compression.

Les mécanismes de déplacement et de transformation d'un polymère dans une vis d'Archimède ont été décrits de façon détaillée (Agassant et al., 1996) :

Le transport du polymère solide dans la zone d'alimentation :

Le plastique sous forme de granulés ou de poudre à un comportement voisin de celui d'un « sable » avec une certaine cohésion et un certain angle de frottement interne. Il est rapidement compacté (ou fritté) sous l'action de la pression et de la température, et il se comporte alors comme un solide plus ou moins indéformable glissant entre la vis

et le fourreau. Le déplacement s'effectue comme pour l'extrusion monovis. Il existe cependant une légère différence concernant la vitesse du fourreau par rapport à la vis, considérée fixe. Elle est due au recul de la vis au fur et à mesure que le dosage de la matière fondue s'effectue. Toutefois, cette vitesse de recul, v_r , est négligeable devant la vitesse de rotation, $v : v = \pi \times D \times N \geq v_r$. Des modèles ont été développés afin de déterminer un angle de vis optimum permettant un débit de solide optimum dans cette zone d'alimentation. Notons que cette optimisation nécessite de déterminer le coefficient de frottement polymère / métal du fourreau et de la vis.

Le phénomène de transition de phase dans la zone de plastification, et de compression: Deux actions sont responsables du ramollissement du polymère : la conduction thermique et la dissipation visqueuse due au cisaillement exercé par la vis sur la matière. Le taux de cisaillement augmente donc de la zone d'alimentation à la zone de pompage de la vis. Un faible taux de cisaillement ne permet pas une bonne homogénéisation du matériau. Un taux de cisaillement trop important peut entraîner une dégradation du matériau. La plastification d'un polymère est ordonnée dans le canal de la vis. D'abord, un film liquide se forme au contact du fourreau au dessus du solide. Cette étape s'appelle la zone de retard à la fusion. Plus le jeu entre le sommet du filet et le fourreau est important, plus longue est cette zone de retard à la fusion.

Quand la couche de polymère fondu devient plus importante que ce jeu, elle se met en pression le long du filet arrière et l'épaisseur du film augmente. Il se forme alors une poche liquide à l'arrière du chenal, celle-ci grandit de l'arrière vers l'avant du cylindre en même temps que le lit de solide diminue : c'est la zone de plastification proprement dite (Figure 16).

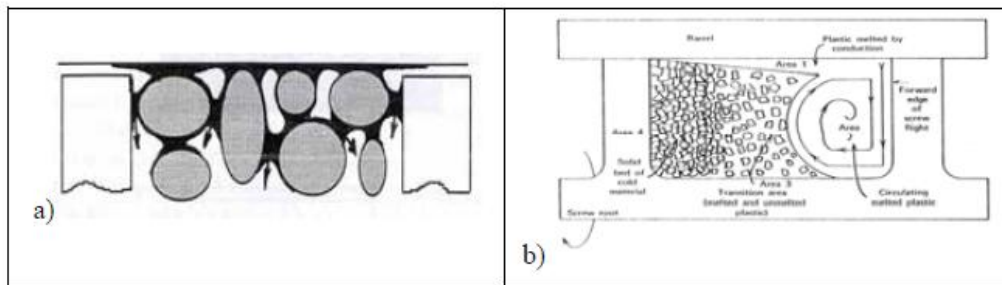


Figure 16. Plastification d'un polymère dans la zone de fusion :

a) retard à la fusion (Agassant,1996),

b) plastification (Rubin, 1972).

Notons que pendant les phases d'arrêt de la vis, la plastification se poursuit par conduction thermique.

Le phénomène de pompage :

Dans la troisième zone de la vis, la matière fondue est mise sous pression ce qui entraîne son écoulement vers le bout de vis ou chambre de dosage. Ce phénomène a été moins étudié pour le cas de l'injection moulage que pour l'extrusion monovis. Les modèles expliqués pour une extrudeuse monovis munie d'une filière et fonctionnant en continu ont été adaptés au système transitoire que représente l'injection moulage. Il se peut que la température de la matière diminue tout le long de la vis entre le début et la fin de la phase de rotation. Le polymère pourrait alors avoir une température très hétérogène (Agassant, 1996).

La pointe de vis est également un élément essentiel pour l'injection du matériau. En effet, il peut être nécessaire d'équiper la vis de plastification d'une pointe de vis munie d'un clapet anti-retour, qui évite à la matière fondue de reculer dans la vis au moment de l'injection. Le remplissage du moule s'en trouve ainsi optimisé.

Les mouvements et phénomènes successifs, qui ont lieu dans une vis de plastification d'une machine d'injection moulage, sont résumés dans les Figure 17 et Figure 18.

Barrel : fourreau

Screw : vis

Open discharge : écoulement libre

Blocked flow : écoulement bloqué

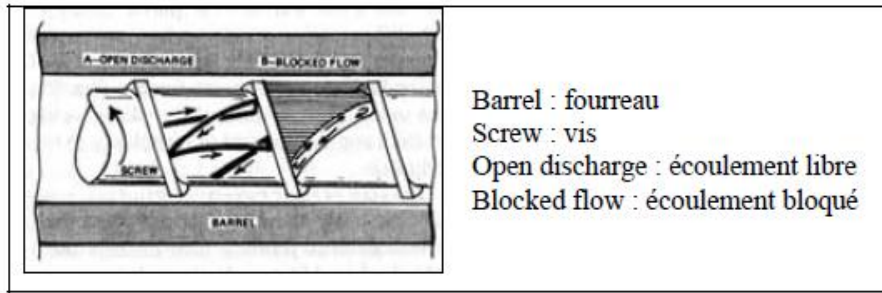


Figure 17. Mélange et écoulement d'un plastique dans une vis de plastification (Rosato, 2000).

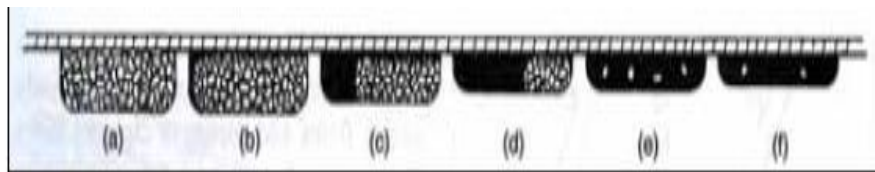


Figure 18. Principe de fonctionnement standard d'une vis de plastification sur un plastique à injecter (Rosato, 2000).

4.2.2.2. Moule

Le moule d'injection est sûrement l'outillage le plus complexe et le plus difficile à concevoir. En effet, un moule est constitué d'un ensemble de plaques usinées s'imbriquant parfaitement les unes dans les autres, et dont chacune a un rôle précis à jouer dans la fabrication de la pièce (Figure 19). « Injection Molding: theory and practice » (Rubin, 1972) et « Injection Molding Handbook » (Rosato, 2000) sont des ouvrages de référence qui consacrent chacun un chapitre très complet sur les différents types de moules d'injection moulage existants et leur conception.

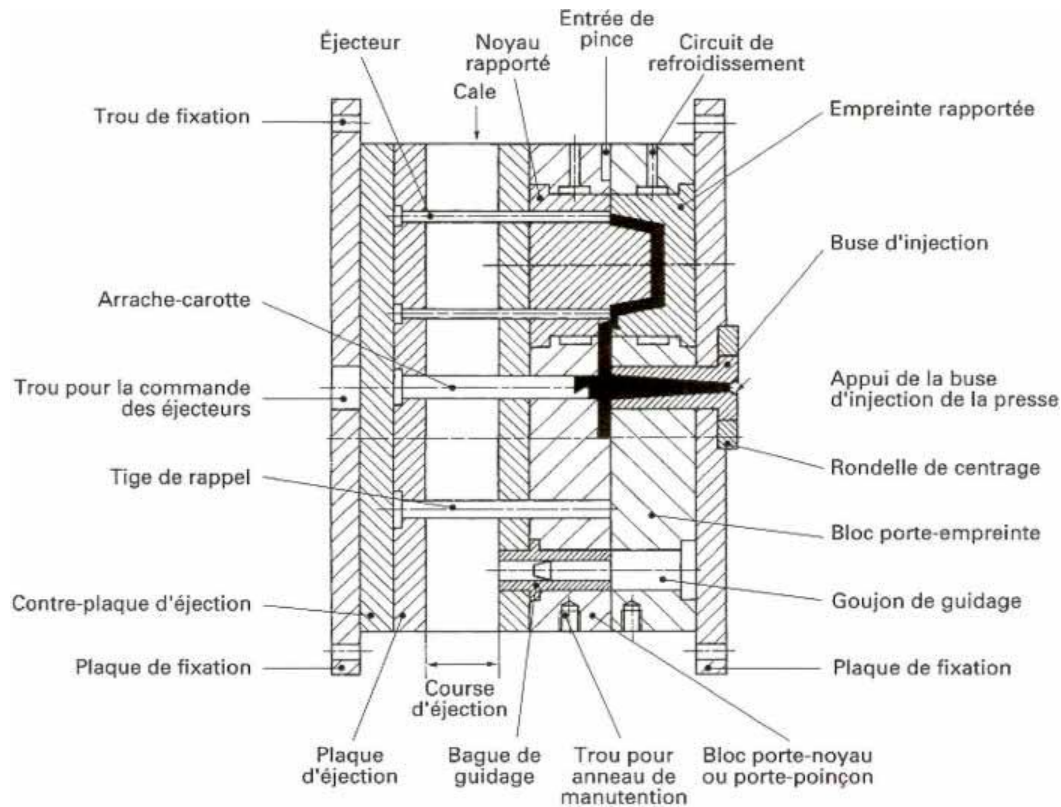


Figure 19. Structure générale d'un moule d'injection (Pichon, 2001)

Afin de déterminer la taille et la localisation des seuils d'injection, la dimension des canaux d'alimentation de l'empreinte, les angles de dépouille de la carotte d'injection comme ceux de l'empreinte, il est indispensable de connaître le comportement rhéologique (melt index), et les caractéristiques thermiques du matériau fondu (sa capacité à se figer et à quelle température, son retrait au moulage) pour exploiter les modèles permettant de prédire le comportement du plastique fondu pendant la phase de remplissage. Cependant, les empreintes des moules sont généralement de géométrie complexe. Le remplissage s'étudie alors en décrivant une succession d'écoulements dans des géométries simples entre lesquelles la continuité de la pression, du débit et de la température est assurée. Des logiciels ont été développés sur ce principe (Rosato, 2000). En fait, l'étude et la modélisation du remplissage d'un moule par une matière plastique constituent par elles-mêmes une étude complète (Alles, 1986). L'acquisition des données est menée avec des moules de géométrie simple (disque, spirale), munis de capteurs de pression et de température, qui permettent de définir : le débit d'injection durant le remplissage du moule, la température de la matière à son entrée dans le moule (la température d'injection) et la température du moule. Le

comportement du polymère remplissant le moule peut ainsi être caractérisé par l'évolution de la pression dans l'empreinte, et grâce à une série de sous-dosages qui permettent de fournir la position du front de matière à des instants successifs au cours du remplissage.

D'un point de vue pratique, l'observation des pièces moulées permet d'orienter le choix des conditions d'injection et de pressage ainsi que les adaptations du moule aux caractéristiques du polymère. Ainsi, généralement, les modèles ne rendent pas compte de l'écoulement de la matière au voisinage du front de matière, appelé «effet fontaine». Cet écoulement particulier génère souvent des structures caractéristiques de l'injection moulage : zone de cœur, effet de peau, lignes de soudure, etc. Par ailleurs, au cours du refroidissement de la pièce injectée, la variation de volume spécifique, qui n'a pu être compensée par le compactage, engendre des contraintes résiduelles. A la fin du compactage, il existe un gradient thermique entre la peau et le cœur de l'objet. Comme la dimension finale de la pièce est uniforme (pas de différence entre les couches du cœur et de peau), les couches périphériques sont en compression et les couches internes en traction. De ce fait, l'épaisseur de l'objet a tout intérêt à être la plus faible possible pour diminuer cet effet. D'autre part, il est nécessaire que le moule soit uniformément régulé en température. En effet, un gradient thermique entre deux positions de l'empreinte pourrait induire une déformation de la pièce à l'ouverture du moule (Agassant, 2000). Par conséquent, suite aux observations de défauts faites sur les objets moulés des séries de réajustements des consignes d'injection moulage sont possibles (Pichon, 2001).

La technologie d'injection moulage a cependant déjà été appliquée pour la mise en forme de plusieurs biopolymères, formulés ou non, et de composites biopolymères en fibres végétales, reconstitués ou naturels.

Quelle que soit la formulation mise en œuvre, nous pouvons remarquer que la température de mise en forme est toujours comprise entre 50 et 200°C, et elle est le plus souvent voisine de 120 à 150°C. Cette température permet l'écoulement des biopolymères transformés tout en les préservant d'une dégradation thermique.

La presse à injection utilisée dans cette étude pour élaborer les éprouvettes et échantillons est une presse à injection de marque ARBURG 370 S 700-70. La presse a

été réglée à une température de 180°C et à une pression de 2500 bars.

Elle a une force de fermeture maximale de 700KN et est munie d'un système d'éjection hydraulique avec un diamètre de la vis 150mm et 180mm ; Sa puissance électrique est de 15 KW.

4.3. Le thermo pressage

Le thermo pressage est également appelé *moulage par compression* (Trotignon, 1996). Cette technologie est issue de l'industrie des composites à base de résines thermodurcissables. Le thermo pressage consiste en la fabrication de panneaux de particules par compression de mat dans un moule avec application de la chaleur en présence d'un plastifiant éventuellement.

Son principe de fonctionnement est décrit par la Figure 20. Le mélange est chargé dans le moule chauffé par conduction. Les plateaux de la presse se rapprochent et viennent comprimer la matière qui ramollit et prend la forme de l'empreinte. Le moule est maintenu fermé sous pression pendant le temps de la réaction de réticulation du thermodurcissable.

Lorsque celle-ci est terminée, les plateaux s'écartent l'un de l'autre et la pièce est dégagée.

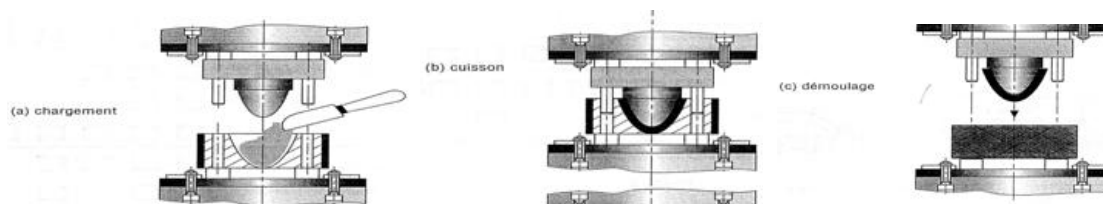


Figure 20 : Moulage par compression (d'après Trotignon, 1996)

Ce procédé permet une facile mise en œuvre de bio polymères comme les protéines (Di Gioia, 1998; Orliac, 2002a) dont le comportement se rapproche de celui des thermodurcissables, mais aussi comme l'amidon (Van Soest, 2001) ou encore les composites fibres lignocellulosiques/protéines comme le tourteau de tournesol (Silvestre, 2000). Cependant, la présence d'eau dans les biopolymères impose plusieurs contraintes lors du moulage par compression. En effet, quand la matière est chauffée au-delà de 100°C, l'eau passe sous forme vapeur et tend à s'échapper. Si cette vapeur d'eau n'est pas évacuée au début du cycle, par exemple par une entrouverture du moule, des cloques risquent de se former à la détente du moule à chaud, quand la

pièce n'explose pas. Pour diminuer la pression de vapeur, le moule peut être refroidi avant son ouverture, mais ceci ralentit considérablement les cadences de fabrication. Pour résoudre ce problème, un système de carrousel a été développé afin de presser une première fois la matière à chaud pour lui donner sa forme, puis un seconde pressage, à froid, remet en forme l'objet en profitant de la chaleur accumulée lors du premier pressage (Rentsch, 1997), c'est ce procédé qui est retenu pour élaborer nos panneaux de particules en tiges de kenaf et tiges de cotonnier.

4.3.1. Le Pressage à chaud

Quatre facteurs principaux justifient l'importance du pressage dans le procédé de fabrication des panneaux. Il s'agit de :

- la forte consommation d'énergie
- la variation de la qualité du produit final par tous les mécanismes de transfert de chaleur et de masse qui se produisent dans le mat
- le temps de pressage affecte la productivité
- le profil de densité, développée durant cette étape.

Pendant la compression à haute température, de nombreux processus physiques et chimiques sont mis en oeuvre dans le mat et se produisent de façon simultanée. Leur étude doit prendre en compte tous les phénomènes physiques locaux tels que le transfert de masse et de chaleur, en utilisant les stratégies de contrôle de la presse et les simulations par ordinateur. La Figure 21 de (Wolcott, 1989), décrit trois étapes principales dans le cycle de pressage. Il s'agit de :

4.3.1.1. La consolidation

Le plateau supérieur de la presse entre en contact avec la surface supérieure de l'échantillon et l'élimination des espaces vides commence jusqu'à ce que l'épaisseur finale soit atteinte, en même temps que la pression évolue dans le temps. Cette étape est équivalente à la fermeture de la presse désignée par TFP (Temps de fermeture de la presse).

4.3.1.2. *La relaxation transitive*

La relaxation commence après avoir obtenu le maximum de pression sur l'ébauche. La diminution de la pression durant cette étape est graduelle et donne du temps pour la polymérisation du liant.

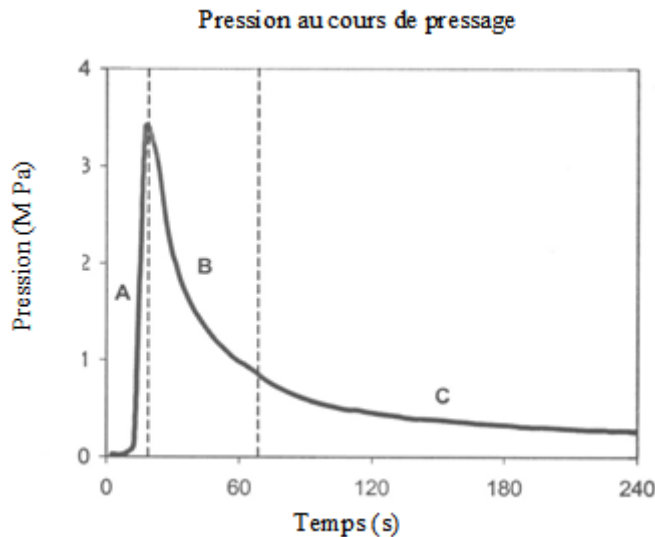


Figure 21. Les étapes dans le cycle de pressage (Adaptation de Wolcott, 1989)

4.3.1.3. *La relaxation asymptotique*

Pendant cette étape la pression est un peu plus constante, mais le plateau supérieur est encore en contact avec l'ébauche.

Finalement, *la décompression ou dégazage* se produit quand le plateau supérieur se dégage de l'ébauche. L'ouverture des plateaux est totale et le cycle de pressage se termine.

4.3.1.4. *Les conditions internes du mat (Adaptation de Kamke 2003)*

La recherche pour comprendre la physique de base des phénomènes se produisant dans l'ébauche durant la compression à haute température fut initiée avec les expériences qui reproduisent le pressage à chaud. Le but était de connaître le comportement des différents paramètres et leur incidence sur les propriétés finales du mat. Kelly (1977) a effectué une excellente revue de littérature à ce sujet. La vitesse d'augmentation de la température a un impact logique sur la vitesse de polymérisation de la résine. Les thermocouples pour contrôler la température au cours du pressage au centre du mat ont été utilisés par Maku *et al.* (1959) et Strickler (1959). Ils ont démontré aussi que la

géométrie des particules affecte le flux de la vapeur d'eau, et en conséquence affecte la température atteinte par le panneau. Les auteurs ont reconnu que les gradients de pression résultent en un flux de vapeur de la surface vers le centre du mat durant la compression, et ultérieurement dans le plan du panneau, du centre du mat vers les bords. Fahrni (1954) a signalé l'avantage du flux de vapeur pour un transfert de chaleur plus rapide au cours du pressage et il a proposé l'effet « steam-shock » ou « effet de pression de vapeur ». Cet effet survient lorsque des particules de teneur en humidité beaucoup plus élevée sont employées à la surface de l'ébauche afin de favoriser un transfert de chaleur plus rapide.

Comme le flux de vapeur dans l'ébauche a une importance significative durant le transfert de chaleur et comme une pression excessive de vapeur en fin de cycle du pressage peut produire un délaminage, une technique pour mesurer la pression du gaz dans l'ébauche a été conçue (Denisov et Sosnin 1967, Kavvouras 1977, Kamke et Casey 1988).

Cette technique utilise un tube rigide avec un petit diamètre intérieur ouvert d'environ 0.25 mm. Cette extrémité du tube va à l'intérieur du mat et l'autre extrémité est connectée à une sonde très sensible. Le tube peut être rempli avec un liquide, comme par exemple de l'huile de silicone à basse pression de vapeur, afin d'éliminer la condensation de vapeur d'eau à l'intérieur du tube. Cette méthode permet de mesurer seulement la pression totale du gaz et ne peut pas différencier les pressions partielles. Par exemple, la fabrication des panneaux de lamelles orientées (PLO) peut être faite à l'aide d'un adhésif polymérique diphenylméthane diisocyanate (pMDI) qui produit des quantités significatives de CO₂ au cours de la polymérisation. Le résultat de cette technique pourrait ne pas indiquer les bonnes mesures durant le pressage (Geimer 1991) et dans ce cas là elles pourraient être indiquées seulement comme référence. Les mats avec une basse perméabilité, telles que les PLO de basse densité, peuvent avoir un gradient de pression de gaz élevé à travers l'épaisseur et latéralement du centre vers le bord du panneau.

La mesure de la température et de la pression du gaz à l'intérieur du mat au cours du pressage à chaud est une pratique commune dans l'industrie depuis l'introduction du système moniteur du mat PressMAN[®] (Alberta Research Council 2003). Ce système

inclut des sondes spécialement conçues pour mesurer la température interne et la pression du gaz durant le pressage. On note que 80 sondes de ce genre sont actuellement en utilisation dans l'industrie et dans les centres de recherche dans 20 pays, que ce soit pour les presses lot et ou en continu.

Les mesures directes des conditions internes de l'ébauche sont nécessaires pour la vérification des modèles de simulation du pressage à chaud (Zombori, 2001).

Selon les conditions décrites précédemment, on conclut que les principaux facteurs du pressage des panneaux de particules sont les suivants (Cloutier, 2001 ; nenonène, 2009) :

- ✓ température de la presse
- ✓ teneur en humidité du mat
- ✓ vitesse de fermeture de la presse
- ✓ temps de pressage

Tous ces facteurs jouent un rôle très important lors du pressage car ils sont à l'origine des phénomènes de transfert de masse et de chaleur dans l'ébauche et ils déterminent le profil de densité finale des panneaux de particules.

4.3.2. Transfert de masse et de chaleur au cours du pressage à chaud

La présence d'eau dans le panneau de particule s'explique par trois causes indépendantes :

- ✓ La teneur en humidité des fibres.
- ✓ L'eau contenue dans la résine et l'eau ajoutée aux fibres.
- ✓ L'apparition de l'eau par la polycondensation de la résine colle d'os qui est employée ici pour ce type de panneaux.

Durant la fermeture de la presse, les couches de surface du mat sont en contact direct avec les plateaux de la presse. Donc, elles reçoivent la chaleur par un phénomène appelé conduction. Ainsi, les couches externes atteignent rapidement le point d'ébullition de l'eau qui commence à se vaporiser.

En même temps que la vapeur d'eau est produite suite à un changement de phase dans les couches de surface, elle transporte avec elle la chaleur latente de vaporisation et la

chaleur sensible. Cela permet de réchauffer le centre du mat. L'augmentation de la pression à l'intérieur du mat durant la consolidation du panneau produit un flux hydrodynamique de vapeur qui se déplace par filtration, principalement dans la direction perpendiculaire à la surface du mat.

La vapeur d'eau produite à cause de la chaleur des plateaux de la presse constitue un milieu d'échange calorifique entre les couches externes et internes de l'ébauche. La vapeur atteint les couches internes du mat dont la température est inférieure, se condense et libère sa chaleur latente provoquant l'augmentation de la teneur en humidité et de température du centre du panneau. Ultérieurement, ces zones internes atteignent le point d'ébullition de l'eau et commencent à perdre l'humidité par vaporisation de l'eau présente dans cette zone.

Ce phénomène en chaîne est transitoire à travers l'épaisseur et se poursuit jusqu'à ce que l'eau atteigne le centre du panneau. L'eau se condense et par la suite la température augmente pour compléter la polymérisation du liant, l'un des buts du pressage à chaud.

4.3.2.1. Compression du mat (Adaptation de Kamke 2003)

Le comportement en compression du mat est influencé par sa structure et les propriétés mécaniques du bois. La structure du mat est constituée de particules et d'espaces vides. Les espaces vides sont nombreux et les vides représentent un taux volumique important durant la première étape du cycle du pressage. Au niveau microscopique, les particules avec un rapport élevé hauteur/largeur servent de pont et elles contribuent à la résistance à la compression due à la flexion au cours de la consolidation de l'ébauche. Les particules qui ont la géométrie d'un cube par exemple, n'ont pas beaucoup de résistance à la compression. La flexion ou le glissement des particules de bois contribue au comportement non linéaire de la compression. Dans la première période de la fermeture de la presse, au début du cycle du pressage, l'ébauche est comprimée de façon élastique. Le module de compression du mat est si faible que les contraintes peuvent être à peine mesurées. Durant cette période, les particules n'ont pas de restriction à se comprimer et elles glissent les unes sur les autres. Durant la deuxième période, la limite élastique est atteinte quand le contact particule / particule

se produit de la zone inférieure à la zone supérieure du mat et quand la plupart des particules sont déjà étalées, donc, que la flexion est initiée. Cette région est marquée par une grande déformation avec peu ou pas de contraintes. La troisième période commence quand les particules de façon individuelle commencent à être comprimés et le volume du lumen de la cellule du bois commence à diminuer. La quatrième période commence quand la plupart des cellules du lumen ont été éliminées et la substance de la paroi cellulaire est en train d'être comprimée.

La Figure 22 montre la structure vide d'un panneau de particules pendant la compression. À 0% de déformation, la présence des grands espaces vides est évidente, et ceux-ci sont facilement accessibles par le flux de masse.

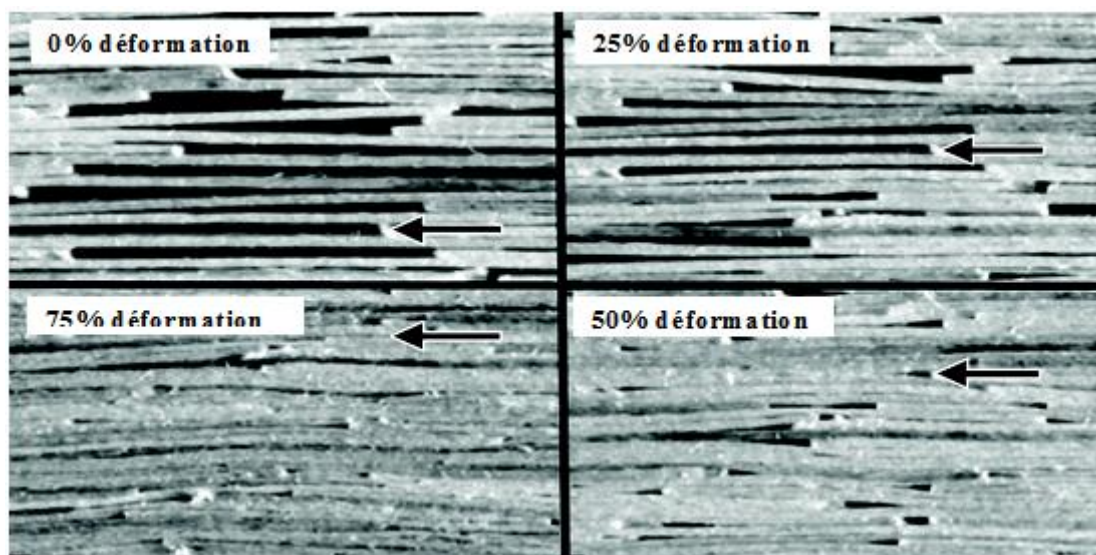


Figure 22. Compression d'un Panneau de 0 à 75 % de déformation.

Les flèches indiquent la progression de la disparition des espaces vides (Adaptation de Lenth et Kamke, 1996a, b).

Comme la déformation est en augmentation, les espaces vides se font de plus en plus petits. Beaucoup d'entre eux ont été complètement éliminés, comme on peut l'apprécier par la flèche qui suit la progression d'une espace vide entre 0 et 75% de déformation. Cette figure montre que la structure aléatoire du mat crée des zones verticales continues de particules, donc sous contraintes de compression, alors que d'autres contiennent des vides et sont donc libres de contraintes de compression. Par contre, on trouve des régions verticales vides qui peuvent rester ainsi où la contrainte sera pratiquement nulle. Cette non – uniformité de la structure vide est plus fréquente dans les mat avec des particules plus grandes.

Les particules du bois ont leur propre structure cellulaire, avec les lumens cellulaires qui comprennent les espaces vides. Sous la compression, la paroi cellulaire produira la flexion et ultérieurement elle brisera. Avec une déformation excessive, ou bien une grande vitesse de déformation, la paroi cellulaire peut être fracturée. Le collapse de la paroi cellulaire est la première raison expliquant le comportement non linéaire du bois (Gibson et Ashby 1988). Wolcott *et al.* (1994) ont démontré que le bois sous compression transversale possède un comportement similaire aux matériaux cellulaires et que le comportement non linéaire est attribuable correctement au collapse de la paroi cellulaire.

Si on soumet le bois aux contraintes de compression, il va répondre par une déformation élastique, viscoélastique et visqueuse comme on verra dans la section sur le comportement viscoélastique du panneau. La déformation élastique est récupérable automatiquement après avoir enlevé la contrainte. La déformation viscoélastique n'est pas récupérable immédiatement après avoir enlevé la contrainte. Ce comportement est appelé viscoélasticité et il est une caractéristique propre des polymères qui comportent une paroi cellulaire. La température et la teneur en humidité influencent le comportement viscoélastique.

La structure amorphe de la lignine, les hémicelluloses et quelques portions de cellulose sont à l'origine du comportement viscoélastique du bois. Ces polymères ont un comportement comparable à celui du verre (rigide et cassant) lors d'une courte période de temps, à une basse température, ou à une basse teneur en eau liée.

Pour une longue période de temps, une température élevée, et une haute teneur en eau liée, la paroi cellulaire présente un comportement caoutchouteux (ductile et doux). Entre ces deux zones on peut distinguer une zone de transition. En considérant la teneur en humidité constante, le temps constant, et en faisant varier la température, cette phase est appelée « transition » ou bien « température de la transition vitreuse » (T_g). En augmentant le temps, ou en diminuant la teneur en eau liée, cela réduira T_g . La courbe maîtresse montrée à la Figure 23 explique le changement du module de relaxation d'un polymère amorphe selon le temps et la température. Wolcott *et al.* (1994) ont montré que la teneur en humidité a une influence aussi sur le module du bois, comme on peut le remarquer dans la courbe maîtresse. Les données du module de

traction sont représentées pour la température et la teneur en humidité.

Le mat des particules de bois au cours du pressage à chaud a un comportement viscoélastique. On a deux niveaux cellulaires : les lumens et les espaces vides entre les particules. Le collapse des espaces vides, et par la suite des lumens, conduit au comportement de compression non linéaire. De plus, la température de transition vitreuse et la teneur en humidité varient à différentes périodes de temps à travers l'épaisseur. Une fois que la région de transition vitreuse T_g a été atteinte, on observe une réduction dans le module de relaxation et une augmentation de la densification.

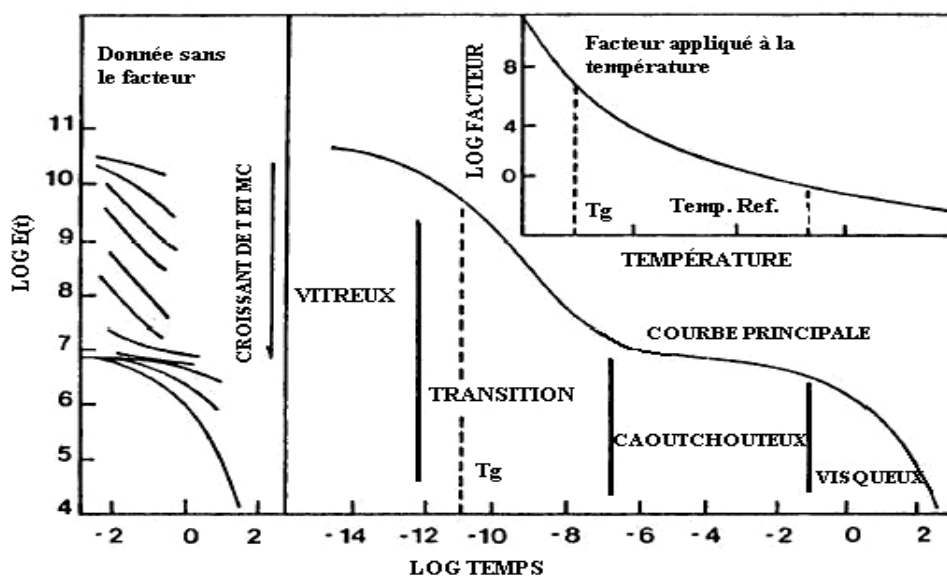


Figure 23. Module de relaxation pour un polymère amorphe dans le temps, la température et la concentration du diluent (Adapté de Ward, 1971).

Après que la presse a atteint l'épaisseur finale, on assiste encore à un développement des contraintes. Comme certaines régions atteignent T_g , le module de compression sera réduit et les contraintes seront éliminées. Dans la même ébauche, d'autres régions peuvent présenter un module de compression plus grand, en se retrouvant avec une température inférieure à T_g , et en conséquence cette région peut récupérer une partie des déformations élastiques et viscoélastiques produites durant le cycle de pressage. Cela veut donc dire que le profil de densité vertical continue sa formation même après que l'épaisseur finale soit atteinte par la presse.

La composante de déformation visqueuse irréversible est particulièrement importante durant le pressage à chaud. Suite à l'effet de la chaleur, de l'humidité et du temps, cette composante non – récupérable augmente pendant le cycle. Il s'agit de la capacité

naturelle des segments de polymères amorphes dans la paroi cellulaire à se réorienter eux-mêmes dans une nouvelle configuration, au lieu d'allonger leurs chaînes. L'augmentation de la déformation visqueuse représente une diminution du retour élastique après le pressage et une diminution du gonflement en épaisseur quand le panneau est exposé à l'humidité. En résumé, la décomposition thermique peut réduire l'hygroscopicité de la paroi cellulaire, ainsi que le potentiel d'adsorption d'eau.

Un autre phénomène qui est probablement présent durant le pressage à chaud, est la mécano - sorption. La mécano sorption (MS) est caractérisée par la soudaine relaxation ou augmentation de la vitesse de déformation qui coïncide avec le changement rapide de la teneur en humidité. Elle est manifestée tant en adsorption qu'en désorption de l'eau liée. Wu et Milota (1995) ont démontré que la déformation MS est le facteur dominant dans le fluage de petites éprouvettes du bois au cours de la désorption. Ils ont trouvé aussi que la MS durant la compression est environ trois fois la MS en tension perpendiculaire au mat. Plusieurs théories ont été proposées pour expliquer ce phénomène. Une d'elles suggère que le mouvement des molécules d'eau vers un site de sorption dans le réseau de polymère a besoin de plus d'espace intermoléculaire. De cette façon on produira un degré moindre d'accrochage du polymère et un nombre plus petit ou moins énergétique de liaisons secondaires entre les groupes moléculaires polaires. En sachant que le pressage à chaud produit une perte rapide d'eau liée à la surface et en même temps un gain d'eau liée au centre, cette déformation a une grande probabilité de se produire.

Le comportement viscoélastique des polymères amorphes peut être modélisé en utilisant des ressorts et des amortisseurs. Le ressort représente la composante élastique tandis que l'amortisseur représente la composante visqueuse. La disposition parallèle d'un ressort et d'un amortisseur simule la réponse viscoélastique. Un changement de température et de teneur en humidité changera la valeur de la constante du ressort et de la constante de viscosité de l'amortisseur.

La discussion sur le comportement sous compression du mat n'a pas tenu compte de la contribution de la résine. Le degré de polymérisation, la pénétration dans les particules et les propriétés mécaniques de la résine ont sûrement un impact sur le comportement contrainte – déformation du mat au cours du cycle de pressage.

L'étude de la structure du mat de panneaux PLO a été faite (Dai 2001) afin d'établir des relations de viscoélasticité entre l'ébauche et les éléments du bois.

Les effets de la plastification sur les propriétés viscoélastiques pendant la compression sont différents pour chaque couche du mat. Ceci est dû à la distribution non uniforme de la teneur en humidité et de la température pendant le pressage. En conséquence, les fibres sont soumises à des degrés variables de consolidation formant ainsi un gradient de densité vertical à travers l'épaisseur du panneau. Une compréhension détaillée de ces mécanismes simultanés et de leurs interactions (Figure 24) est nécessaire pour améliorer les propriétés des produits composites en bois, dans notre cas, des panneaux en bois, aussi bien que pour réduire le temps de pressage et augmenter la productivité de l'usine.

Par exemple, on observe que le transfert de masse et de chaleur affecte la teneur en humidité, la pression de vapeur et la température locale dans l'ébauche au cours du pressage. En même temps, ces facteurs influencent la vitesse de polymérisation du liant. Enfin, on a une réaction en chaîne où tous les phénomènes physiques sont liés les uns aux autres.

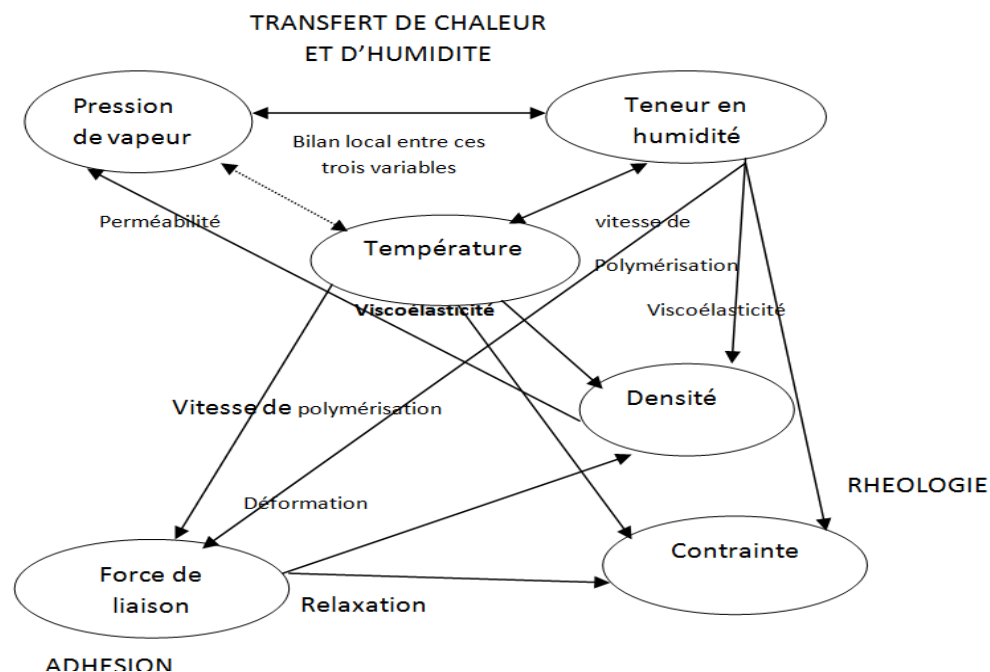


Figure 24. Représentation schématique des phénomènes physiques lors du pressage à chaud des panneaux (Adaptation de Zavala et Humphrey, 1996)

Englund *et al.* (2002) ont expliqué qu'il existe peu de recherches qui décrivent les principes fondamentaux de la consolidation du mat. Selon eux, on trouve beaucoup

d'information dans la littérature concernant la compression des composites en bois. Pour cela, ils ont étudié la consolidation pendant la compression des panneaux de l'espèce *Populus* avec l'addition de Polypropylène (PP). La réponse à la compression a été surveillée pendant la consolidation en changeant la température des plateaux de la presse (170, 180 et 190 °C), la masse volumique du panneau (960, 1040 et 1120 kg/m³), la teneur en Polypropylène (0, 30, 40 et 50 %) et la vitesse de déformation (0,006, 0,012 mm/mm s). Pour le modèle de compression, l'élément en bois considéré avait une épaisseur de 250, 25 et 12.5 (µm) afin de représenter un paquet de fibres, le diamètre des fibres et la moitié du diamètre des fibres, respectivement. Ils ont trouvé une relation entre le module instantané et la densité relative. Les efforts pour améliorer la résistance à l'humidité ont consisté à ajouter des fibres thermoplastiques de PP dans l'ébauche. Ils ont décrit les contraintes développées pendant la réponse de compression du bois et d'un mélange de bois et de fibres thermoplastiques dans l'ébauche. La plupart des modèles utilisent la loi de Hooke modifiée avec une fonction de déformation non linéaire. Par contre, plusieurs études examinent l'influence de la densité relative sur les contraintes pendant la compression. La densité relative est un rapport entre la densité du panneau compacté et la densité des particules non compactées. Ce rapport est équivalent à la densité relative utilisée dans des modèles de mousses.

Les résultats ont montré que la vitesse de déformation et les teneurs en PP ont une influence sur la réponse de l'ébauche. Cependant, la température des plateaux de la presse a peu ou pas d'effet sur le comportement en compression. Augmenter le teneur en PP dans l'ébauche entraîne une augmentation des contraintes de compression autour de la valeur de déformation 0.9. Ils ont conclu que le niveau de contrainte nécessaire pour comprimer l'ébauche et la durée du procédé sont dépendants des mécanismes de consolidation et du transfert de masse et de chaleur de l'ébauche. La relation non linéaire résultante de cette expérience peut fixer avec grande précision ces données expérimentales. À ce sujet, il faut remarquer que de nombreux travaux ont été développés au Département des sciences du bois et de la forêt de l'Université Laval pour étudier les effets des différentes proportions de matières plastiques et de fibre en bois sur les propriétés mécaniques et thermiques des panneaux (Cai 2002, Michaud

2003).

4.3.2.2. Formation du profil de densité des panneaux lors du pressage à chaud (Adaptation de Wang et Winistorfer, 2000a,b)

Plusieurs études de la densité *in - situ* ont été réalisées par Winistorfer *et al.* (2000) et expliquent la formation du profil de densité. Le profil vertical de densité (VDP) commence à se former dès que la pression maximale est atteinte. La densification des différentes couches dépend de la plasticité du matériel, qui est principalement affectée par la température et la teneur en humidité dans les couches considérées. La densification des couches extérieures augmente plus rapidement que celle de la couche centrale. Pour considérer clairement le changement de densité pendant le pressage, la formation du profil vertical de densité peut être divisée en deux périodes et cinq étapes. Le schéma principal de formation du profil vertical de densité est montré à la Figure 25.

Période de consolidation. La période de consolidation s'étend jusqu'à ce que le plateau supérieur de la presse s'arrête à sa position finale, c'est-à-dire, lorsque l'épaisseur voulue est obtenue. La période de consolidation se divise en deux étapes:

Étape 1 : L'étape 1 correspond à la période de consolidation uniforme de toutes les couches du mat, avant que la presse n'arrive à sa position finale. Durant cette étape, le mat est en compression uniforme continue et le plateau de la presse se ferme rapidement (vitesse de fermeture de la presse). Le résultat de la consolidation est une diminution du volume de vide de l'ébauche. Il n'y a aucune apparition de gradient de densité vertical dans l'ébauche.

Étape 2 : L'étape 2 est la période de consolidation non - uniforme de toutes les couches alors que la presse est presque à sa position finale. Lorsque le plateau supérieur de la presse s'approche de sa position finale (T3), commence alors la compression non - uniforme (consolidation, compression, flexion) dans les couches de l'ébauche causée par la température initiale et les changements de la teneur en humidité dans les couches superficielles de l'ébauche. Il n'y a pas de changement significatif dans les couches du centre, par contre la densification des couches extérieures augmente plus rapidement que celle des autres couches. Dans cette étape,

les couches extérieures ne sont pas encore soumises à une vitesse de fermeture élevée. À la fin de cette étape, on observe une densité élevée à la surface et une densité faible au centre de l'ébauche.

Période d'Ajustement. Il s'agit de la période du cycle de pressage où la presse est à sa position finale et termine le pressage. La période d'ajustement est divisée en trois étapes.

Étape 3. La période de consolidation de la couche extérieure du mat. Le gradient de température dans l'ébauche entraîne la déformation microstructurale des fibres de bois (des lamelles, des particules, des fibres) dans les couches externes sous l'effet de la pression de la presse et de la température qui y est plus élevée. Quand la pression diminue les contraintes de relaxation apparaissent dans la couche extérieure. Par contre, la couche du centre plus froide agit comme un ressort du fait d'un rapport élevé de contrainte - déformation. En effet, la température du centre géométrique de l'ébauche est plus basse, il y a donc une réponse du type ressort plus importante. D'une façon générale, le profil vertical de densité se développe principalement à partir des actions qui se produisent dans les étapes 2 et 3. Lorsque la vitesse de fermeture est très lente, le profil vertical de densité se développe principalement à cause des phénomènes qui se produisent à l'étape 2. Il y a une élévation de vitesse de ressort au centre de l'ébauche et une augmentation de la vitesse de compression dans le matériel près de la surface de l'ébauche. L'étape 3 est complétée quand la différence de température entre la surface et les couches centrales de l'ébauche est maximale.

Étape 4. La période de la consolidation de la couche du centre du mat. Pendant que la température de la couche centrale s'élève et que la teneur en humidité, par migration de vapeur dans le mat, rejoint celle de la couche extérieure le rapport contrainte - déformation de la couche interne augmente ainsi que sa densité. Pendant cette étape, la densité des couches extérieures diminue car les conditions de température et compression générées durant les étapes 2 et 3 ne peuvent pas être maintenues au cours de cette étape.

Étape 5. La période de « spring – back » ou de « retour – élastique » se produit quand le plateau supérieur de la presse quitte l'ébauche et laisse la vapeur d'eau s'échapper. Ce phénomène peut être caractérisé comme un retour – élastique puisque l'épaisseur

(T4) de PLO (panneaux de lamelles orientées) immédiatement après le pressage est généralement plus grande que l'épaisseur (T3) en fin de pression (25). Le retour - élastique n'est pas uniforme à travers l'épaisseur en raison de la structure non - uniforme de l'ébauche, de la température, de la teneur en humidité, du gradient de densité et des différences internes de liaison dans l'ébauche. Un retour – élastique plus élevé est prévisible dans la partie centrale du mat. Certains auteurs ont suggéré de faire la mesure du retour - élastique immédiat pendant cette étape V.

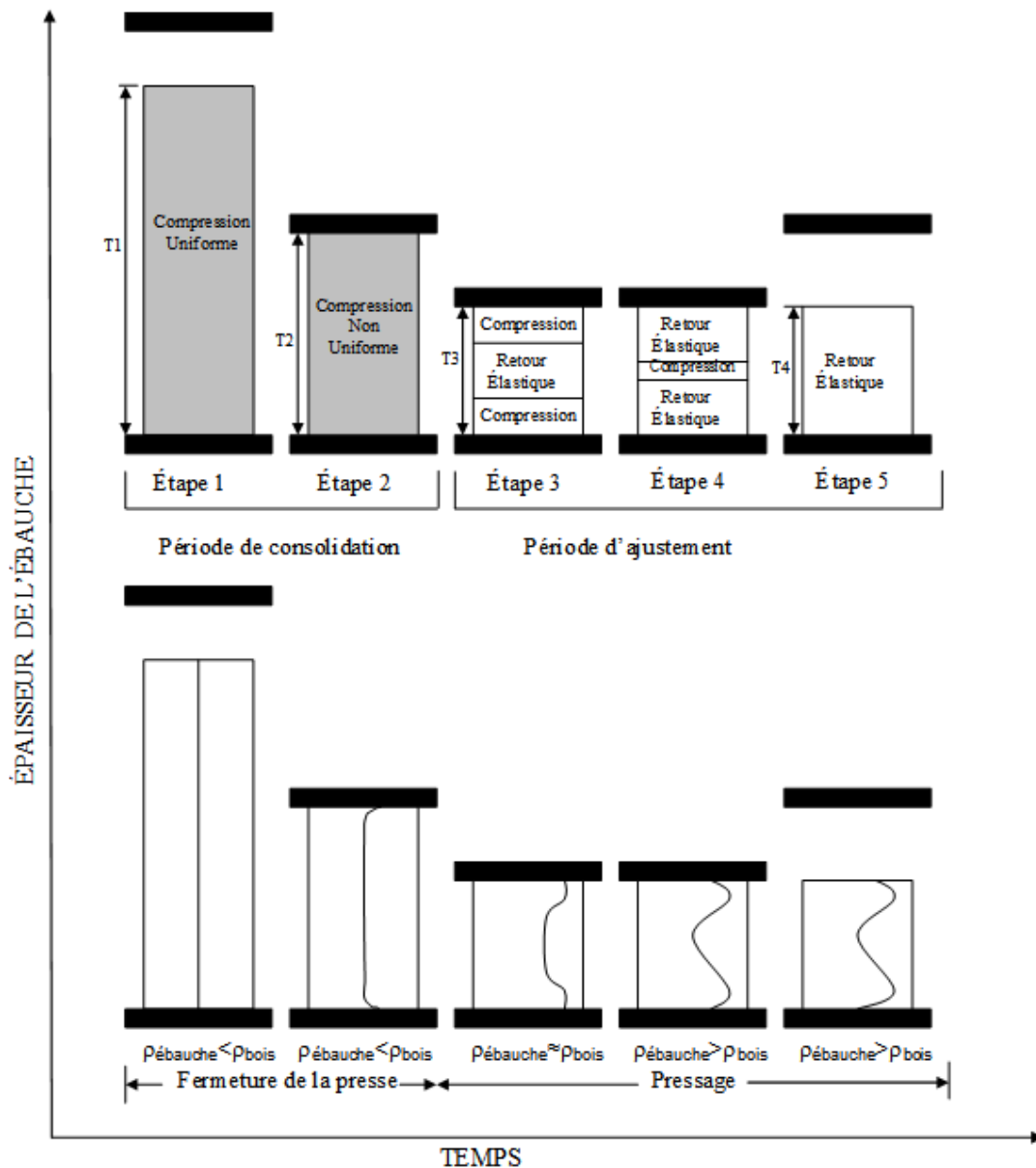


Figure 25. Formation du profil de densité durant le pressage à chaud
(Adaptation de Wang et Winistofer, 2000a, b)

4.4. Le thermoformage

Le thermoformage est aussi une méthode de production de panneaux de particules en deux phases qui consiste à faire acquérir, sous l'action de la chaleur et de la pression, une forme particulière à un matériau fibreux précédemment pressé en plaque. Le matériau de base est ramolli sous l'effet de la chaleur puis mis en forme sur un moule de forme simple. Le thermoformage de plaques lignocellulosiques pré-pressées peut se faire sous pression, par drapage, sous ventilation libre ou par simple collage de feuilles. Cette technologie est souvent utilisée pour la mise en forme des panneaux intérieurs des portières des automobiles (English, *et al.*, 1997)

4.5. Le moulage

Le moulage est un procédé de mise en forme qui consiste à introduire dans un moule le mélange amorphe ou pulvérulent qui durcit ou se consolide en adoptant la forme de l'intérieur du moule. La consolidation se fait par simple séchage, par refroidissement (pour les matrices thermoplastiques) ou par apport de chaleur ou d'un précurseur physique ou chimique qui amorce la réticulation des matrices thermodurcissables. Le moulage par compression et le moulage par stratification sont les procédés les plus adaptés au moulage des particules.

4.6. La finition

La finition des panneaux de particules intervient après le démoulage. Elle concerne les opérations visant :

- la stabilité dimensionnelle des panneaux (traitements contre la prise d'humidité),
- la mise au format par sciage, ponçage, découpe et conditionnement,
- les traitements post-formage tels que la peinture, l'enduction de vernis, de produits de protection contre les agressions biologiques, et le placage.

Le chapitre 3 abordera les aspects expérimentaux de l'élaboration des panneaux de particules en bois de kénaf et en bois de tiges de cotonnier avec la colle d'os comme liant adoptée et les résultats obtenus seront présentés.

4.7. Limitation des procédés de Mise en forme des matériaux composites à renfort de fibre naturelle

Un des principaux inconvénients liés aux fibres végétales est que les procédés de mise en forme ont tout d'abord été développés pour les fibres artificielles. De par leur nature, les fibres végétales ne sont pas toutes identiques et uniformes comme la fibre de verre ou de carbone (Mwaikambo et al., 2006). Les ingénieurs de chez ENTEK Extruders (Hanawalt, 2002), ont identifié cinq problèmes limitant les procédés de mise en forme des matériaux composites à base de fibres végétales : la puissance du moteur, la température, l'alimentation, le vacuum et les équipements auxiliaires au procédé de mise en forme.

Tout d'abord, pour la puissance du moteur, il faut savoir où se trouve la limitation du produit. Pour ce qui est de la fibre végétale, c'est le cisaillement qui limite les vitesses d'extrusion. En effet, plus la fibre est cisailée, plus elle va se dégrader (thermo-oxydation et dissipation visqueuse). Comme la fibre végétale est très sensible à la dégradation thermique, il est important de choisir le bon moteur et les bons engrenages afin d'obtenir le maximum de puissance du moteur à faible vitesse de rotation des vis de l'extrudeuse.

Pour ce qui est de la température, il existe deux problèmes: ne pas transmettre assez de chaleur au mélange ou ne pas retirer assez d'énergie du système. Pour la fibre végétale, si trop de chaleur est apportée au système, il serait possible de se retrouver avec un mauvais mélange si la fibre est partiellement ou totalement dégradée. Il existe trois façons de contrôler la température dans une extrudeuse. Tout d'abord, une bonne conception des vis peut aider à réguler la température. Des sections de mélange et un minimum de sections de cisaillement avec des sections de refroidissement peuvent aider grandement la fibre végétale à ne pas trop se dégrader. Par la suite, il est possible d'ajouter des lubrifiants au mélange afin d'abaisser le cisaillement. Finalement, avec un profil de température et un bon système de refroidissement, il est possible de contrôler de façon plus uniforme la température du composite et de prévenir la dégradation de la fibre.

Un autre problème pouvant limiter la production de matériaux composites à base de fibres végétales est l'alimentation des fibres végétales dans le procédé de mise en

forme. En effet, les fibres végétales peuvent être de faible densité ou de forme et de masse variable dans le même produit. Pour ce qui est du problème de densité, il peut être réglé en transformant la fibre sous forme de granulés, qui seront plus facilement incorporés au mélange. Pour les problèmes de variations de masse ou de forme des fibres, c'est un problème plus complexe et chaque cas doit être réglé de façon différente.

Le quatrième problème des fibres végétales se produit lorsqu'elles sont chauffées. Il y a une libération de composés volatiles. Lorsque le composite arrive à la filière, le changement de pression vers l'air libre peut modifier la forme et la grosseur du composite (phénomène de moussage). C'est pourquoi il est important d'utiliser une zone de dégazage afin de retirer les composés volatiles avant la filière.

Finalement, le dernier problème est au niveau des équipements auxiliaires tels que les bassins de refroidissement. En effet, si la filière est de forme complexe, il sera plus difficile de travailler avec le produit final. Ou encore, si un profil de température de refroidissement complexe doit être respecté, ceci limite le choix des procédés de refroidissement disponibles.

Bref, il est important de connaître les limitations actuelles des procédés de mise en forme et d'identifier les goulots d'étranglement afin de produire un composite de la meilleure qualité possible.

5. Conclusion - Synthèse de l'étude

Comme l'étude bibliographique vient de le montrer, développer un matériau composite à base de fibres naturelles n'est pas un concept nouveau. Ce concept est déjà appliquée en industrie où un bon nombre de produits sont déjà fabriqués et fonctionnent. Cependant des problèmes liés aux faibles propriétés mécaniques dues aux fibres végétales limitent leur utilisation. Un des principaux facteurs limitant des fibres végétales identifié, est l'inadaptation des procédés de mise en forme qui ont tout d'abord été développés pour les fibres artificielles. L'étude montre également qu'une limitation majeure dans le domaine des fibres végétales est la température maximale de mise en forme qui ne doit pas dépasser 200 à 230°C, pour éviter une dégradation des fibres (Ouajai et al., 2005).

C'est dans ce contexte que la présente étude va tenter d'apporter une contribution à l'élaboration et à la caractérisation mécanique de deux écomatériaux réalisés à partir des résidus des biomasses non alimentaires associés à une colle « naturelle » dans un premier temps pour former des panneaux de particules puis dans un deuxième temps associer à du polystyrène recyclé des coques de cotonnier pour élaborer un matériau en vue d'une application pour fabriquer divers produits manufacturés utilitaires.

Les objectifs visés sont : valoriser deux types de résidus de la biomasse non alimentaire particulièrement abondants issus respectivement de l'égrenage du coton et des résidus agricoles mais aussi des produits usagés en matière plastique et plus particulièrement le polystyrène à travers leur transformation pour élaborer de nouveaux matériaux qui serviront à la fabrication de produits utilitaires divers tels que les panneaux de particules, panneaux d'isolation, pièces d'habillage intérieur de voitures, coques de portables cellulaires, d'ordinateurs, d'iPhone, d'ipad, etc.

Pour atteindre les objectifs fixés, deux écomatériaux composites sont élaborés et étudiés suivant une démarche d'éco-conception à partir du concept « Produit/Process/Matériaux » dans ce travail :

Le premier écomatériau est un matériau incorporant des fibres végétales (tiges de cotonnier et tiges de kenaf) associé à un liant naturel pour servir d'isolation thermique d'intérieur avec une application dans le domaine des panneaux de particules.

Quant au second matériau, il est élaboré à partir de la collecte, puis de la transformation des matières plastiques usagés tel que le polystyrène et des résidus issus de l'égrenage du coton (les coques de cotonnier) pour développer un écomatériau pour réduire l'impact de pollution de ces déchets sus-cités avec des applications possibles orientées vers la fabrication de produits manufacturés tels que les coques d'ordinateurs portables, de panneaux intérieurs pour véhicules automobiles, de coques d'iphone etc.

Pour mener à bien cette étude à caractère expérimental, il a fallu d'abord :

- pour le premier matériau (le panneau de particules), élaborer des panneaux à partir du bois de kénaf et des tiges non écorcés de cotonnier puis déterminer les propriétés physiques, mécaniques et thermiques des deux types de panneaux de particules en kénaf et de broyats de tiges de cotonnier. Une caractérisation

mécanique et thermique des matériaux obtenus, a permis d'explorer et de déterminer leurs propriétés mécaniques et thermiques à travers respectivement des essais de flexion trois points, de traction et de détermination de la conductivité thermique.

- Pour le second matériau, produire des granulés à partir du Polystyrène recyclé et de coques (résidus issus de l'égrenage du coton) par extrusion. Ensuite on a utilisé les granulés obtenus pour élaborer l'échantillon du matériau désiré par injection plastique. Une caractérisation mécanique du matériau obtenu, a permis d'explorer et de déterminer ses propriétés mécaniques à travers divers essais (flexion ; traction, impact, torsion).

Enfin les résultats expérimentaux obtenus seront utilisés pour alimenter des modèles numériques de simulation afin de prédire le comportement du matériau élaboré, sous l'action de différents types de sollicitations dans un contexte d'utilisation donnée.

CHAPITRE 2 : METHODOLOGIE D'ELABORATION

D'ECOMATERIAUX ET OPTIMISATION

DE LEUR MISE EN ŒUVRE

L'objectif de ce chapitre est de présenter et de caractériser les différentes matières premières entrant dans les différentes formulations ou méthodes d'élaboration des écomposites qui seront ensuite étudiées. Il est constitué de deux parties :

La première partie porte sur une présentation brève des méthodes de caractérisation de matières premières utilisées. Elle recensera et confrontera à la fois des données bibliographiques et les résultats des analyses menées lors de cette étude concernant les différents constituants. Dans un premier temps, nous présenterons les propriétés chimiques, physiques et mécaniques des fibres végétales de kenaf, et de cotonnier qui seront comparées à celles d'autres types de fibres végétales ou synthétiques.

Ensuite, nous présenterons les deux matrices utilisées dans cette étude :

- la colle d'os naturelle, (matrice thermodurcissable) utilisée pour l'élaboration des panneaux de particules d'une part ;
- et le polystyrène, (matrice thermoplastique) utilisé comme matrice avec les coques de cotonnier d'autre part, en nous attachant à leur composition chimique et aux mécanismes de prise qu'ils induisent.

La seconde partie sera consacrée à la présentation des méthodes et procédés utilisés dans l'élaboration des écomatériaux en faisant ressortir les limites des différents procédés et en analysant pour chaque procédé retenu les paramètres pouvant influencer la mise en œuvre du matériau .

Dans la phase d'élaboration des panneaux de particules, nous avons considéré quatre paramètres vus dans l'étude bibliographique sur le procédé de thermopressage des panneaux, qui sont susceptibles d'influencer les propriétés finales du panneau : il s'agit : de la température de pressage, du taux d'humidité dans le mat, du taux de liant utilisé et de la durée de pressage (la pression de pressage étant supposée constante dans notre étude).

Pour l'élaboration du matériau biosourcé, deux paramètres d'extrusion et trois paramètres d'injection sont retenus. Il s'agit pour l'extrusion : du profil de température du fourreau de la vis et de la vitesse RPM de la vis, et pour l'injection : du profil de température de la vis de plastification, de la force de fermeture du moule et du réglage du moule.

Dans ce chapitre nous nous proposons d'évaluer l'influence de chacun de ces paramètres sur les propriétés physiques et mécaniques des matériaux en les faisant varier dans le but d'identifier les valeurs optimales pour leurs élaborations.

1. Matières premières végétales (les tiges de kénaf, les tiges et coques de cotonnier)

1.1.Présentation

Les tiges de kénaf et de cotonnier sont issues respectivement de deux plantes végétales appelées Kénaf ou *Hibiscus cannabinus L* (photo 3) et cotonnier ou *Gossipium de la famille des Malvacées* (photo 4) et proviennent de champs dans la région de Bobo-Dioulasso à l'ouest du Burkina. Ces deux plantes sont très cultivées au Burkina Faso pour leurs fibres.



Photo 3 : Champ de kénaf



Photo 4 : Champ de cotonnier

La fibre du kénaf est extraite de sa tige (photo 5) et est utilisée localement pour le cordage ; et c'est justement le reste de la plante (photo 6) qui nous intéresse dans cette étude.



Photo 5 : Tiges de kénaf avec écorces



Photo 6 : Tiges de kénaf sans écorces

Quant à la fibre du coton, elle provient de la fleur de l'arbre qui, au cours de son développement va donner à sa maturité une capsule qui, à l'éclosion donne les fibres qui entourent une graine et l'ensemble est appelé couramment coton graine (photo 8). A maturité, le coton graine est récolté et le reste de la plante (photo 7) est délaissé dans les champs (c'est cette partie délaissée qui est concernée par cette étude). Ensuite, la fibre est séparée de la graine par une technique industrielle appelée égrenage. L'opération d'égrenage engendre à son tour des déchets appelés coques de coton vues précédemment à l'introduction (photo 1) et qui feront l'objet d'une utilisation comme renfort dans une matrice polystyrène. Il faut noter que ces résidus appelées abusivement coques de cotonnier, sont formés en réalité de deux constituants à savoir : les coques proprement dits et les fibres, comme le montrent les photos (9-a et 9-b).



Photo 7 : Tiges de cotonnier après récolte de coton graine



Photo 8 : Coton graine récolté

1.2. Caractéristiques physiques

1.2.1. Observation au microscope

Le microscope utilisé est un microscope optique Nikon AZ100 muni d'une caméra U-S3 pour l'acquisition d'images. Les grossissements de x50 et x175 ont été utilisés pour visualiser les fibres végétales et déterminer leur diamètre moyen.

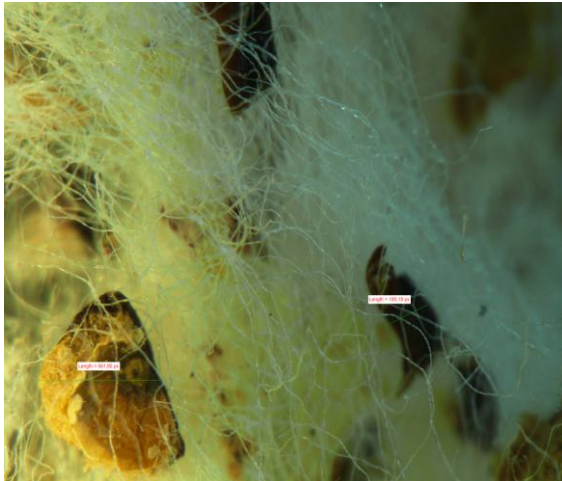


Photo 9-a : image de coques de cotonnier x40

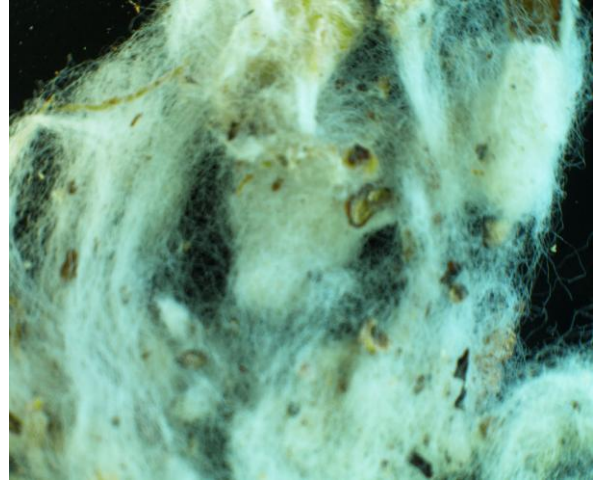


Photo 9-b : image de Coques de cotonnier x10

1.2.1.1. Caractéristiques morphologiques des coques de cotonnier

La géométrie des fibres est un des facteurs qui influence les propriétés mécaniques (en relation avec la microstructure) des composites élaborés.

La longueur et le diamètre des fibres ont été déterminés à l'aide de la microscopie optique couplée à l'analyse d'image grâce au logiciel NIS Eléments. Les mêmes paramètres ont été déterminés sur les coques. La longueur des fibres a été difficile à déterminer parce qu'elles sont enchevêtrées les unes dans les autres comme le montre l'image au microscope. Après un démêlage soigné nous avons pu déterminer ce paramètre.

1.2.2. Mesure de la conductivité thermique

Elle a été déterminée par **la Méthode de la plaque chaude gardée.**

C'est une méthode de mesure stationnaire de la conductivité thermique des matériaux isolants. Son schéma de principe est représenté sur la figure 25.

Les plaques extérieures en matériau très conducteur (cuivre, aluminium) sont maintenues à température constante par circulation d'un fluide issu d'un bain thermostaté. Une plaque chauffante délivre une puissance de chauffe ϕ_0 uniforme et constante qui est transmise aux plaques extérieures à travers les échantillons dont on veut mesurer la conductivité thermique. On s'assure du transfert 1D dans la zone centrale de mesure en entourant la zone chauffée par un anneau de garde auquel on fournit un flux ϕ_1 tel que la température de l'anneau soit égale à la température de la plaque chauffante. On s'assure ainsi également que tout le flux ϕ_0 passe à travers l'échantillon. Le flux ϕ_1 est supérieur au flux ϕ_0 pour compenser les pertes latérales convectives. L'anneau de garde et la plaque chauffante sont séparés par une mince couche d'air.

Des thermocouples sont placés sur les deux faces des échantillons pour en mesurer les écarts de température ΔT_{\downarrow} et ΔT_{\uparrow} .

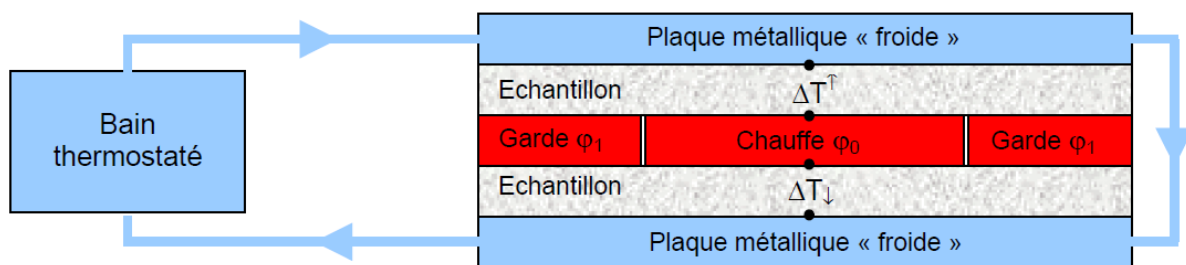


Figure 26 : schéma de principe de la méthode de la plaque chaude gardée

1.2.3. Mesure du coefficient d'absorption des fibres végétales

L'hygroscopicité des produits (notamment des panneaux de particules) a été déterminée par suivi de l'évolution de l'absorption d'eau (phase vapeur), par les échantillons conditionnés à des humidités relatives de 7, 22, 33, 43, 63, 75, 85, 96%.

Pour obtenir une atmosphère avec une humidité relative de 7, 22, 33, 43, 63, 75, 85, 96%, des béciers contenant respectivement des solutions saturées des sels de KOH, KCH₃CO₂, MgCl₂, K₂CO₃, NaO₂, NaCl, KCl, et K₂SO₄ dans des enceintes hermétiques (dessiccateurs) ont été utilisées (Cha J. et al., 2001).

Après séchage à 105°C, pendant 48h, les échantillons ont été pesés et placés dans les enceintes. Ils ont ensuite été retirés régulièrement de l'enceinte, pesés et placés à

nouveau dans l'enceinte.

Les mesures de masse ont été effectuées jusqu'à saturation de l'échantillon en vapeur d'eau.

Dans nos travaux, nous avons déterminé les isothermes de sorption et désorption de vapeur par une méthode simple utilisant une enceinte thermostatée (figure 27).

1.2.3.1. Dispositif expérimental

La Procédure expérimentale de la manipulation est la suivante :

- Produit exposé: panneau de particules de dimensions : 150x150x5 mm
- Atmosphère d'essai: (T=30°C)
- Durée de la manipulation: 15jours
- Solutions utilisées: 8 Sels
- Intervalle de mesure: 24h
- Volume de l'enceinte: 20litres

Procédure :

Le produit est suspendu dans un récipient étanche à l'intérieur duquel une solution maintient une humidité relative constante. Cette solution peut être une solution saline saturée en sel ou une solution d'acide sulfurique de concentration fixée. La température est maintenue constante en plaçant les récipients dans une enceinte thermostatée. On utilise autant de sels ou de concentration différents (et donc de récipients) que l'on veut obtenir de points sur l'isotherme. La figure 27 indique les humidités relatives de l'air au-dessus des solutions salines saturées (à 30°C) préconisées pour la mise en œuvre de la méthode des sels.

La figure 28 représente les isothermes des particules de tiges de cotonnier et de kénaf et des coques de cotonnier

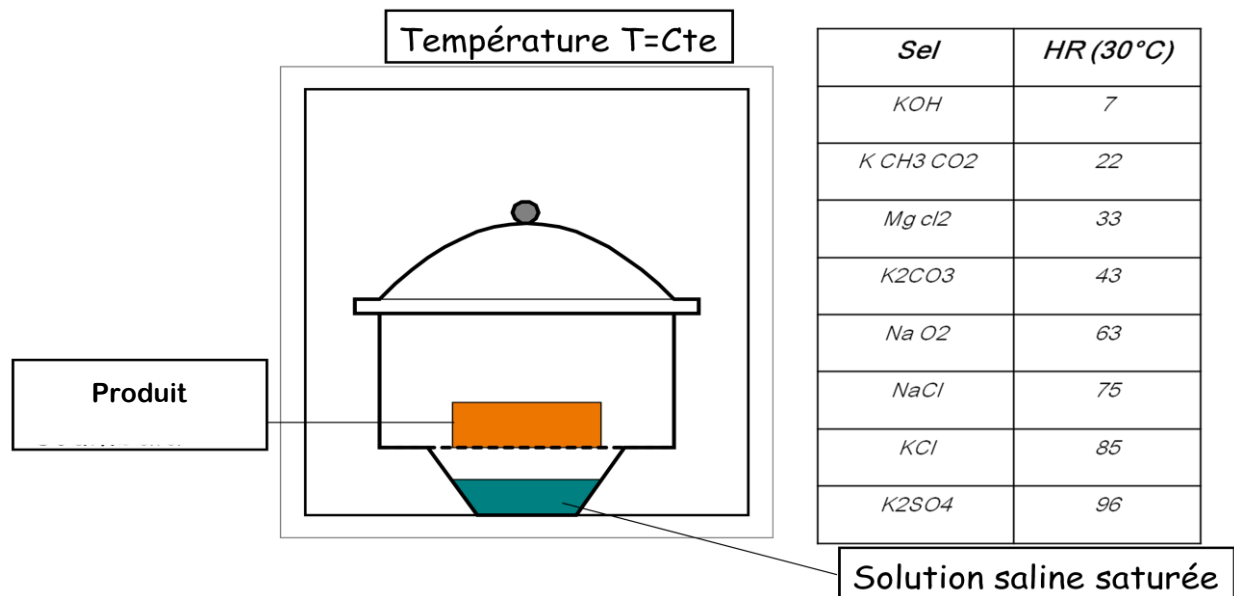


Figure 27. Schéma du dispositif expérimental de l'essai de désorption.

L'absorption d'eau est calculée selon la formule suivante (1) :

$$\text{Absorption d'eau (\%)} = \frac{m_{\text{mesuré}} - m_{\text{initial}}}{m_{\text{initial}}} \times 100 \quad (1)$$

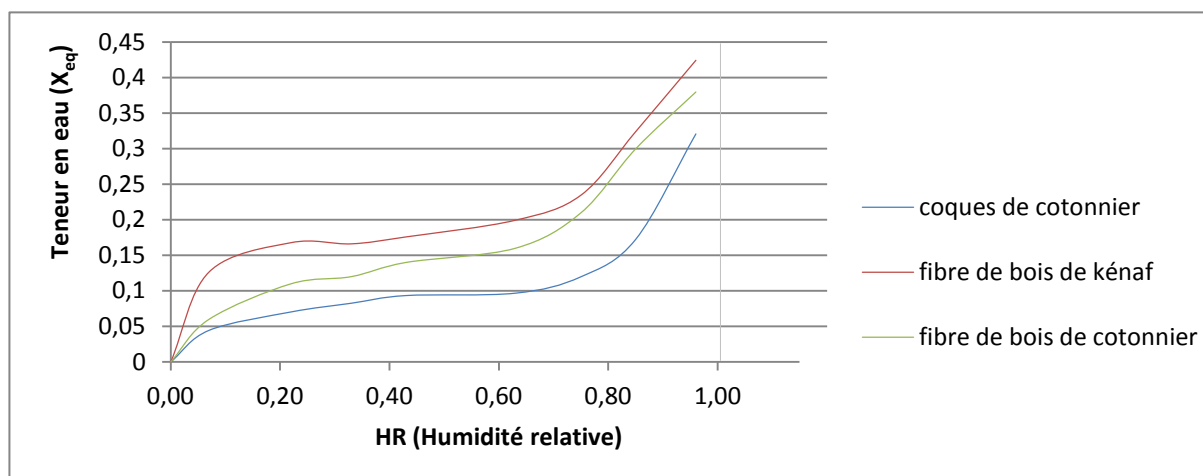


Figure 28. Isothermes d'absorption des fibres

Les isothermes mettent en évidence une teneur en eau importante des matières végétales. Pour des humidités relatives d'environ 50%HR, la teneur en eau des coques de cotonnier est d'environ 10%, contre 15% pour le bois de kénaf et 18% pour le bois de cotonnier. Toutes ces valeurs de teneur en eau sont relativement élevées pour des humidités relatives courantes dans le bâtiment. Ce qui laisse présager une influence de l'humidité relative sur les propriétés thermiques du composite qu'il ne suffira donc pas de déterminer à l'état sec notamment dans le cas des panneaux de particules.

1.2.4. *Mesure de la masse volumique*

Les masses volumiques des échantillons pour chaque dosage en coques de cotonnier et des coques de cotonnier, ont été déterminées grâce à un pycnomètre.

1.2.5. *Mesure du gonflement à l'eau*

Le test de gonflement dans l'eau permet de déterminer les propriétés de résistance des panneaux fabriqués, en milieu humide. Six éprouvettes de dimensions (15x15x4 mm) ont été immergées dans l'eau durant respectivement 2 heures et 24 heures puis leurs masses et leur épaisseurs mesurées, conformément à la norme EN 317. Le taux de gonflement à l'eau est donné par la relation suivante (3):

$$TS (\%) = \frac{t_2 - t_1}{t_1} \cdot 100 \quad (3)$$

1.3. *Composition chimique des fibres végétales.*

1.3.1. *Composition chimique de la tige de kénaf et de la tige de cotonnier*

Le tableau 10 rassemble les résultats des analyses de composition des tiges de kénaf, des tiges entières de cotonnier et d'autres tiges végétales tirés de l'étude bibliographique. La tige écorcée (tige de kénaf) représente en moyenne 65 % de la tige entière.

Tableau 10 : Composition quelques fibres végétales issues de tiges Sources: Danforth International, and TAPPI ; Han, 1998, CTP, 1996 in Etude Agrice, 1998.

Types de fibres	Cellulose	Hémicellulose/Pentosanes	Lignine	Cendres
Chanvre	57 – 77	14 – 17	9 – 13	2,5
Kénaf (écorce)	44 - 60,8	20,3 – 23	10 – 19	2 – 5
Kénaf (bois)	37 – 49	18 – 24	15 – 21	2 – 4
Jute (écorce)	45 – 63	18 – 21	21 – 26	0,5 – 2
Juste (bois)	41 – 48	18 – 22	21 – 24	0,8
Sisal	47 – 62	21 – 24	7 – 9	0,6 – 1
Résineux	48,0	15,0	25,3	0,3
Feuillus	52,8	21,8	22,3	0,4
Coton (bois)	42,45	28,96	20,5	5,54

1.3.1.1. Teneur en matière sèche

La teneur en matière sèche de la tige de kénaf varie de 89 % à 93 %. Elle est en moyenne de 91,5 % pour la tige entière de cotonnier (avec écorce). Le décorticage du bois ne modifie donc pas significativement la teneur en eau. Rappelons cependant que, comme pour toutes les matières végétales, la teneur en matière sèche varie en fonction de l'humidité relative. Au Burkina Faso, et en particulier dans la région de Bobo-Dioulasso, l'humidité moyenne est de 20 à 65 %.

1.3.1.2. Teneur en matière minérale

En moyenne le taux de matière minérale dans les deux tiges respectivement est de 3,4 % de la matière sèche pour la tige entière de cotonnier et de 2,1 % pour la tige de kénaf sans écorce. L'écorce est la partie de la tige la plus riche en matière minérale. Cette observation a été également faite par (Néto et al., 1996) qui ont trouvé des teneurs en matière minérale de 8,3 % et 5,2 % de la matière sèche respectivement pour les fibres et la tige sans écorce (noyau) de kénaf. Les teneurs en matière minérale que nous avons obtenues sont comparables à celles (3,9 %) relevée par (Ververis et al., 2004) sur la tige entière de kénaf.

1.3.1.3. Teneur en lipides

Les teneurs en lipides des tiges de kénaf et du cotonnier écorcée ou non et des coques de cotonnier sont faibles (Tableau 11). Elles varient suivant que la tige est entière (1,2 %) ou écorcée (1,7%).

Tableau 11 : Caractéristiques physico-chimiques des tiges de kénaf et du cotonnier (Kadia, 2011) et des coques de cotonnier

Composants	(Unités)	Hibiscus cannabinus (kénaf)		Gossypium herbaceum (Cotonnier)	
		Tige entière	Tige sans écorce	Tige entière	Coques de cotonnier
Taux de matière sèche	(%)	91,8	91,2	89,5	98,2
Matière minérale	(%)	3,0	2,1	2,1	1,5
Lipide	(%)	1,2	1,7	1,4	1,2
Protéique	(%)	0,7	1,5	1,2	1,6
Cellulose	(%)	59,2	60,1	42,45	95
Hémicellulose	(%)	20,8	18,1	28,96	2
Holocellulose*	(%)	80,0	78,2	71,41	97
Lignine	(%)	11,5	14,9	20,5	2

1.3.1.4. *Teneur en différents constituants de la tige de kénaf/cotonnier*

Les thermogrammes issus de la pyrolyse ont montré que les trois programmes de montée en température (avec ou sans palier de 120 à 180 °C) conduisent à des effets comparables suivant les types de matière végétale. Aussi, nous nous limiterons à ne présenter que les thermogrammes relatifs au premier programme de température (2 min d'isotherme à 20 °C suivi d'une augmentation graduelle de la température de 20 °C à 600 °C à 10° C.min⁻¹).

Les figures 29 et 30 représentent les thermogrammes des analyses thermogravimétriques (ATG) des échantillons de tige de kénaf/cotonnier. Elles montrent l'évolution de la perte de masse en pourcentage de la masse initiale des échantillons des tiges de kénaf/cotonnier respectivement et ce en fonction de l'évolution de la température.

Ces thermogrammes présentent tous les mêmes tendances de perte de masse en fonction de l'augmentation de la température. En effet, les courbes de l'ATG des échantillons de la tige sans écorce et de la tige entière de kénaf montrent trois phases principales dans l'évolution de la pyrolyse. Globalement, chaque phase est caractérisée par une vitesse de perte de masse spécifique.

La première phase, endothermique, qui se situe dans la plage de températures allant de 20 à 250 °C correspond à une perte de masse de 10% pour la pyrolyse sous air et de 2 à 5% sous azote. Dans cette phase, l'évolution de la perte de masse se fait en deux parties : entre 20 et 120 °C, l'essentiel de la perte de masse est observée, puis n'évolue pratiquement plus entre 120 et 250 °C. Le phénomène de perte de masse observé dans cette première phase est attribué essentiellement à la déshydratation des échantillons (teneur en eau des échantillons : 8 à 9 %) (Budrugaec et al, 2003), sans exclure cependant l'élimination de composés volatiles, comme en témoigne la différence de perte de masse sous air et sous azote.

La deuxième phase, plus marquée que la première, se situe dans la gamme de température allant de 250 °C à 450 °C pour la pyrolyse sous azote et de 250 à 300 °C sous air. Les courbes sont caractérisées par des pentes très fortes correspondant à des pertes de masse plus importantes. Cette deuxième phase, exothermique, correspond à la décomposition et à l'oxydation pyrolytiques du matériel végétal sec. La masse de

l'échantillon chute de 90% à 4% sous azote et de 95% à 17% sous air. Au cours de cette phase, des produits volatils de faible poids moléculaires sont libérés (Budrueac, 2003). Cette phase montre deux points d'inflexion pour la pyrolyse sous air à 320 et à 400 °C et un seul pour la pyrolyse sous azote à 450 °C. Ces points d'inflexion correspondraient, pour le premier à la destruction de certains éléments structuraux et à la réorganisation de la structure d'autres composants de ces produits (Ouajai et al., 2005), et pour le second à la formation d'autres liaisons chimiques avec probablement la cyclisation aromatique des résidus carbonés (Tian et al., 2003 ; Ouajai et al., 2005). Selon Ramiah (1970), les températures de destruction des hémicelluloses et de la cellulose sont de 320 °C et 360 °C respectivement et celle de la destruction de la lignine est de 400 °C. Pour Strezov et al. (2003), travaillant sur la pyrolyse du bois de différentes espèces, la décomposition des hémicelluloses est complète à 320 °C, température nettement plus faible que celle requise pour la cellulose (400 °C), et la lignine (470 °C) alors que pour Ouajai et Shanks (2005), la dépolymérisation des hémicelluloses ou des pectines intervient dans la gamme de température de 250 à 320 °C tandis que la décomposition de la cellulose a lieu entre 390 et 400 °C. La troisième phase, qui va de 450°C à 630°C sous air et de 370 à 630 °C sous azote, correspond à la destruction pyrolytique du reste de la matière organique transformée pour la plupart en produits carbonisés au cours de la deuxième phase. Cette phase se caractérise par une diminution de la vitesse de perte de masse. A haute température, la perte de masse de tige semble quasi-totale parce que les échantillons de tige broyées ont montré des teneurs en matière minérale nettement plus faibles (1,7 et 0,9 % contre 3 et 2 % respectivement pour la tige entière et la tige et écorcée).

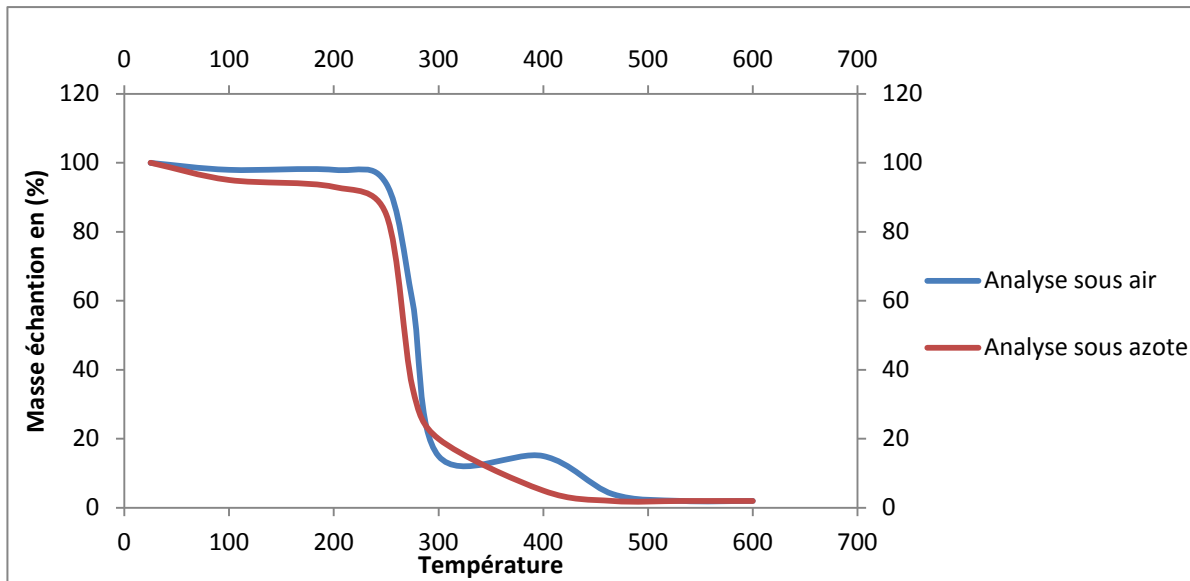


Figure 29. Courbes de perte de masse de la tige entière de kénaf/cotonnier en analyse thermogravimétriques sous air et sous azote.

L'introduction de paliers isothermes de 20 minutes à 140 et 180 °C dans la programmation de montée en température des analyses thermogravimétriques n'a révélé aucun effet sur l'évolution de la perte de masse. Cette absence d'effet spécifique se comprend bien puisque les isothermes introduites se situent dans la gamme de températures pour laquelle on observe une stabilisation de la masse des échantillons.

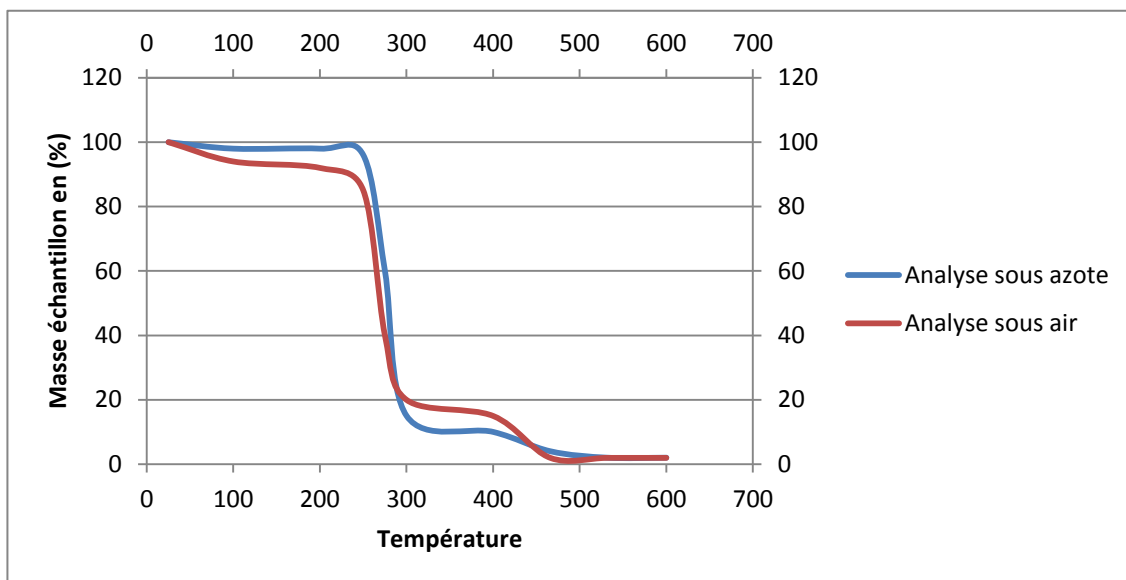


Figure 30. Courbes de perte de masse de la tige sans écorce de kénaf en analyse thermogravimétriques sous air et sous azote.

Il apparaît donc que lors du thermopressage des particules de kénaf/cotonnier, aucun effet significatif de dégradation thermique des constituants lignocellulosiques

conduisant à une perte de masse ne devrait se produire dès lors que la température restera inférieure à 200 °C. Ceci n'exclut cependant pas la modification de l'organisation structurale des constituants des fibres dans cette gamme de température. Les thermogrammes de l'analyse enthalpique différentielle (AED) de la tige entière et de la tige écorcée (figure 31) font apparaître des différences d'évolution du flux de chaleur en fonction de la température, qui pourraient être liées à la différence de structure et d'affinité pour l'eau des fibres longues contenues dans l'écorce et des fibres courtes contenues dans le bois de la tige. Cependant, dans les deux cas, aucun phénomène de transition du premier ordre (absence de pic endothermique) ou du second ordre (absence d'épaulement endothermique), qui pourrait traduire la fusion de biopolymères cristallins (cellulose) ou la transition vitreuse des biopolymères amorphes (lignines, hémicelluloses) n'est observable entre 60 et 180 °C dans les conditions d'analyse choisies. Rappelons que les températures de transition vitreuse de lignines et d'hémicelluloses anhydres rapportées dans la littérature se situent au voisinage de 200 °C (Slade et Levine, 1991 a). Ces températures de transition vitreuse sont cependant très sensibles à la teneur en eau qui joue le rôle de plastifiant (voisines de 120 °C pour la lignine et 60 °C pour les hémicelluloses d'épicéa, à 5 % de teneur en eau).

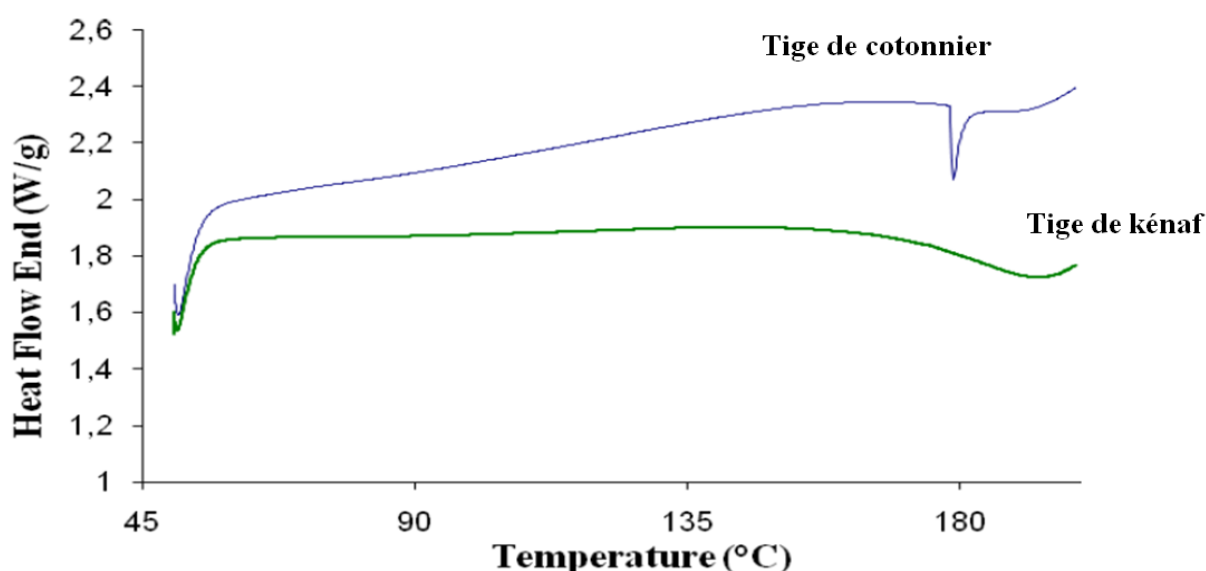


Figure 31. Courbes de calorimétrie des tiges de kénaf et cotonnier

Par contre, les deux thermogrammes (figure 31) AED font apparaître deux

phénomènes exothermiques, sous forme d'un pic à 180 °C dans le cas de la tige de cotonnier, et d'un pic étalé autour de 190°C dans le cas de la tige de kénaf. Ces pics pourraient traduire, dans cette gamme de température, une dégradation de composés de faibles poids moléculaires, comme les sucres (Mellons *et al.*, 2002), présents en faibles proportions dans le kénaf et le cotonnier, et qui ne conduisent pas à une perte de masse significative.

Toutefois, les modifications survenues dans la structure du matériel fibreux au cours de la première phase de la pyrolyse (20 à 250 °C) sont relativement faibles et ne devront pas poser des problèmes majeurs dans les processus de transformation non alimentaire de ces fibres par la chaleur. En effet, il a été démontré que l'augmentation de la teneur en eau du matériel végétal élève le seuil de température de destruction des composants du végétal (Rouilly *et al.*, 2001). De plus, dans des limites bien déterminées, l'augmentation de l'humidité du matériel végétal permet à l'eau de jouer un rôle plastifiant dans les mécanismes de transformation thermomécanique de ces matériaux avec une réorganisation des chaînes (Gidley *et al.*, 1993, Rouilly *et al.*, 2001).

De l'étude de la pyrolyse, nous retenons que les tiges de kénaf et du cotonnier peuvent être soumises sans risque de destruction majeure à une température de 250°C. De plus, l'analyse en calorimétrie différentielle des tiges indique que la température de thermopressage de 180°C - 190°C convient bien aux aptitudes de transformation structurale des deux tiges en vue de l'élaboration des panneaux composites.

1.3.1.5. Distribution granulométrique et dimensions des particules de kénaf/cotonnier

L'analyse de la distribution granulométrique des particules en pourcentage de masse totale obtenue par tamisage (figure 32 et figure 33) permet, dans un premier temps, de classer les particules en trois catégories, en vue de la fabrication de panneaux :

- P_g : les particules de plus grande taille, correspondant au refus du tamis de 1,6 mm, représentent respectivement 17 et 14,5 % de la masse totale de particules de tige entière de cotonnier et de tige de kénaf.
- P_m : les particules de taille intermédiaire ou moyenne, correspondant au passant du

tamis de maille 1,6 mm et au refus du tamis de maille 0,25 mm, correspondant à 65 % pour les tiges de cotonnier et 70 % pour les tiges de kénaf, de la masse totale du broyat.

- Pf : les plus fines particules, correspondant au passant du tamis de maille 0,25 mm, représentent le reste du complément à 100 %, soit 18 % pour les tiges de cotonnier et 15,5 % pour les tiges de kénaf.

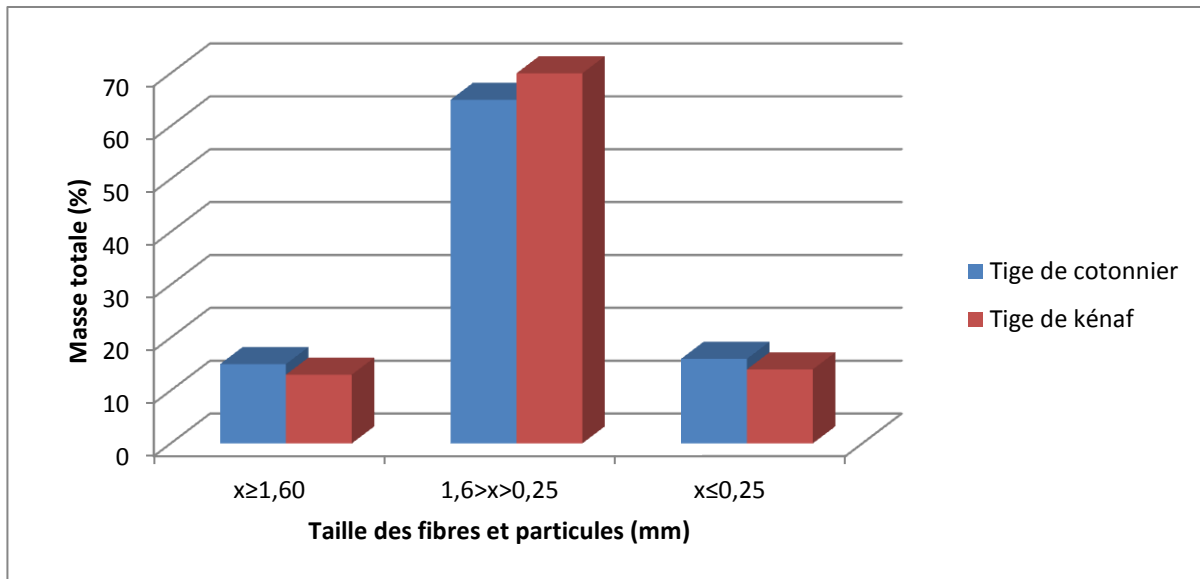


Figure 32. Distribution granulométrique des particules de kénaf/cotonnier utilisées

Les courbes traduisant l'évolution du pourcentage cumulé de masse de particules en fonction de la taille de maille des tamis (figure 33) semblent confirmer ces observations : si l'augmentation du pourcentage cumulé de refus aux tamis semble linéaire jusqu'à 0,8 à 1mm de maille, la pente change nettement à partir de ces valeurs. La plus faible proportion de particules obtenues au passant du tamis de maille 0,8 mm et au refus du tamis de maille 0,5mm, pourrait alors indiquer la moins grande probabilité d'obtenir des particules de dimensions régulières, aussi longue que large, dans cette zone de taille.

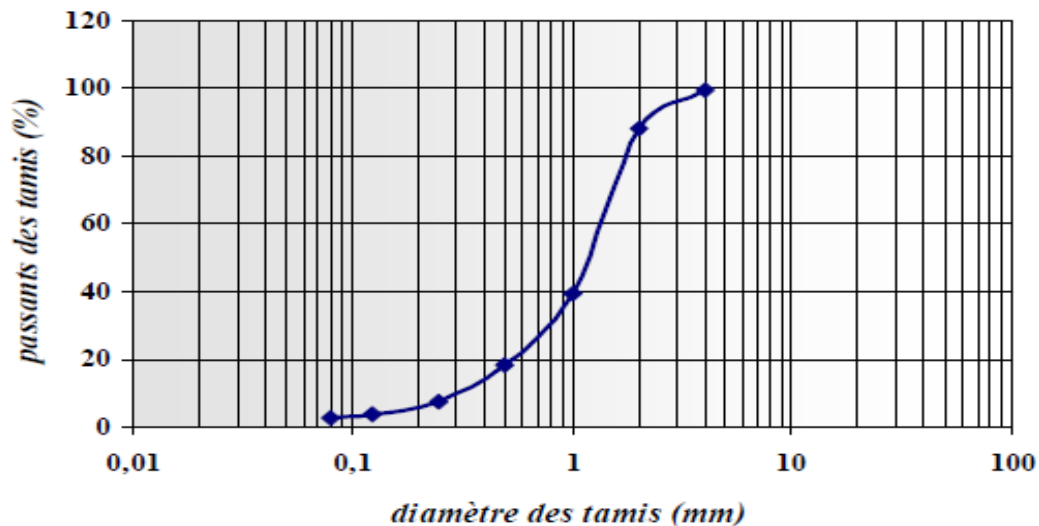


Figure 33. Courbe granulométrique des particules de kénaf/cotonnier suivant la taille de la maille du tamis

Cette courbe montre que les particules de Kénaf /cotonnier ont une granulométrie s'étalant de 0.08mm à 4mm. Elle confirme l'analyse de la distribution granulométrique des particules en pourcentage de masse totale obtenue par tamisage vue précédemment à la (figure 32) et permet d'identifier les trois catégories de particules vues ci-dessus.

Par ailleurs, le facteur de forme L/D est compris entre 2,5 et 6. Ce paramètre est très important dans le processus de fabrication des panneaux. Il agit de l'agencement des particules lors de la formation du matelas et de la répartition de la colle à la surface des particules lors des mélanges. Il détermine le procédé de fabrication et les propriétés mécaniques qui en seront issus (Sanadsi et al. 1995 ; Oksman et Clemons, 1998 ; Stark et Sanadi, 2000). Dans notre travail, l'hétérogénéité du broyat apparaît comme un élément qui favorise la cohésion interne et la résistance à la rupture.

L'observation au microscope des trois catégories de tailles de particules (figures 34 à 35*) montre cependant que le phénomène de classification est plus complexe, d'autant plus qu'il y a interférence avec la nature des particules selon leur origine (bois ou écorce de la tige). En effet, le broyage de la tige entière de cotonnier fait apparaître deux classes de particules dont les caractéristiques dimensionnelles sont très différentes.

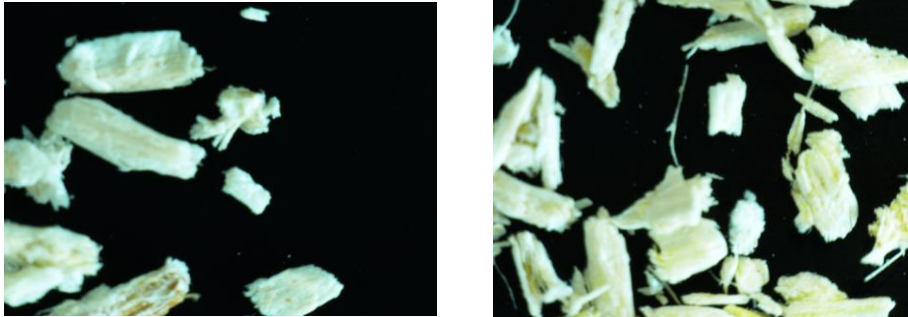


Figure 34. Dimensions des particules de grosse taille (a) : tiges de kénaf (b) : tiges de cotonnier (grossissement : x 7.5)

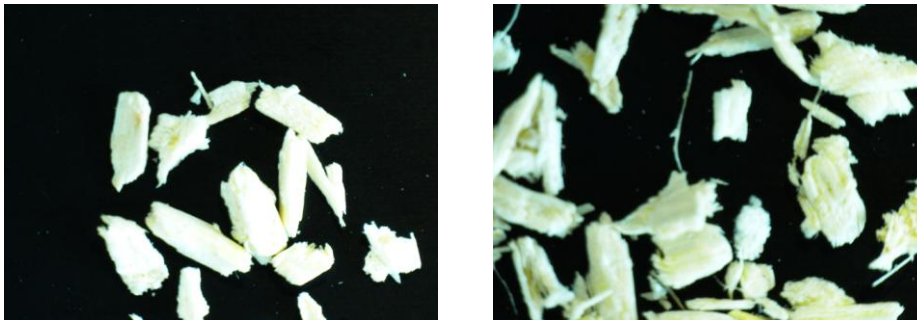


Figure 35. Dimensions des particules de taille moyenne (a) : tiges de kénaf (b) : tiges de cotonnier (grossissement : x 10)

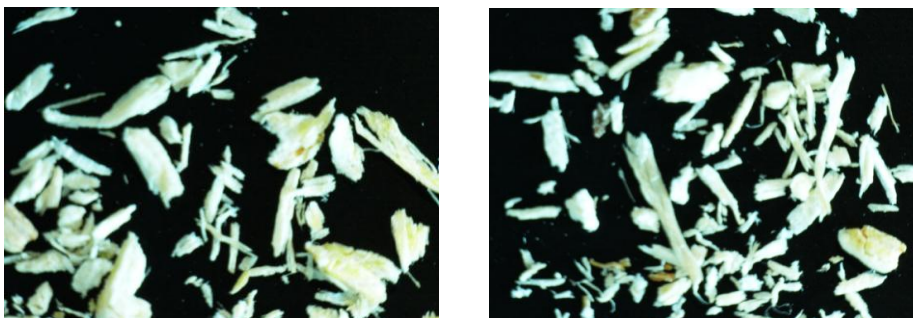


Figure 35*. Dimensions des particules de taille moyenne (a) : tiges de kénaf (b) : tiges de cotonnier (grossissement : x 10)

On observe en plus des particules, la présence des fibres longues, moyennes et petites. Ce sont tous ces agrégats qui seront qualifiés de particules de kénaf/cotonnier dans la suite de ce travail. Les tableaux 12 et 13 résument les caractéristiques des particules.

Tableau 12 : Dimensions moyennes des particules et fibres dans les coupes granulométriques de broyat de tige de cotonnier

Catégorie (Coupe granulométrique)		Classe (forme de particules)	Longueur (μm)	Diamètre (μm)	Facteur de forme (L/D)
Grande	$P_g > 1,6 \text{ mm}$	Grosses Particules	4 072 – 8 643	1904 – 2977	2,59 – 4,54
Moyenne	$1,6\text{mm} > P_m > 0,25$	Particules Moyennes	1 500 – 5 344	626 – 1436	3,16 – 5,48
Fine	$P_f < 0,25$	Fines Particules	677 – 2 236	84 – 538	4,80 – 5,21
Grande	$P_g > 1,6 \text{ mm}$	Fibres Longues	12627 – 18877	57,69 – 219	39 – 152
Moyenne	$1,6\text{mm} > P_m > 0,25$	Fibres Moyennes	6 708 – 8 964	50 – 176	46 – 89
Fine	$P_f < 0,25$	Fibres Courtes	2 042 – 2 133	50 – 119	30 – 36
Coques de cotonnier	Coques	Coque (Particules)	605 - 2450	85 – 549	4,46 – 7,12
	Linter de fibre	Linter de fibre	2070	18	112,93

Tableau 13 : Dimensions moyennes des particules et fibres dans les coupes granulométriques de broyat de tige de kénaf

Catégorie (Coupe granulométrique)		Classe (forme de particules)	Longueur (μm)	Diamètre (μm)	Facteur de forme (L/D)
Grande	$P_g > 1,6 \text{ mm}$	Grosses Particules	1362 – 6987	1904 – 2977	3,38 – 4,82
Moyenne	$1,6\text{mm} > P_m > 0,25$	Particules Moyennes	1 000 – 5 333	398 – 1548	4,51 – 6,03
Fine	$P_f < 0,25$	Fines Particules	448 – 699	122 – 403	2,67 – 3,67
Grande	$P_g > 1,6 \text{ mm}$	Fibres Longues	–	–	–
Moyenne	$1,6\text{mm} > P_m > 0,25$	Fibres Moyennes	–	–	–
Fine	$P_f < 0,25$	Fibres Courtes	1 110 – 1 672	49 – 67	11,68 – 13,54

1.4. Caractéristiques mécaniques

Les produits ont été caractérisés selon leurs propriétés mécaniques au regard des applications attendues et dans l'esprit de la démarche produit/procédé/matériau. C'est dans cet esprit que les essais de flexion, de traction, d'impact et de torsion sont utilisés pour déterminer les propriétés phénoménologiques du matériau en vue dans un premier temps de qualifier notre produit. Les essais de flexion ont permis de mesurer les caractéristiques telles que le module d'Young, les contraintes et les déformations en flexion. L'essai d'impact au choc IZOD a permis de déterminer la résilience des matériaux. Enfin les essais de traction et de torsion ont permis de déterminer

respectivement les caractéristiques telles le module de traction, la résistance maximale avant rupture, l'allongement pour cent après rupture et le module de Coulomb pour la torsion.

1.4.1. Essais de flexion

1.4.1.1. Principe

On détermine la déformation d'un barreau rectangulaire (éprouvette) reposant sur deux appuis par l'intermédiaire d'un poinçon appliqué à égale distance des appuis et se déplaçant à vitesse constante (figure 36). C'est la méthode la plus couramment rencontrée. Elle fait l'objet des normes EN ISO 178, ASTM D790, D5934 et D5943.

Le mode opératoire est simple mais certaines conditions doivent être respectées. L'éprouvette, dont les dimensions moyennes normalisées sont de 80×10×4 mm, est placée sur un montage spécifique adapté à une machine de traction, avec une distance entre les appuis D égale à 16 fois l'épaisseur h. La vitesse v du poinçon est faible, de l'ordre de 1 mm/min. Lorsqu'il n'est pas possible d'utiliser une éprouvette normalisée, il convient de respecter le rapport longueur/épaisseur L/h=20.

On enregistre la courbe de la flèche Y en fonction de la force F à partir de laquelle il est possible de calculer la contrainte à la rupture et le module d'Young.

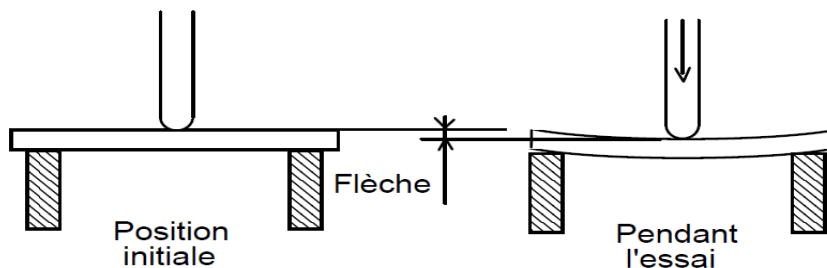


Figure 36. Schéma de principe de l'essai de flexion

1.4.1.2. Intérêt

- il permet de calculer la contrainte de flexion σ_f pour une flèche donnée y,
- il permet de calculer le module élastique en flexion (E_b max).

$$\blacksquare \text{ Contrainte en flexion : } \sigma_f = \frac{3FD}{2bh^2} \quad (4)$$

$$\blacksquare \text{ Module de flexion : } E_b = \frac{FD^3}{4bh^3y} \quad (5)$$

1.4.2. Essai de traction

1.4.2.1. Principe

L'éprouvette est soumise à un effort de traction selon son axe principal, à une vitesse constante. La force résultante est mesurée jusqu'à ce que l'éprouvette se rompe ou que son allongement atteigne une valeur prédéterminée (figure 37).

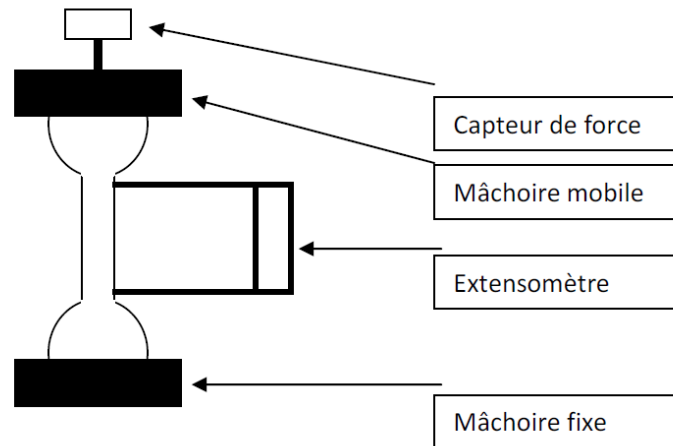


Figure 37. Schéma de principe de l'essai de traction

1.4.2.2. Intérêt

- Il permet d'obtenir une courbe contrainte-déformation afin de calculer :
 - Différentes contraintes (élastique, maximale, à la rupture),
 - Différentes déformations relatives,
 - Le module d'élasticité et de comparer ces résultats aux données du fournisseur ou à un cahier des charges.

- Calcul des contraintes :
$$\sigma = \frac{F}{S_0} \text{ en MPa} \quad (6)$$

- Calcul des déformations :
$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{L_0} \text{ sans unité ou en \%} \quad (7)$$

- Calcul du module d'élasticité

dans la partie linéaire:
$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \text{ en MPa} \quad (8)$$

- Calcul du coefficient de Poisson :
$$\frac{\Delta d}{d} = \nu \frac{\Delta l}{l} \text{ sans unité} \quad (9)$$

1.4.3. Essai de torsion

1.4.3.1. Principe

Déterminer le module élasticité, c'est à dire le quotient de la contrainte de cisaillement par la déformation angulaire résultant de l'éprouvette, pour différentes températures avec deux méthodes (figure 38) :

- l'éprouvette supportant la pièce d'inertie.
- l'éprouvette ne supportant pas la pièce d'inertie

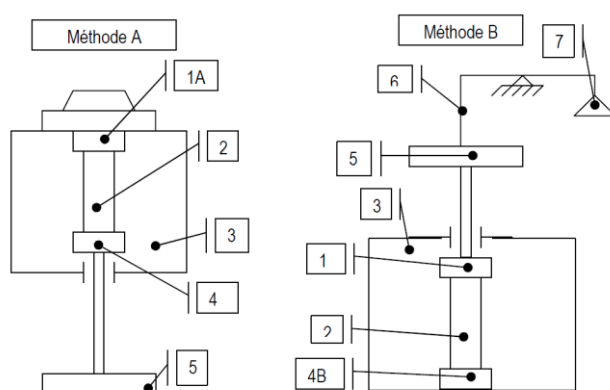


Figure 38. Schéma de principe de l'essai de torsion

1A : Mors supérieur avec axe fixe

1B : Mors mobile supérieur

2 : Epreuve

3 : Enceinte thermostatée

4A : Mors inférieur accouplé au disque par l'intermédiaire de l'axe

4B : Mors fixe inférieur

5 : Disque

7 : Contre poids

1.4.3.2. Intérêt

Il Permet d'obtenir une courbe contrainte-déformation afin de calculer :

- **Différentes contraintes (élastique, maximale, à la rupture)**
- **Différentes déformations relatives**
- **Le module d'élasticité**

et de comparer ces résultats aux données du fournisseur ou à un cahier des charges.

Remarque

Le module d'élasticité est souvent appelé "module de cisaillement", "module de glissement »

- Calcul des contraintes :
$$\tau_M = \frac{Mt}{\left(\frac{I_o}{\rho_{\max i}} \right)} \quad (\text{en MPa}) \quad (10)$$

- Calcul des déformations :
$$\theta = \frac{Mt}{G.I_o} \quad (\text{sans unité ou en radian}) \quad (11)$$

- Calcul du module d'élasticité :
$$G = \frac{Mt}{\theta.I_o} \quad (\text{en MPa}) \quad (12)$$

1.4.4. Essai d'Impact (essai de résilience) IZOD

1.4.4.1. Principe

C'est un essai de "choc flexion" (car l'éprouvette repose sur deux appuis). Un barreau parallélépipédique (entaillé ou non) est frappé à mi-distance des appuis par un mouton pendule (figure 62).

On mesure l'énergie absorbée (énergie absorbée = énergie totale – énergie résiduelle).

On calcule ainsi la résistance au choc du matériau (résilience).

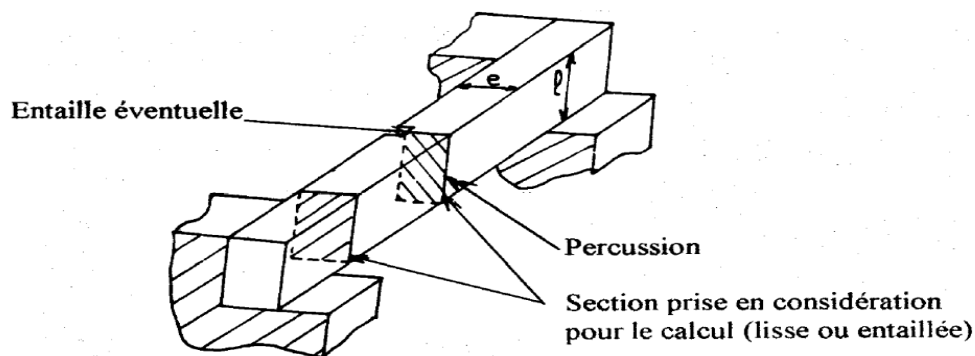


Figure 39. Schéma de principe de l'essai de flexion

La résistance au choc caractérise l'énergie absorbée au cours de la rupture d'un barreau lisse ou entaillé, sous l'action d'un percuteur doté d'une énergie cinétique suffisante. L'impact est généré par une masse à mouvement pendulaire avec une vitesse généralement comprise entre 1 et 4 m/s.

L'angle de remontée du pendule après le choc permet de calculer l'énergie de rupture. L'appareil utilisé porte le nom de mouton-pendule.

Le principe du choc Charpy est celui de la flexion d'une éprouvette (avec ou sans entaille) reposant sur les deux appuis simples avec la charge centrale. Cet essai fait l'objet des normes NF EN ISO 179, ISO 179-1 et -2, ASTM D 5942 et D 6110.

Différents types de rupture sont distingués pour les plastiques : rupture totale, charnière, partielle ou pas de rupture. La résistance au choc Charpy est exprimée sous forme de résilience, énergie absorbée, rapportée à la section, sous entaille si elle existe (résilience transversale en J/m^2).

Les essais ont été réalisés sur des éprouvettes non entaillées de dimensions moyennes $80 \times 10 \times 4$ mm. L'énergie absorbée est mesurée au moyen d'un appareil mouton-pendule ZWICK 5102. Le pendule utilisé correspond à niveau d'énergie de 10 J. Pour chaque série, les mesures ont été effectuées sur 15 éprouvettes.

1.4.4.2. Intérêt

Il Permet de vérifier si la **résilience du matériau** est conforme aux données du cahier des charges.

$$\text{Résilience} : R = \frac{E}{C} \cdot 10^3 \text{ (en kJ/m}^2\text{)} \quad (13)$$

1.5. Caractérisation de la colle d'os

1.5.1. Composition chimique de la colle d'os

Obtenu par extraction des collagènes d'os, sous forme de gélatine, la colle d'os contient 15,2 % d'azote correspondant à une teneur en protéines de 95 % par rapport à la matière sèche (tableau 14). La matière minérale représente 2,5 %.

Tableau 14 : Composition chimique de la colle d'os (Nenonene, 2009).

Composants	(unités)	Teneur (% de MS)
Matière minérale	(%)	2,54
Matière protéique brute	(%)	95,01
Formaldéhyde	($mg \cdot kg^{-1}$)	230

Par contre, les dosages révèlent la présence de formaldéhyde. Le formaldéhyde est en fait incorporé lors de la fabrication de la colle comme agent conservateur. Sa faible

concentration dans la colle (230 mg.kg^{-1} de matière sèche) ne posera cependant pas de problème majeur dans la fabrication des panneaux de particules selon Nenonene (2009). Incorporée à un taux maximal de 17,6 % par rapport à la masse de particules, la colle n'apporterait, en considérant qu'il n'y aura aucune perte au cours de l'élaboration, qu'une teneur de 34,5 mg de formaldéhyde par kilogramme de panneaux de particules. Cette teneur est largement inférieure à la valeur maximum autorisée par la norme NF EN 120 (80 mg.kg^{-1} , pouvant aller jusqu'à 300 mg.kg^{-1} suivant le type de panneaux). Ce qui a permis à l'auteur de conclure que cette colle est qualifiée pour une utilisation comme liant de panneaux tout en relevant cependant qu'il serait intéressant de rechercher un autre type de conservateur pour la colle d'os, de façon à supprimer totalement les émissions de formaldéhyde.

1.5.2. Propriétés thermiques de la colle d'os

Au cours du processus de thermopressage, le liant des particules est soumis à une température pouvant atteindre $200 \text{ }^{\circ}\text{C}$ selon les conditions opératoires choisies. L'analyse enthalpique différentielle de la colle d'os (figure 40) révèle trois événements thermiques, d'amplitude et de forme différente :

a) A $70 \text{ }^{\circ}\text{C}$, un premier pic endothermique apparaît, puis un second à $80 \text{ }^{\circ}\text{C}$, qui est nettement plus marqué. L'auteur attribue cela aux processus de dénaturation correspondant à un changement de la structure tertiaire (organisation des protéines en fibres ou en globules), vers une structure secondaire (conformation des protéines en hélice ou en feuillettes). Ce type de transition de dénaturation, observable en AED, avec une enthalpie de $4,8 \text{ J}$ par gramme de collagène natif (Huc, 1978) étant un comportement bien connu chez les collagènes, avec une enthalpie du phénomène de dénaturation des protéines de colle d'os estimée à $3,7 \text{ J/g}$.

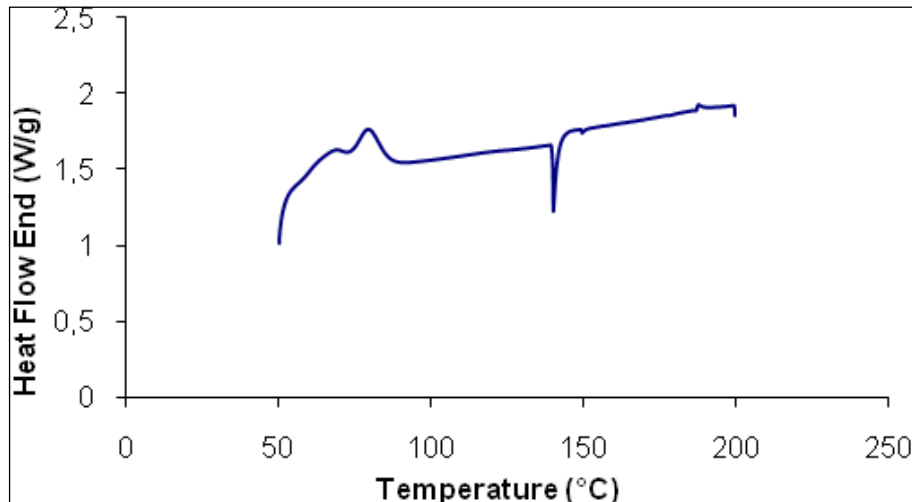


Figure 40. Courbe de calorimétrie différentielle de la colle d'os suivant la température, (Nenonene, 2009)

Rappelons aussi que dans le cas de protéines végétales, (Nénonene, 2009 et kadja, 2011) ont mis en évidence l'existence de ce phénomène de dénaturation dans cette gamme de température, bien que les valeurs soient très sensibles au taux d'hydratation de l'échantillon (phénomène de plastification par l'eau) (Arntfield, *et al.*, 1990 ; Rouilly, *et al.*, 2001 ; Budrugaec *et al.*, 2003). L'analyse au spectromètre a permis aux auteurs de conclure que la colle d'os ne présente pas de phénomène de perte de masse significative jusqu'à une température de 180 °C, température maximum choisie pour le thermopressage des panneaux de particules.

1.5.3. Propriétés rhéologiques de la colle d'os

La solubilité dans l'eau de la colle d'os est jugée bonne, du moins jusqu'à des concentrations de 15%. C'est à partir de 20 %, que les auteurs estiment que la solubilisation requiert un apport thermique (chauffage à 50 °C). Les courbes d'écoulement de solutions à concentration croissante de colle d'os (5 à 20 %) obtenues au rhéomètre à contrainte imposée à 25°C, obtenues (par nenonene, 2009) sont présentées dans les (figures 41 à 43) et expliquent le comportement rhéofluidifiant de ce liant (diminution de la pente avec la montée en contrainte), caractérisé par une diminution de la viscosité apparente $h = t/g^\circ$ (avec t contrainte de cisaillement appliquée en Pa, et g° vitesse de cisaillement en s-1) en fonction de la vitesse de cisaillement.

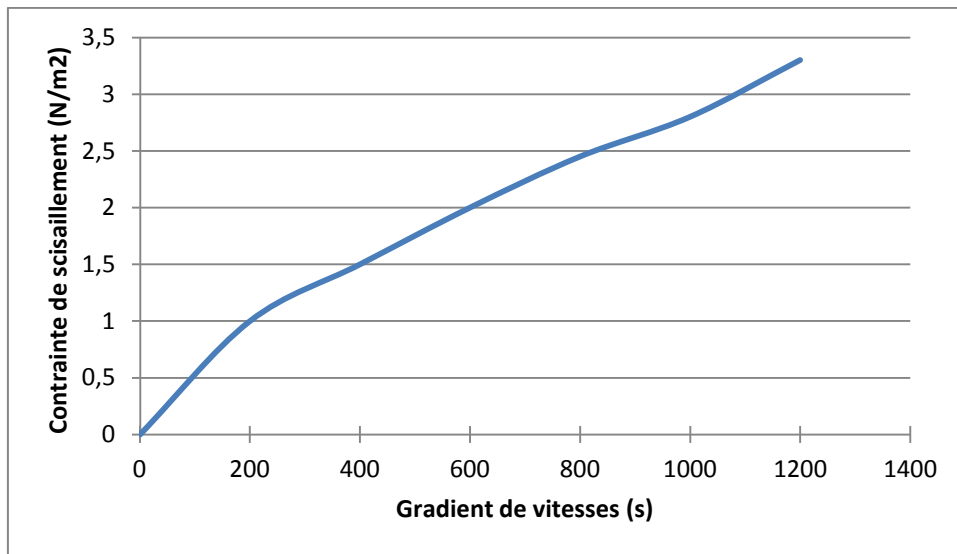


Figure 41. Evolution de la contrainte de cisaillement t (N.m-2) d'une solution de colle d'os à 5 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse g (s-1), (Nenonene, 2009)

A très faible contrainte appliquée (0,04 Pa), la viscosité apparente augmente nettement avec la concentration en colle d'os, de 0,11 Pa.s pour la solution à 5 % à 5,94 Pa.s pour la solution à 20 % (Figure 24).

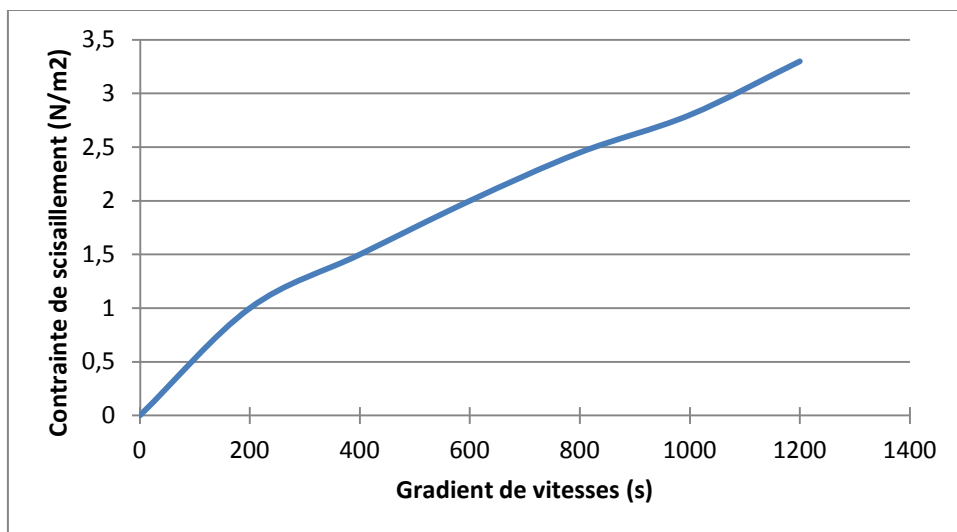


Figure 42. Evolution de la contrainte de cisaillement t (N.m-2) d'une solution de colle d'os à 15 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse g (s-1), (Nenonene, 2009).

Par contre, pour une faible augmentation de la contrainte (0,04 à 0,08 Pa), la viscosité chute très rapidement, pour n'atteindre plus que des valeurs de 0,06 à 0,40 Pa.s, selon la concentration en colle d'os.

A faible contrainte de cisaillement (0,04 Pa), la viscosité apparente de la solution suit

une tendance quasi exponentielle avec l'augmentation de la concentration en colle d'os.

Cependant, pour des contraintes plus élevées, tout en montrant une légère prééminence à 15% de colle d'os, l'effet de la concentration en colle d'os est nettement moins marqué sur la viscosité des solutions (Figure 44).

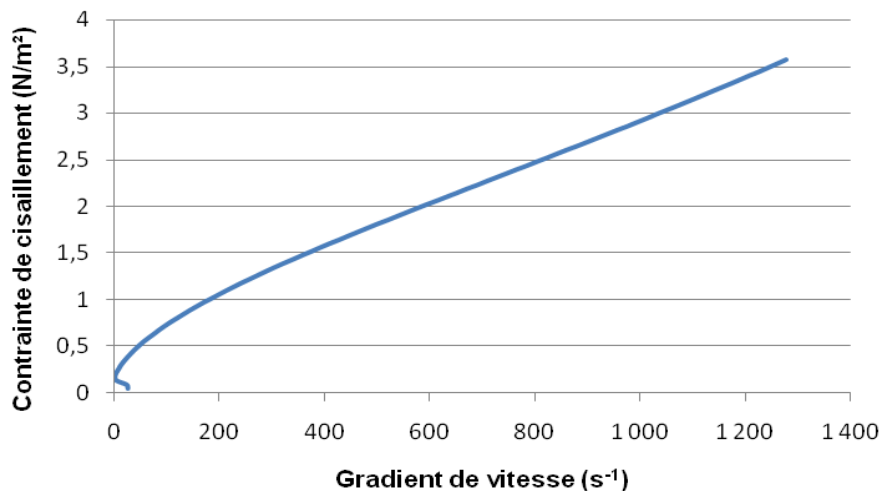


Figure 43. Evolution de la contrainte de cisaillement t (N.m-2) d'une solution de colle d'os à 20 % de matière sèche en fonction du gradient de vitesse g (s-1).

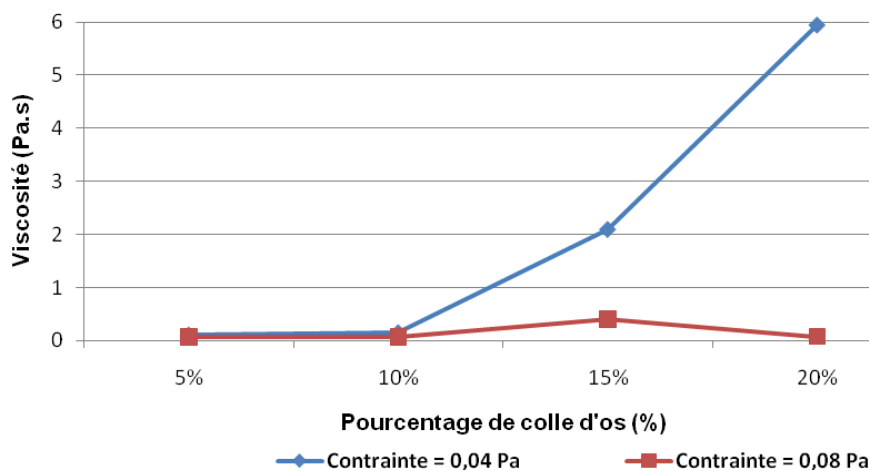


Figure 44. Evolution de la viscosité apparente h sous contraintes de cisaillement imposées de 0,04 Pa et 0,08 Pa à 25 °C de solutions de colle d'os en fonction de leur teneur en matière sèche (%).

Ainsi, à 25°C, la viscosité d'une solution à 30 g de colle d'os, sur la base de sa matière sèche, pour 80 g d'eau déminéralisée (solution à 27,2 %) est de 34 Pa.s pour une contrainte quasiment nulle. Cette viscosité est dans la gamme des valeurs requises pour la colle de soja (0,5 à 75 Pa.s) selon la méthode d'application et la nature des

matériaux à coller (EN542, 1995). Dans le cas de matériaux fortement absorbants comme le papier ou certains bois, les valeurs recommandées sont de 0,5 à 50 Pa.s (EN 543, 1995).

Pour ce qui est des particules de kénaf, qui peuvent être considérées comme relativement adsorbantes, puisque leur taux de gonflement par l'eau a été estimé à 30% contre 25% pour les particules de cotonnier, l'ajustement de la concentration en colle dans l'eau, et surtout l'application d'une contrainte de cisaillement suffisante lors du mélange avec les particules, permettra de revenir dans cette gamme de viscosité, assurant ainsi un bon mouillage des particules.

Cette étude montre que les propriétés rhéologiques associées au bon comportement thermique de la colle d'os en font d'elle un bon candidat pour agglomérer les panneaux a conclu l'auteur.

1.6 Caractéristiques du polystyrène recyclé.

Des auteurs comme (Naik et al., 2007; Naik et al., 2006 ; Mishra et al., 2005) lors de travaux antérieurs, ont montré que le polystyrène, peut être utilisé comme matrice pour élaborer des matériaux composites. Cette matrice est cependant moins étudiée que le polypropylène du fait probablement de ses faibles propriétés mécaniques.

(Vilaseca et al., 2004) ont élaboré puis comparé les propriétés des composites avec comme renforts la fibre de chanvre et la fibre de verre dans le polystyrène. Dans leur étude, la fibre de chanvre a été traitée avec un agent hydrophobe le AKD (ALKYLKETENE DIMER), pour diminuer sa sensibilité à l'eau. Ils ont relevé des différences dans les propriétés mécaniques entre la fibre de chanvre et celle de verre qui sont assez élevées à basse concentration tel que précisé dans l'étude bibliographique (Tableau 7 du chapitre 1).

Nos travaux ont porté sur du polystyrène usagé donc en fin de vie. Les tableaux 15 et 16 donnent respectivement les propriétés du polystyrène standard et du polystyrène recyclé qui sera utilisé dans ce travail. Déjà en première approche, une comparaison des propriétés du polystyrène recyclé à celles du polystyrène standard tirées de la littérature, indique que :

CHAPITRE2 : METHODOLOGIE D'ELABORATION D'ECOMATERIAUX ET OPTIMISATION DE LEUR MISE EN OEUVRE

La masse volumique du polystyrène recyclé est inférieure à celle du polystyrène standard ; cela pourrait être attribué soit au nombre de recyclage déjà subi par le matériau, soit aussi à la présence probable d'autre type de polystyrène (Polystyrène choc par exemple) compte tenu du fait qu'un tri n'a pas été opéré ce qui fait qu'on serait peut-être en présence d'un mélange de polystyrène de différents types en réalité. De même, le module de flexion et la résistance ont des valeurs inférieures aux valeurs du polystyrène standard. Cependant l'allongement à la rupture est équivalent à celui d'un polystyrène choc SB.

Les tableaux 15 et 16 donnent respectivement les propriétés du polystyrène standard tirées de la littérature et celles du polystyrène recyclé utilisé dans ce travail.

Tableau 15 : Résumé des propriétés physico-chimique du polystyrène

Nom : Polystyrène			Symbole : PS
Caractéristiques physiques			
<i>Indice de réfraction : 1.59</i>	<i>Transmission lumineuse en (%) : 90</i>	<i>Absorption d'eau (%) : >0.1</i>	<i>Taux de cristallinité : X</i>
Caractéristiques chimiques			
<i>Famille : styrénique</i>	<i>Structure : amorphe</i>	<i>Densité : 1.01</i>	<i>Retrait (%) : 0.4 à 0.7</i>
Caractéristiques mécaniques			
<i>Module en traction (Mpa) : 3300</i>	<i>Allongement rupture (%) : 2-3</i>	<i>Module en flexion (Mpa) : 3450</i>	<i>IZOD23°C 5KJ/m² : 5-13</i>
Caractéristiques thermiques			
<i>Tg (°C) : 90</i>	<i>Tf (°C) : X</i>	<i>Conductivité (W/m.K) : 0.17</i>	<i>Tfc-1.8MPa (°C) : 70-90</i>

Tableau 16 : Propriétés du polystyrène recyclé utilisé dans l'étude

Matériau	Masse volumique g/cm ³ (ISO 1183)	E Flexion (MPa) (ISO 178)	Rm (MPa) (ISO 527-2)	Impact IZOD (KJ/m ²) ISO 180	Allongement (%) (ISO 527-2)
PS recyclé	0,77	800	4,439	23.52	25.52

Le tableau 17 donne les paramètres standards utilisés dans l'industrie pour élaborer le polystyrène standard en extrusion et en injection :

Tableau 17 : Paramètres d'élaboration du Polystyrène source : Pichon-TI-Précis des matières plastiques-WEKA

Paramètres d'élaboration du polystyrène	Extrusion	Injection
Profil de température	170 à 240	160 à 280 °C
Vitesse de rotation (RPM) de la vis	120 trs/mn (25-30D)	0,1 à 1.3 m/s
Débit matière à l'entrée de la vis	12kg/h	-
Force de fermeture du moule	-	700 KN
Pression d'injection (bars)	-	600 à 1500
Volume de matière injectée	-	3 à 15 cm ³ /s
Débit d'injection maximale	-	25 cm ³ /s
Vitesse d'injection	-	0,3m/s

Notre choix pour ce matériau a été motivé par l'abondante disponibilité d'emballages et d'objets usagés en polystyrène dans notre environnement et son aptitude à être recyclable à 100%.

2. Optimisation des méthodes et procédés de mise en œuvre des écomatériaux

2.1. Mise en œuvre des panneaux de particules

2.1.1. Par thermo pressage

L'étude bibliographique précédente, a identifié quatre paramètres essentiels dont dépend la qualité finale des panneaux de particules obtenus par thermo pressage : nous nous proposons d'évaluer leur influence dans les lignes qui suivent. Il s'agit de :

- La teneur en eau dans le mat,
- La température de pressage
- Le taux de liant dans le mélange
- Le temps de pressage des panneaux

Nous nous proposons d'intégrer l'étude de l'impact des paramètres identifiés ci-dessus, dans la démarche globale retenue pour l'élaboration des panneaux de particules.

Dans un premier temps, nous avons procédé à **la préparation du matériel ligneux** :

CHAPITRE2 : METHODOLOGIE D'ELABORATION D'ECOMATERIAUX ET OPTIMISATION DE LEUR MISE EN OEUVRE

Les tiges de kénaf sont récoltées à maturité et séchées au soleil pendant deux semaines. Puis, Après extraction des écorces (fibres) qui représentent 65% de la masse totale, les tiges sont hachées par une ensileuse à maïs. Le bois haché est manuellement débarrassé des traces d'écorces, (photo10.a) puis conservées à l'étuve à 70°C pendant 72 heures. Le taux d'humidité après séchage à l'étuve est de 7%. Ensuite les particules hachées sont broyées au broyeur à couteaux de marque Marlex muni d'un tamis de maille de 5mm de diamètre pour donner ainsi un broyat. On obtient des particules plus fines (photo 10.b) dont les dimensions désirées sont calibrées à travers un tamis de mailles de 5mm.



Photo 10.a) : Bois de kénaf hachés (5 à 15 cm) photo10.b) : Broyat de kénaf (0 à 5 mm)

Les tiges de cotonnier ont subies le même protocole de préparation que les tiges de kénaf. Les figures 11 et 12 représentent respectivement les tiges de cotonnier grossièrement hachées puis convenablement broyées dans un broyeur à couteaux pour donner des particules. L'humidité finale après séchage est de 7%.



Photo 11 : Tiges de cotonnier hachées



Photo 12 : Tiges de cotonnier broyées.

Le dosage en masse des composants des panneaux de particules est assuré par une balance électronique dont la zone de pesée varie de 1g jusqu'à 5000g.

Puis en second lieu, nous avons procédé **à la préparation du liant :**

Ainsi, la colle d'os en perles qui servira de liant pour le matériau, est broyée en poudre de fines graines grâce à un moulin à café Marlex. Elle est ensuite dissoute dans une masse déterminée d'eau préparée; cette masse d'eau correspond au taux d'humidité désiré dans l'élaboration du panneau. Les valeurs suivantes ont été utilisées pour évaluer l'influence de ce paramètre sur les propriétés du panneau : 5%, 8%, 11%, 14%, 17% 20%, 23%, 25%, 27%, 30% et 33%. Cette masse d'eau est ensuite mélangée de façon homogène avec les particules broyées précédemment. Les tableaux et courbes présentent les résultats obtenus en variant la teneur en eau dans le mat suivant les valeurs ci-dessus et en adoptant une température de pressage constante égale à 180°C et un temps de pressage constant de 5mn:

La troisième phase a consisté **au mélange de la colle avec les particules broyées :**

Le mélange particules de tiges de cotonnier/kénaif + colle d'os a une masse totale notée M. Il est obtenu par ajout de la solution de colle ou liant aux particules. L'ensemble est ensuite malaxé pendant 20 minutes au malaxeur **Laurent Perrier** pour obtenir un mélange homogène. L'humidité sert aussi à donner à la matière végétale des réactions phénoliques.

Le mélange obtenu est introduit par garnissage gravitaire manuel dans un moule carré préchauffé de 30cmx30cm.



Photo 13 : Le moule vide



Photo 14 : Moule rempli du mat

Enfin la dernière phase de l'élaboration correspond au thermo pressage des panneaux :

Le moule (photo 13) est préalablement préchauffé à la température de pressage puis rempli par le mélange malaxé. Ce mélange est d'abord tassé dans le moule pour obtenir le mat (photo 14). Puis le moule est ensuite replacé entre les plateaux chauffants de la thermopresse. Une pression constante de 1,1 MPa est appliquée pendant un temps nécessaire appelé temps de pressage pour obtenir le panneau: c'est le mode à un palier. Au début du pressage la température chute, puis remonte au delà de la température de pressage à +3°C, avant de se stabiliser à la température de pressage. C'est à ce moment que le panneau est alors dit cuit et on peut alors l'extraire du moule. Le transfert thermique est total d'un plateau à l'autre (figure 15). Un temps de pressage insuffisant provoque le floccage du panneau (figure 16). Le temps de pressage est un facteur très important lié aux autres paramètres d'élaboration car non seulement il permet d'obtenir un bon résultat de pressage mais il conditionne le coût de réalisation (M V Bastias, 2006). Un taux d'humidité trop grand entraîne un temps de pressage très long.

Après la cuisson du panneau, celui-ci est démoulé, puis immédiatement pesé, étiqueté, son épaisseur mesurée et le temps de cuisson relevé. Il est ensuite conservé dans des emballages en plastique afin de limiter la reprise d'humidité.



Photo 15 : Panneaux de particules thermopressés sains



Photo 16 : Panneaux de particules floqués

2.1.1.1. Influence de la teneur en eau du Mat

L'humidité permet d'obtenir un mélange homogène entre le liant et les particules pour former ensuite le mat. Cependant un taux d'humidité trop grand entraîne un temps de pressage très long pour avoir un panneau sain et donc une consommation importante d'énergie et par conséquent un coût élevé du panneau. Le tableau 18 et les figures 45, 46, et 47 donnent les caractéristiques physiques et mécaniques des panneaux de particules élaborés avec différentes teneurs en eau de 5% à 33%.

On remarque d'abord que la teneur en eau n'a pas d'incidence majeure sur la densité des panneaux de particules. La densité minimale est de l'ordre de 563 MPa et est supérieure à la valeur préconisée par la norme AINSI A208.1 1999 qui est de 550 MPa pour l'utilisation des panneaux de faible densité obtenus avec une résine UF.

On note aussi que le module d'élasticité en flexion ou module de Young (MOE) croît avec l'augmentation de la teneur en eau et atteint une valeur maximale de 1490 MPa pour une teneur en eau du mat égale à 27%. Ensuite il décroît pour toutes les autres teneurs en eau supérieures à 27% (figure 35). Enfin pour des teneurs en eau du mat inférieures à 14%, les valeurs de MOE sont toutes inférieures à 550 MPa et donc ne respectent pas la norme AINSI A 208.1 1999.

On constate également que le module à la rupture (MOR) croît avec l'augmentation de la teneur en eau et atteint sa valeur maximale de 14 MPa pour une teneur en eau dans le Mat correspondant à 33% (tableau 18).

Tableau 18 : influence de la teneur en eau sur la densité, MOE, et MOR (panneau en kénaf)

Teneur en eau (%)	module d'élasticité			Contrainte rupture			Epaisseur e (mm)	Densité ρ (kg.m-3)
	MOE (Mpa)	S	CV (%)	MOR (Mpa)	S	CV (%)		
5	229,6	30,4	13,12	2,658	0,5	19,5	5,3	563
8	366,1	19,5	5,2	4,348	0,52	13	5,13	571,5
11	582,5	102,89	16,89	5,77	0,45	8,9	5,3	561,4
14	791,45	56,5	7	7,34	1,1	15	5,25	564,5
17	976,14	98,5	9,6	8,73	0,7	8,56	5,14	579,4
20	1032,3	89,4	8,1	10,34	1,65	16,52	4,98	609,2
23	1165,5	100,2	8,6	9,81	0,45	5,4	5,15	578,7
25	1360,8	16,2	1,6	11,36	0,49	4,5	5,01	602
27	1490	29,4	1,98	13,55	0,98	6,98	4,89	614,9
30	1376,4	80	5,98	13,25	1,52	10,83	5,21	580,2
33	1258,3	168	14,01	14	1,06	8,4	5,31	567,2

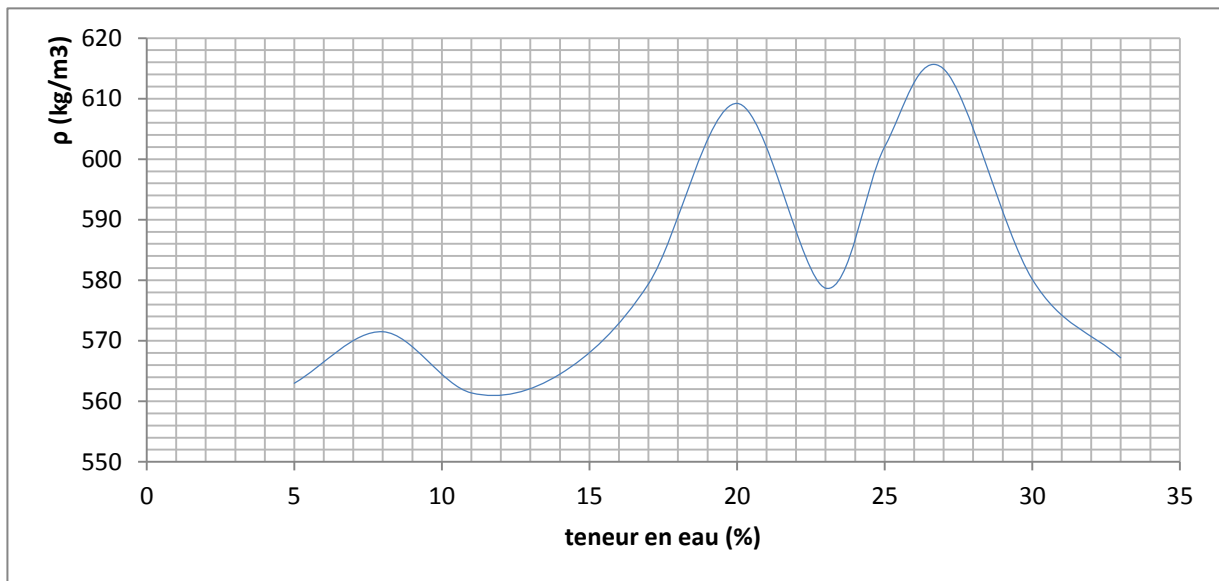


Figure 45. Influence de la teneur en eau sur la densité

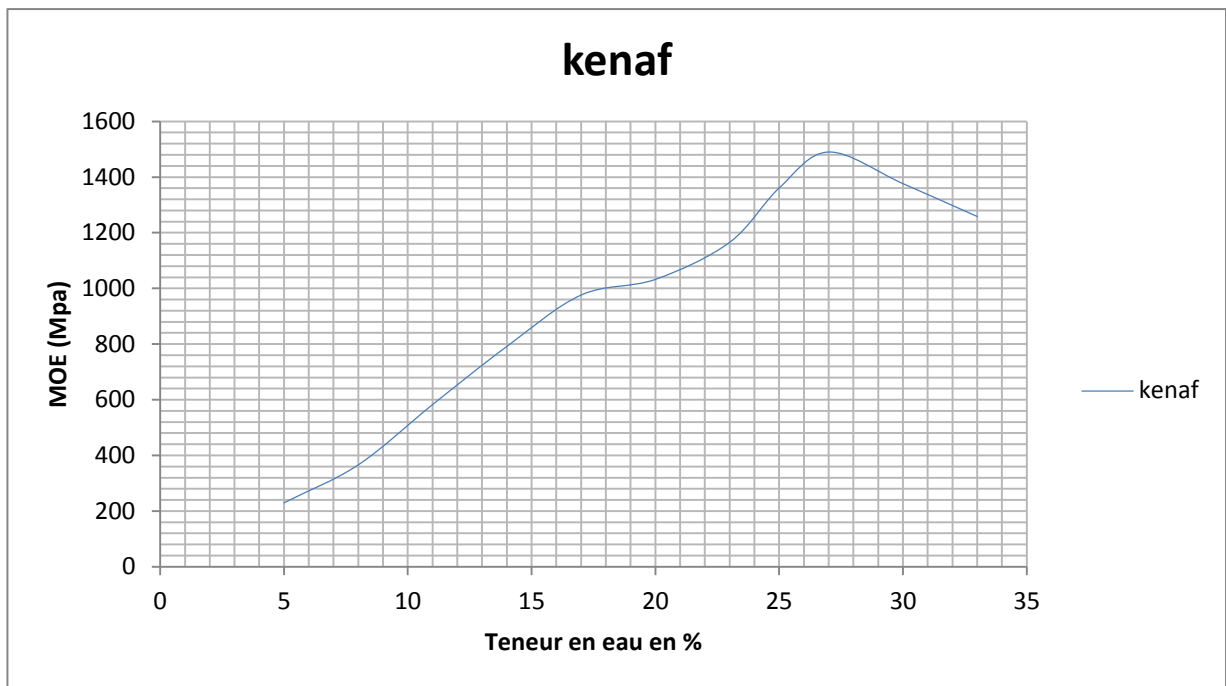


Figure 46. Influence de la teneur en eau sur MOE

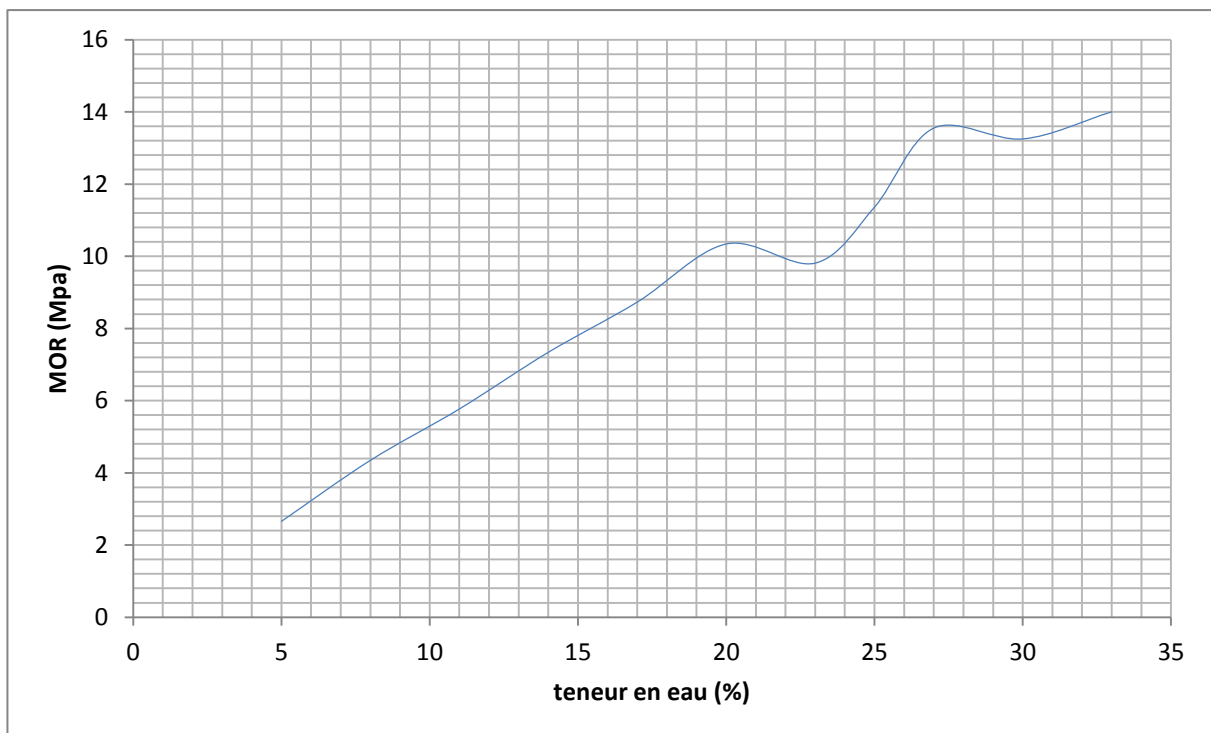


Figure 47. Influence de la teneur en eau sur MOR

Au vu de ces résultats il apparaît clairement que les meilleures valeurs des propriétés physiques et mécaniques que sont la densité, le MOE et le MOR sont obtenues avec une teneur en eau dans le mat égale à 27%. Toutefois le temps de pressage (70 mn)

exigé pour cette teneur semble très important pour une production industrielle, c'est pourquoi nous préconisons un taux de teneur en eau de 20% qui garantit aussi des propriétés mécaniques élevées avec un temps de pressage moins important (20 mn).

2.1.1.2. Influence de la température sur la densité, sur MOE et sur MOR

Nous avons évalué l'influence de la température de pressage sur les propriétés physiques et mécaniques des panneaux de particules, en utilisant une gamme de sept températures 120°C, 130°C, 140°C, 150°C, 160°C, 170°C et 180°C, pour un taux de liant en colle d'os fixé à 10% et une teneur en eau dans le Mat fixée à 27%.

Les résultats des caractéristiques physiques et mécaniques des panneaux de particules de kénaf et de tiges de cotonnier déterminés par les différents essais sont consignés dans les tableaux 19 et 20.

D'après les tableaux (19 et 20) et les figures (48 et 49), l'augmentation de la température de thermopressage de 120°C à 140°C a un effet bénéfique sur la densité et sur l'ensemble des caractéristiques mécaniques évaluées avec cependant une légère augmentation du taux de gonflement en épaisseur.

Les valeurs de densité contenues dans les tableaux 19 et 20 nous permettent de classer les panneaux réalisés dans la catégorie des panneaux à faible densité conformément à la norme ANSI A 208.1 1999.

Le module d'élasticité en flexion MOE (figure 49) croît de 1417.2 MPa pour une température de pressage de 120°C jusqu'à une valeur maximale de 2232 MPa correspondant à une température de pressage de 140°C. Ensuite on observe une décroissance de MOE jusqu'à 976.14 MPa correspondant à une température de pressage de 180°C.

Dans la gamme de température allant de 120°C à 140°C (tableau 19 et figures 49 et 50), les valeurs de MOE et MOR, respectivement de 2232 MPa et de 14,44 MPa sont satisfaisantes selon la norme ANSI A 208.1 1999 ; cependant les temps de thermopressage sont élevés en comparaison avec le temps conventionnel utilisé en entreprise qui est de l'ordre de 5mn à 10mn.

Tableau 19 : Influence de la température sur la densité, MOE et MOR (KénaF)

Température T °C	Temps de cuisson (mn)	Module d'élasticité			Contrainte de rupture			Epaisseur e (mm)	Densité ρ (kg.m ⁻³)
		MOE (Mpa)	S	CV (%)	MOR (Mpa)	S	CV (%)		
120	70	1417,2	190,12	12,8	8,52	0,4	4,8	5,09	560,43
130	28	2000	88	4,3	14,44	2,6	18	4,889	564,43
140	20	2232	11,45	18,3	10,8	0,42	4	4,951	588,438
150	15	1268,2	126,5	10	11,4	1,5	13,6	5,055	568,158
160	10	1115	137,64	12,2	8,61	0,25	2,89	5,152	557,903
170	10	1236,2	180,6	14,6	9,59	1,2	10,5	5,32	544,969
180	8	976,14	97,02	9,89	8,73	0,78	8,57	5,152	547,999

Tableau 20 : Influence de la température sur la densité, MOE et MOR (cotonnier)

Température T °C	Temps de Cuisson (mn)	Module d'élasticité			Contrainte de rupture			Epaisseur e (mm)	Densité ρ (kg.m ⁻³)
		MOE (Mpa)	S	CV (%)	MOR (Mpa)	S	CV (%)		
120	70	1734,76	190,12	12,8	14,17	0,4	4,8	5,09	630,5
130	28	1805,5	88	4,3	13,47	2,6	18	4,889	650,7
140	20	1757,53	11,45	18,3	15,671	0,42	4	4,951	663,8
150	15	605,92	126,5	10	6,954	1,5	13,6	5,055	603,5
160	10	945,457	137,64	12,2	9,472	0,25	2,89	5,152	613,3
170	10	1066,86	180,6	14,6	12,229	1,2	10,5	5,32	620,4
180	8	1336,216	97,02	9,89	10,21	0,78	8,57	5,152	623,4

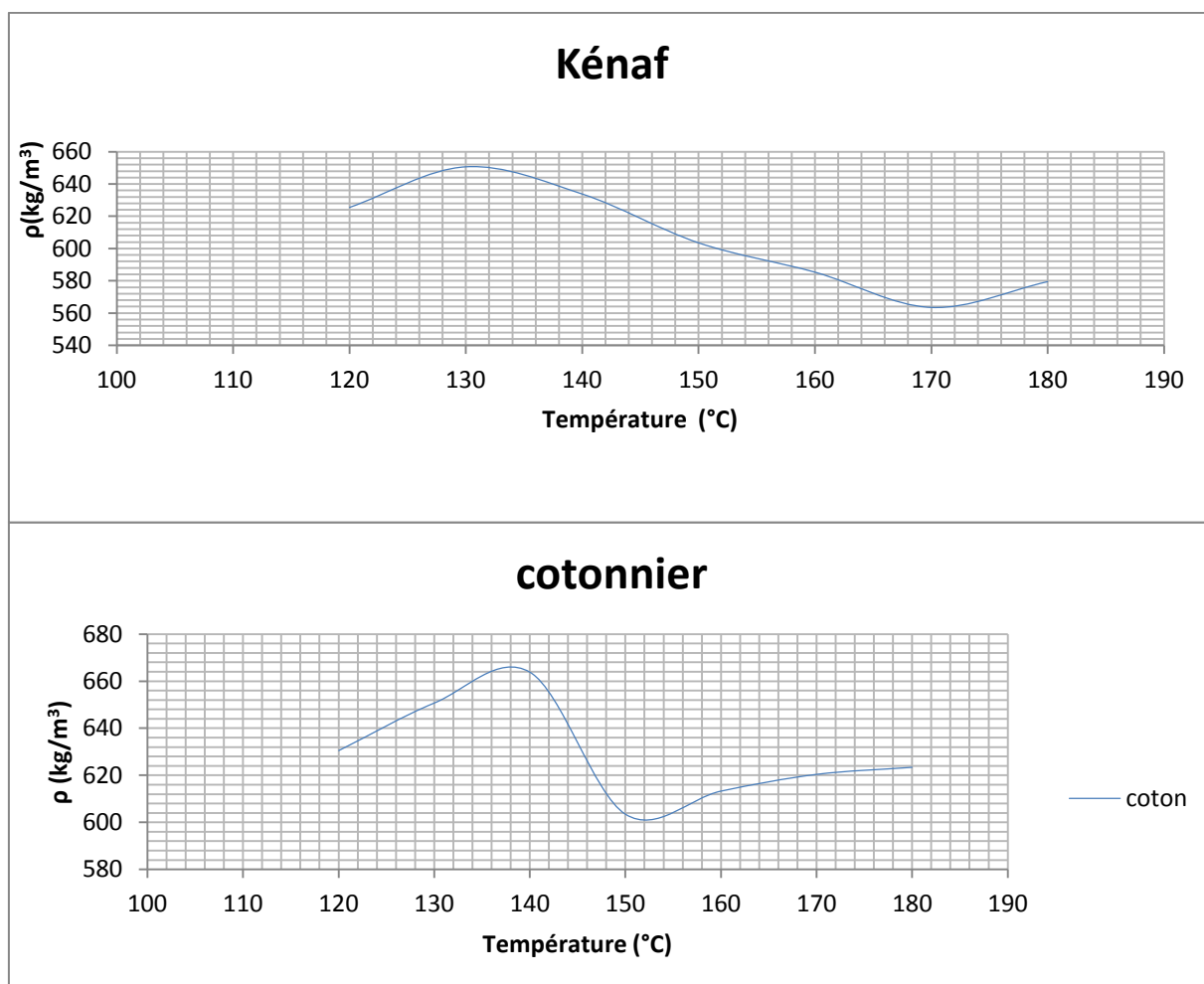


Figure 48. Influence de la température sur la densité

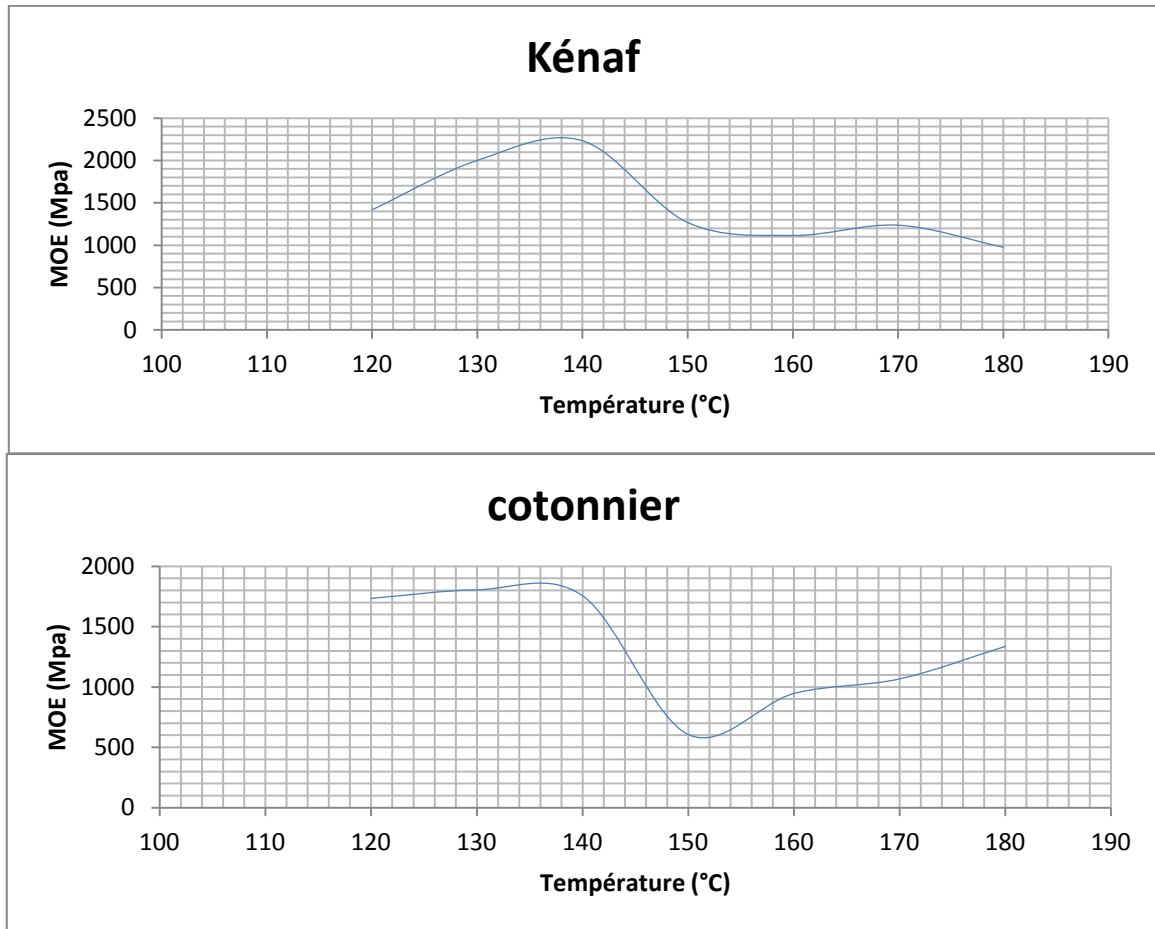


Figure 49. Influence de la température sur MOE (kenaf)

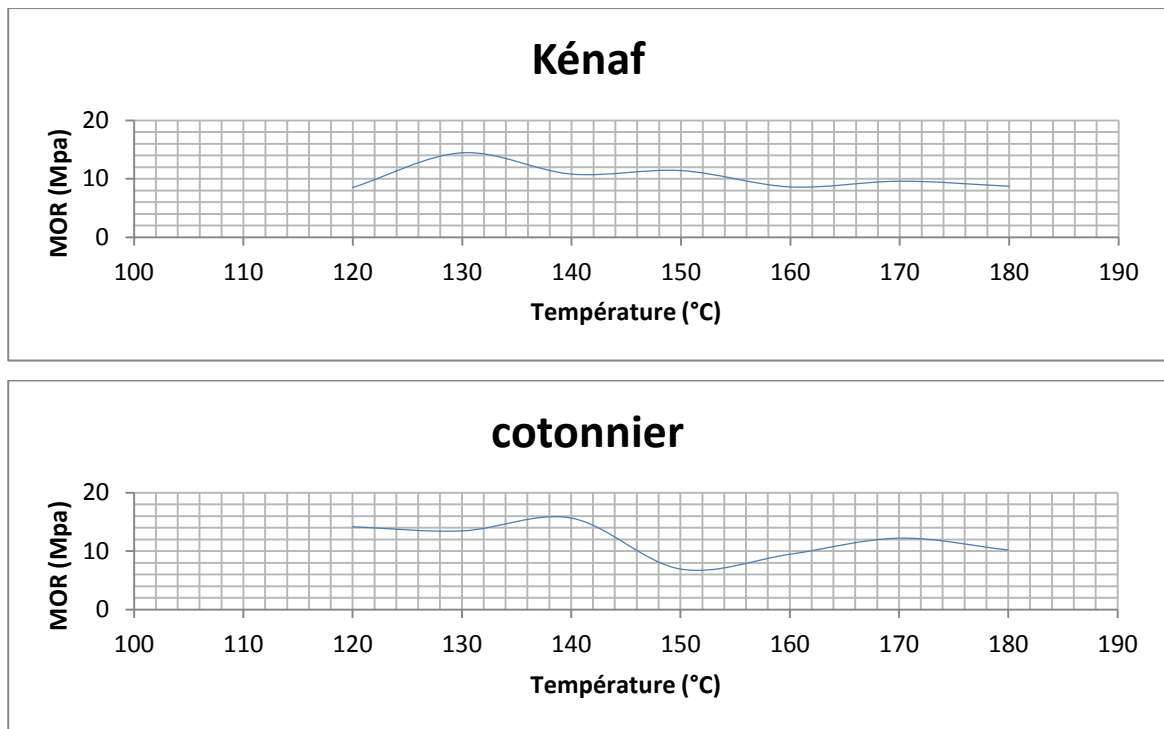


Figure 50. Influence de la température sur MOR (kenaf)

2.1.1.3. Influence du taux de liant et de la température

Cinq taux différents de liant (5%, 7,5%, 10%, 12,5% et 15%) ont été utilisés pour élaborer des panneaux de particules en vue d'évaluer l'impact du taux de liant sur les propriétés physiques et mécaniques des panneaux réalisés. Les résultats obtenus sont consignés dans les tableaux 21-a et 21-b et sur les Figures 51 à 54.

Pour les taux de liant allant de 5% à 12,5%, on observe une augmentation de MOE et MOR qui atteignent respectivement les valeurs de 1950,78 MPa et 17,01MPa. Au-delà de 12,5% de teneur en liant, il y a diminution de MOE et de MOR. Avec deux valeurs de teneur en liant qui se dégagent (10% et 12,5%) selon que le panneau soit en tige kénaf ou en tige de cotonnier

Toutefois le taux de 12,5% en liant apparaît comme l'optimum pour obtenir des valeurs de MOE et MOR maximales.

La densité des panneaux élaborés varie de $539,12\text{kg.m}^{-3}$ à $703,704\text{ kg.m}^{-3}$ suivant le taux de liant utilisé (figure 55).

CHAPITRE2 : METHODOLOGIE D'ELABORATION D'ECOMATERIAUX ET
OPTIMISATION DE LEUR MISE EN OEUVRE

Tableau 21-a : MOE et MOR en fonction du taux de liant et la température (kenaf)

T (°C)	Taux de liant (%)	Module d'élasticité			Contrainte de rupture			Epaisseur e (mm)	Densité ρ (kg.m ⁻³)
		MOE (Mpa)	S	CV (%)	MOR (Mpa)	S	CV(%)		
120	5	1021,47	188,6	11,89	12,902	0,45	3,01	4,95	638,77
	7,5	1366,5	162,5	11,78	15,747	0,82	5	4,9	639,82
	10	1859	158,2	9,2	16,72	0,88	4,9	4,85	625,5
	12,5	1906,2	139	7,5	17,97	0,7	4,6	4,73	669,41
	15	1527,6	155,6	11,11	17,578	0,98	5,86	4,8	655,09
130	5	1283,3	89,23	6,95	11,625	2,5	22,5	5,1	625,54
	7,5	1300	86,5	6,89	13,528	2,1	14,6	5,04	624,32
	10	2000	95,2	4,5	14,44	2,4	15,1	4,58	559,7
	12,5	2098,4	104,3	4,3	24,84	1,6	6	4,65	679,15
	15	1949,5	92	4,25	18,889	1,2	7,5	4,5	703,7
140	5	1358,2	248,2	18,2	14,47	1,2	8,2	4,85	577,64
	7,5	1736,6	169,5	9,98	17,1	0,3	0,9	4,99	590,36
	10	1739,8	45	3,2	16,3	0,6	3,1	4,87	603,98
	12,5	2029,5	48	4,5	19,9	0,3	1,6	4,65	639,48
	15	1896,3	263	13,98	18,9	0,2	1	4,74	620,77
150	5	997	178,6	16,89	10,2	0,89	12,8	5,02	550,89
	7,5	1147,5	86,5	7,8	12	0,3	2,3	5,01	609,23
	10	1070,3	97	9	12,2	1,6	13	4,68	609,123
	12,5	1769,5	239,3	13,6	16,6	2,5	13,9	4,54	631,36
	15	1274,6	105,4	8,1	15,3	2,9	15,8	4,56	614,08
160	5	918,5	75,4	8	10	0,9	8	5,21	540,3
	7,5	885,6	132,7	13	11,6	1,5	8,3	5,12	553,76
	10	1152,2	126	12	14,2	0,7	5	5,08	575,37
	12,5	1140,2	135,2	11,9	12,48	1,7	12,8	4,83	577,38
	15	1430,3	21,9	2,1	14,6	1,5	11	4,79	589,23
170	5	758,8	26	3,9	8,9	0,3	3,5	5,3	541,18
	7,5	794,8	95,8	13	9	0,21	4	5,06	546,82
	10	905,2	14,6	1,8	10,1	0,62	6	4,95	566
	12,5	1223,8	168,9	13,5	14,2	0,3	2	4,79	589,2
	15	1127,7	149,5	13	11,9	2,1	16	4,88	589,01
180	5	900,6	112	12,8	10,4	0,4	4	5,16	550
	7,5	782,5	144,9	20	9,8	0,5	3,2	5,23	538
	10	946	52	3	10,6	0,7	6,3	5,17	541
	12,5	1123,6	32,63	1,2	13	0,98	4,8	4,89	581
	15	766,4	44,9	6,5	9,6	0,78	9	5,04	557,23

CHAPITRE2 : METHODOLOGIE D'ELABORATION D'ECOMATERIAUX ET
OPTIMISATION DE LEUR MISE EN OEUVRE

Tableau 21-b : MOE et MOR en fonction du taux de liant et la température (cotonnier)

T (°C)	Taux de liant (%)	Module d'élasticité			Contrainte de rupture			Epaisseur e (mm)	Densité ρ (kg.m ⁻³)
		MOE (Mpa)	S	CV (%)	MOR (Mpa)	S	CV (%)		
120	5	1351,20	188,6	11,89	11,72	0,45	3,01	4,70	624,77
	7,5	1549,5	162,5	11,78	13,747	0,82	5	4,60	650,82
	10	1755,7	158,2	9,2	15,72	0,88	4,9	4,5	670,5
	12,5	1734,2	139	7,5	14,32	0,7	4,6	4,65	630,41
	15	1727,6	155,6	11,11	12,23	0,98	5,86	4,60	649,09
130	5	1422,5	89,23	6,95	11, 25	2,5	22,5	4,8	602,54
	7,5	1659	86,5	6,89	12,528	2,1	14,6	4,65	620,32
	10	1825	95,2	4,5	13,44	2,4	15,1	4,58	659,7
	12,5	1805,4	104,3	4,3	13,52	1,6	6	4,65	621,15
	15	1654,5	92	4,25	11,49	1,2	7,5	4,5	619,7
140	5	1358,2	248,2	18,2	11,22	1,2	8,2	4,65	673,34
	7,5	1611,6	169,5	9,98	15,41	0,3	0,9	4,99	688,3
	10	2412,7	45	3,2	20,23	0,6	3,1	4,87	689,57
	12,5	1757,5	48	4,5	15,9	0,3	1,6	4,65	694,44
	15	1674,3	263	13,98	17,09	0,2	1	4,74	704,9
150	5	1048,84	178,6	16,89	10,27	0,89	12,8	4,55	599,2
	7,5	1161,5	86,5	7,8	13,799	0,3	2,3	4,68	645,5
	10	761,3	97	9	8,32	1,6	13	4,68	651
	12,5	605,5	239,3	13,6	6,86	2,5	13,9	4,54	672,5
	15	1207,6	105,4	8,1	13,3	2,9	15,8	4,56	728
160	5	872,5	75,4	8	10,77	0,9	8	4,76	665,2
	7,5	988,6	132,7	13	10,71	1,5	8,3	4,68	684,2
	10	868,2	126	12	8,42	0,7	5	5,08	700,26
	12,5	945,2	135,2	11,9	9,48	1,7	12,8	4,83	701
	15	1112,3	21,9	2,1	11,26	1,5	11	4,79	713,5
170	5	738,8	26	3,9	8,9	0,3	3,5	5,3	665
	7,5	545,8	95,8	13	7,85	0,21	4	4,93	681,66
	10	965,2	14,6	1,8	9,841	0,62	6	4,95	700,45
	12,5	1066,8	168,9	13,5	12,2	0,3	2	4,79	700,14
	15	1013,7	149,5	13	11,57	2,1	16	4,88	713,21
180	5	493,6	112	12,8	6,14	0,4	4	5,00	590,1
	7,5	635,5	144,9	20	8,68	0,5	3,2	4,93	631
	10	1604	52	3	8,68	0,7	6,3	5,17	689,5
	12,5	1336,75	32,63	1,2	10,70	0,98	4,8	4,89	689,5
	15	827,4	44,9	6,5	10,16	0,78	9	5,04	669,5

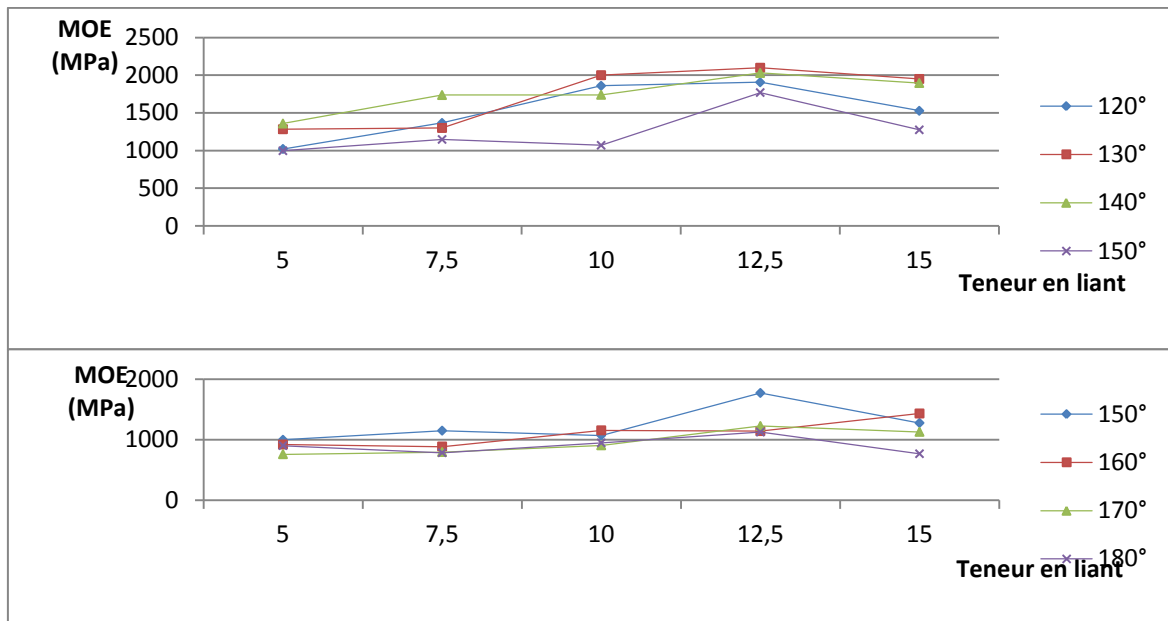


Figure 51. Influence du taux de liant sur MOE

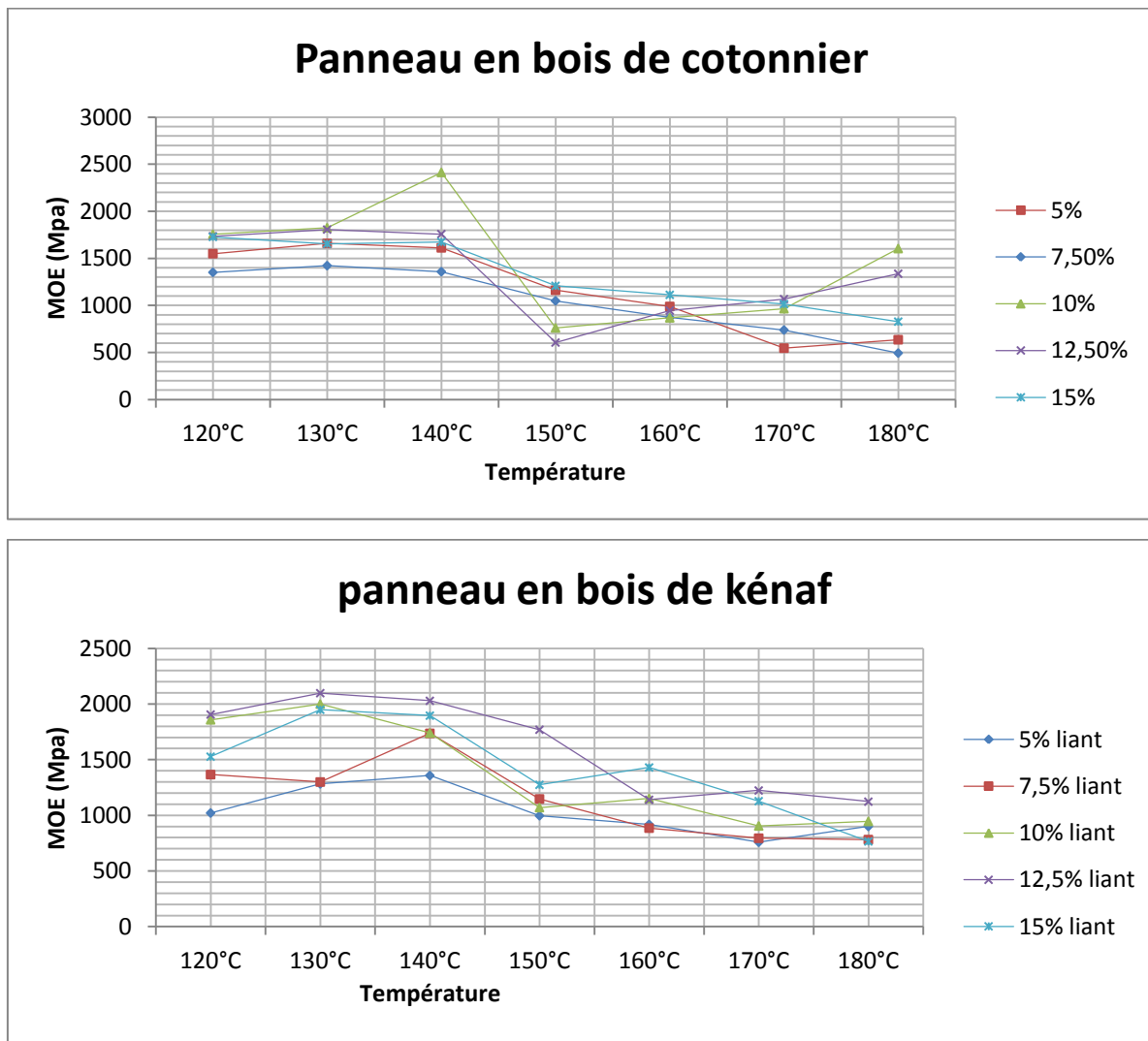


Figure 52. Influence de la température et du taux de liant sur MOE

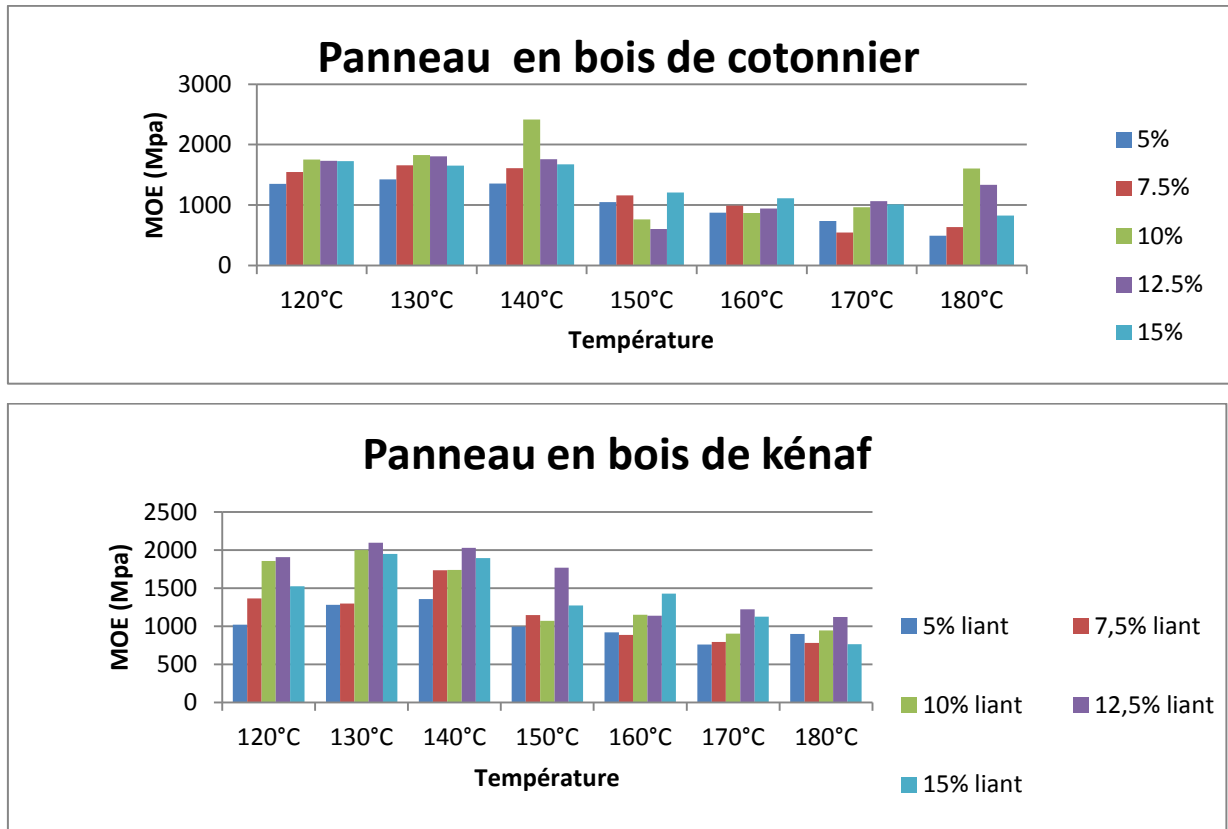


Figure 53. Influence de la température et du taux de liant sur MOE

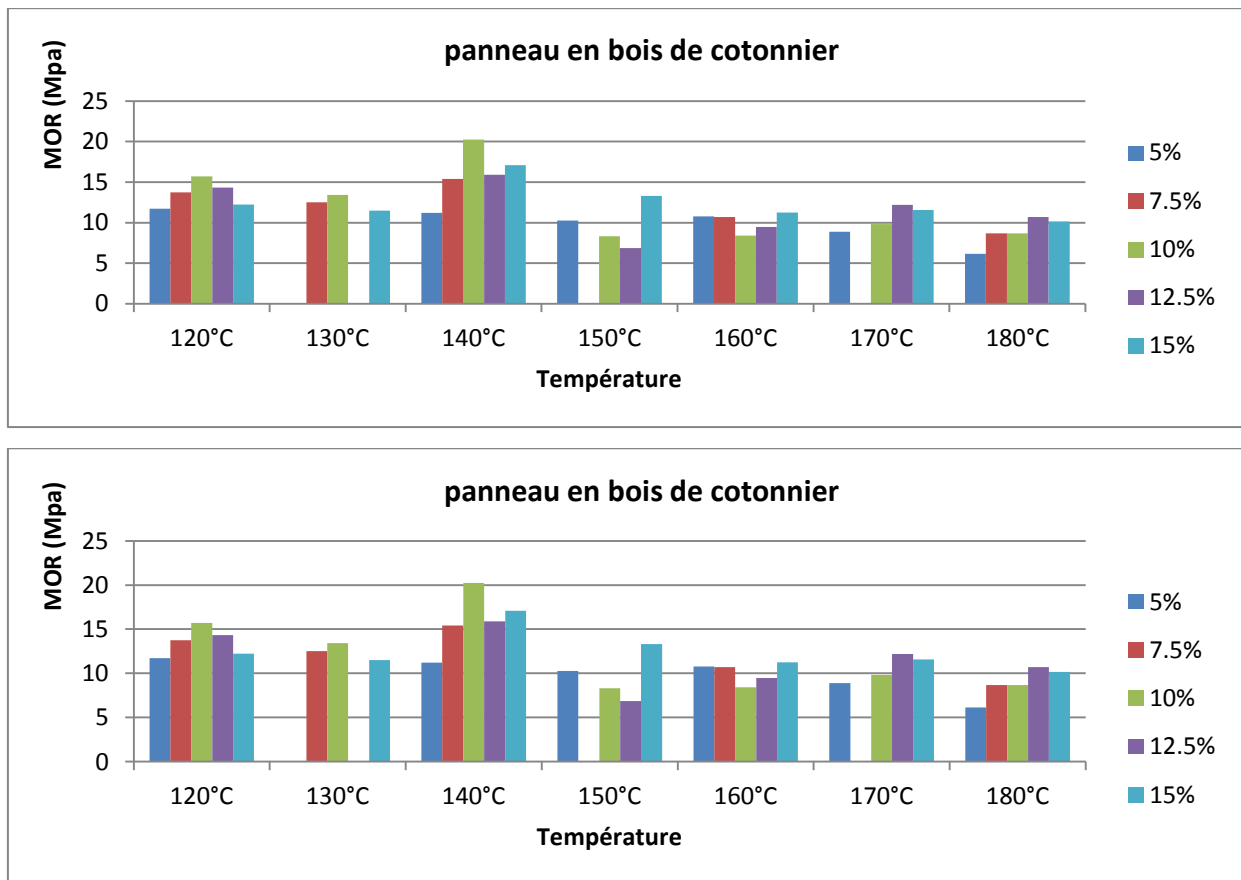


Figure 54. Influence de la température et du taux de liant sur MOR

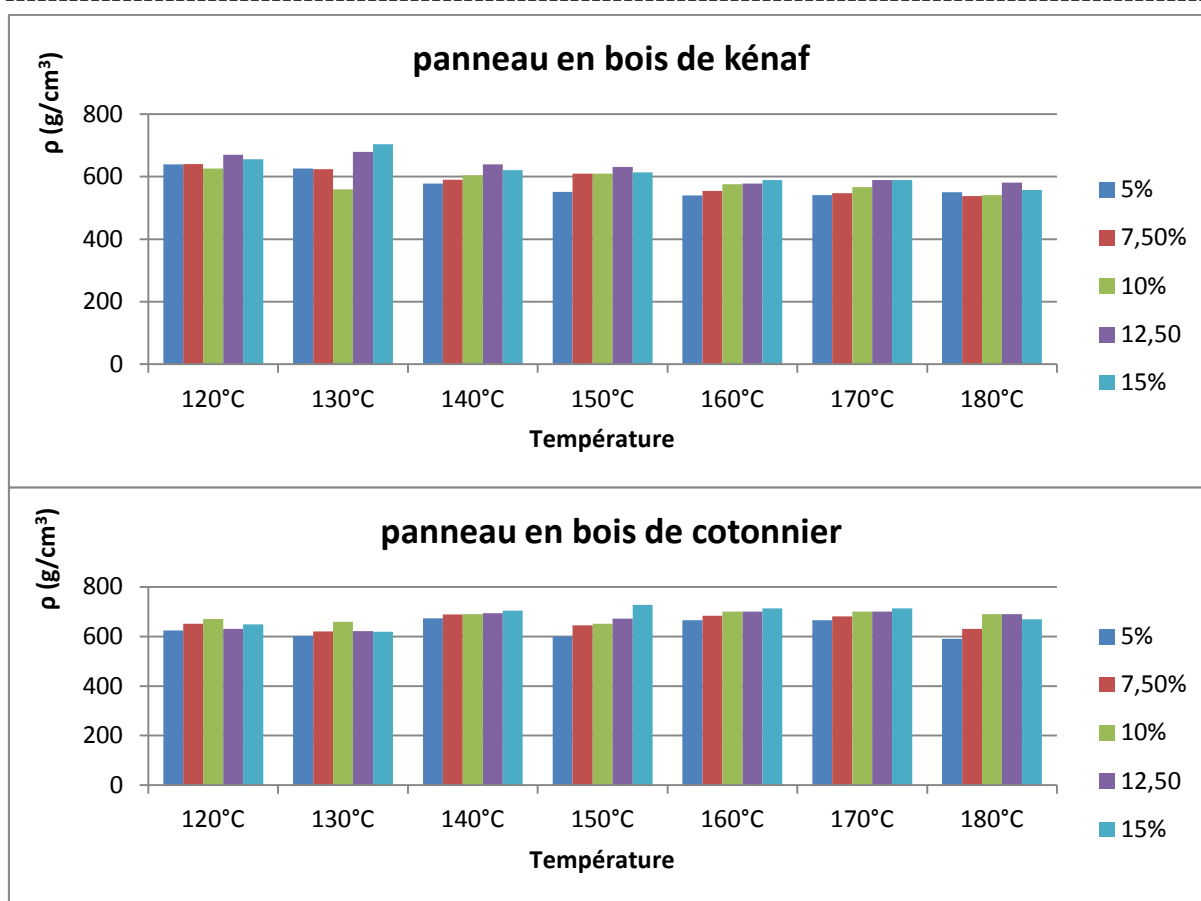


Figure 55. Influence de la température et du taux de liant sur la densité ρ

2.1.1.4. Influence de la durée de pressage

Le temps de pressage appelé encore temps de cuisson est fortement lié à la teneur en eau dans le mat, à la température de thermopressage et au taux de liant. C'est le temps minimum qui permet d'obtenir des panneaux bien formés sans défauts. Si ce temps est insuffisant, on obtient des panneaux avec des défauts (floquage, délaminage...) tels que indiqués sur les photos 21 et 22.

Le flochage est dû à la vapeur d'eau résiduelle dans le panneau lors de l'ouverture du moule.

Le tableau 22-b montre que le temps de cuisson diminue quant le taux de liant augmente pour une température fixée. Pour des températures supérieures à 130°C le temps de pressage décroît pour atteindre une valeur minimale pour un taux de liant de 10%, puis augmente légèrement ce qui traduit l'importance et l'influence de l'eau contenue dans le liant.

CHAPITRE2 : METHODOLOGIE D'ELABORATION D'ECOMATERIAUX ET OPTIMISATION DE LEUR MISE EN OEUVRE

Sur le tableau 22 et la figure 56, on remarque qu'en fixant la teneur en eau dans le mat à 17% et le taux de liant à 12,5%, on doit opérer avec une température de pressage de 140°C et un temps de cuisson d'au moins 20mn pour respecter les exigences de la norme et pour des raisons économiques. Ces résultats relatifs à l'influence du taux de liant et de la température de pressage sont en accord avec ceux trouvés par Emmie V. (2004),et Kadja K. (2011).

Tableau 22-a : Influence de la température et la durée de pressage sur la densité, MOE et MOR

Température T °C	Temps de cuisson (mn)	Module d'élasticité			Contrainte de rupture			Epaisseur e (mm)	Densité ρ (kg.m ⁻³)
		MOE (MPa)	S	CV (%)	MOR (MPa)	S	CV (%)		
120	70	1417,2	190,12	12,8	8,52	0,4	4,8	5,09	625,5
130	28	2000	88	4,3	14,44	2,6	18	4,889	650,7
140	20	2232	11,45	18,3	10,8	0,42	4	4,951	633,8
150	15	1268,2	126,5	10	11,4	1,5	13,6	5,055	603,5
160	10	1115	137,64	12,2	8,61	0,25	2,89	5,152	585,3
170	10	1236,2	180,6	14,6	9,59	1,2	10,5	5,32	563,4
180	8	976,14	97,02	9,89	8,73	0,78	8,57	5,152	579,4

Tableau 22 –b : Influence de la température et du taux de liant sur le temps de cuisson

Température (°C)	Taux en liant				
	5%	7%	10%	12,5%	15%
	Temps de cuisson des panneaux en (mn)				
120	80	70	66	60	54
130	33	30	28	28	26
140	25	25	20	22	23
150	15	15	14	15	15
160	10	10	10	12	15
170	10	10	10	12	12
180	8	8	8	10	10

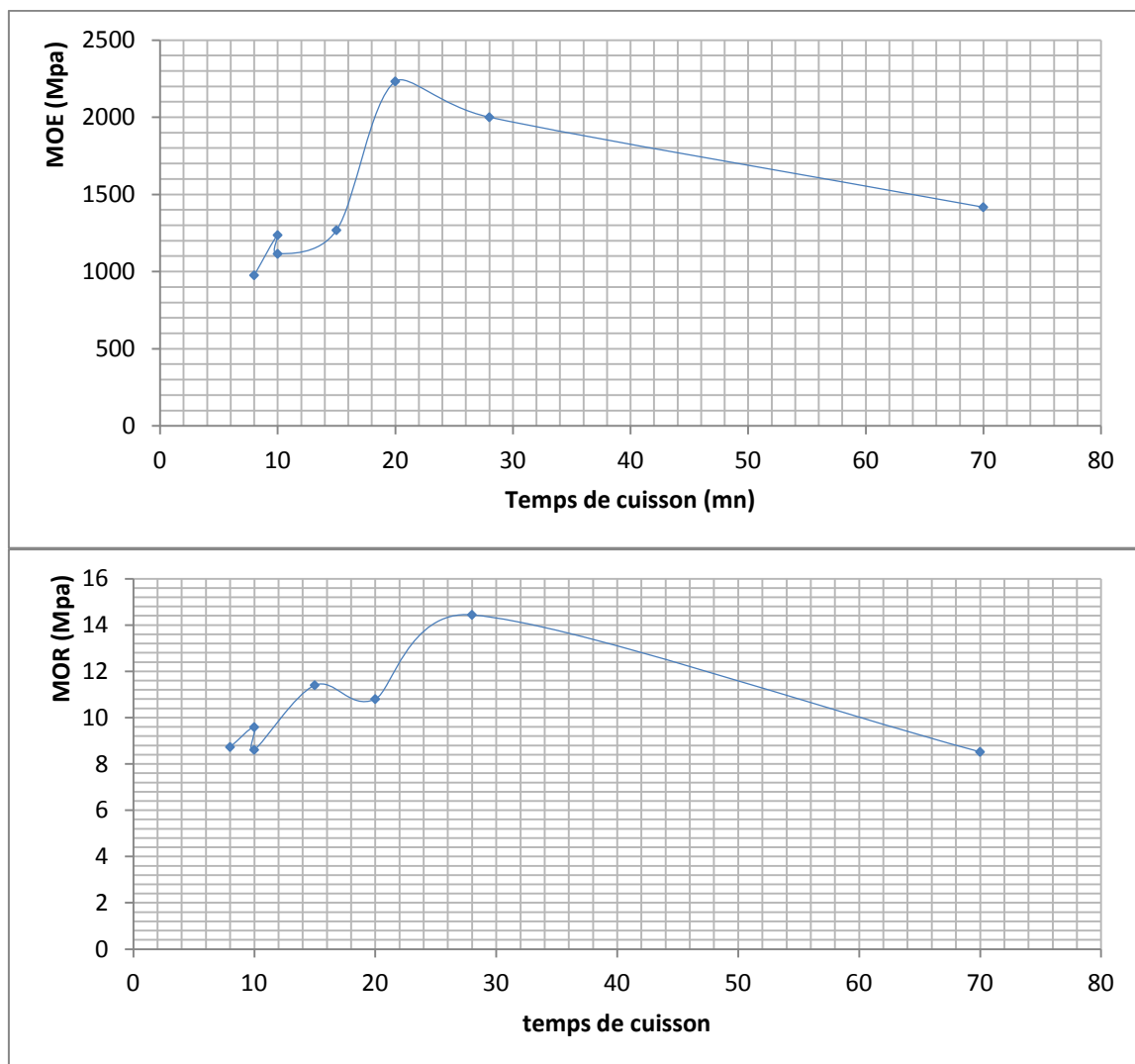


Figure 56. Influence du temps de cuisson sur MOE et MOR

2.1.1.5. Influence de la température de pressage sur la densité et la conductivité thermique des panneaux

La conductibilité thermique des panneaux obtenus (tableau 23 et figure 57) étant faible ceci a pour conséquence une très basse expansion thermique (Mark et al ; 1989). La densité et la porosité sont deux facteurs qui influencent de façon prédominante le transfert de chaleur. La valeur maxi $\lambda_{maxi} = 0,142$ et la valeur mini $\lambda_{mini} = 0,0654$. Pour $T = 140^{\circ}C$, on obtient des panneaux avec des valeurs de MOE, MOR et ρ conformes aux normes prescrites. La conductivité thermique varie entre 0,0654 et 0,0898 pour les panneaux en kénaf. Pour les panneaux en tiges de cotonnier, Elle varie entre 0,0889 et 0,1036. À cette température les panneaux obtenus respectent la norme.

CHAPITRE2 : METHODOLOGIE D'ELABORATION D'ECOMATERIAUX ET OPTIMISATION DE LEUR MISE EN OEUVRE

Dans la littérature, la conductibilité thermique des panneaux de particules est de l'ordre de 0,12 W/m.K.

Tableau 23 : influence de la température de pressage sur la densité et la conductivité thermique des panneaux

conductivité thermique λ ($w.m^{-1}.k^{-1}$)				
	panneaux de particules en bois de kénaf		panneaux de particules en tiges de cotonnier	
Température	ρ ($kg.m^{-3}$)	λ ($w.m^{-1}.k^{-1}$)	ρ ($kg.m^{-3}$)	λ ($w.m^{-1}.k^{-1}$)
130°C	622,22	0,0757	-	-
	652,92	0,0838	-	-
	655,62	0,0947	-	-
	679,14	0,0735	-	-
	703,7	0,0822	-	-
140°C	630,38	0,0649	673,34	0,1036
	644,45	0,0773	688,3	0,0908
	652,63	0,0654	689,57	0,0944
	662,38	0,0898	694,44	0,0955
	668,59	0,079	704,9	0,0889
150°C	540,25	0,0804	599,2	0,1452
	610,25	0,1042	645,5	0,086
	642,09	0,0779	651	0,1482
	645,61	0,0773	672,5	0,1254
	683,38	0,0893	728	0,0925
160°C	580,28	0,0987	665,2	0,0756
	285,6	0,123	684,2	0,087
	644,5	0,0843	700,26	0,0777
	617,02	0,1096	701	0,0812
	663,2	0,0966	713,5	0,0912
170°C	559,65	0,1485	665	0,0756
	565,32	0,0974	681,66	0,086
	588,2	0,1395	700,45	0,0777
	591,9	0,096	700,14	0,0812
	612,3	0,1123	713,21	0,0911
180°C	538,8	0,1052	590,1	0,0832
	571,6	0,1004	631	0,0905
	579,5	0,1002	689,5	0,0777
	609,6	0,1065	689,5	0,0777
	618,55	0,1036	669,5	0,0777

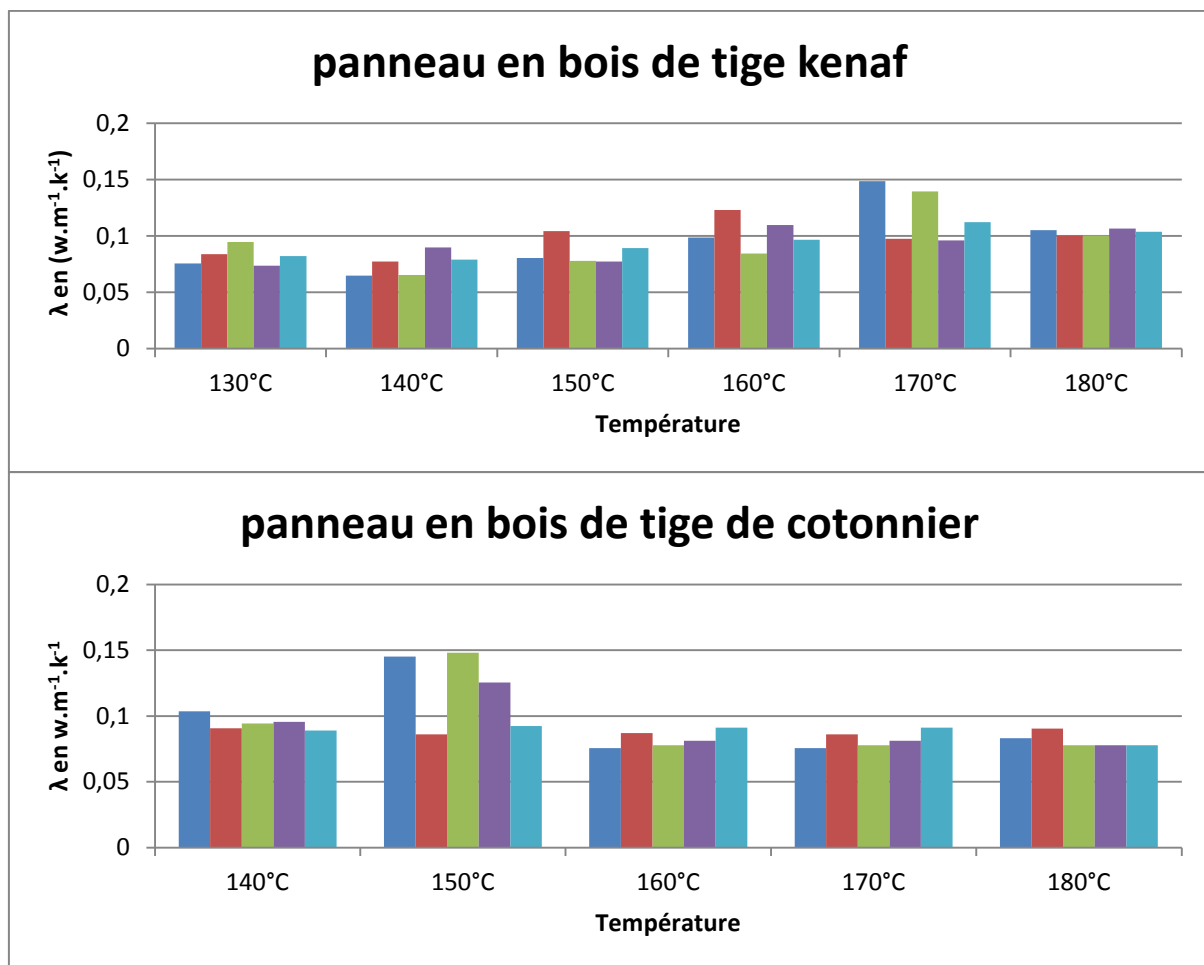


Figure 57. Influence de la température sur la conductivité thermique

2.2. Conclusion

L'objectif principal de cette partie était d'élaborer des panneaux de particules avec des tiges de kénaf et de cotonnier en utilisant la colle d'os comme liant, puis d'explorer l'influence des paramètres d'élaboration afin d'optimiser la mise en œuvre par thermo pressage des panneaux de particules.

Dans un premier temps, cette étude a permis de mettre en évidence quatre paramètres fondamentaux qui influencent la qualité et les performances des panneaux de particules élaborés à travers une observation de l'évolution des propriétés physiques et mécaniques liées à ces paramètres.

Ainsi nous avons fait varier successivement et de façon séparée:

- le taux d'humidité dans le mat,
- le taux de liant utilisé,

- la température de thermopressage,
- la durée du pressage

et avons évalué à travers leurs influences sur les propriétés physiques comme la densité, la conductivité thermique, et sur les propriétés mécaniques telles que le module d'élasticité en flexion, la contrainte à la rupture, ...).

Tous les panneaux de particules ont été élaborés à une pression de pressage constante de 1,1 MPa.

Les résultats obtenus montrent une forte influence de la température de pressage, de la teneur en humidité du mat, du taux de liant en colle d'os, et de la durée du pressage sur les propriétés physiques et mécaniques des panneaux de particules réalisés.

L'étude montre que la plage en teneur d'eau de 11% à 33% permet d'obtenir des panneaux de particules en kénaf et en cotonnier avec des caractéristiques mécaniques élevées et conformes aux normes en vigueur. La valeur optimale de la teneur en eau identifiée qui donne les caractéristiques mécaniques les plus élevées se situe à 27%. Toutefois pour des raisons économiques liées à une consommation d'énergie élevée, une teneur en eau de 20% est suggérée et a été retenue dans cette étude.

La température optimum de thermopressage identifiée par l'étude est de 140°C. A cette température, les modules d'élasticité en flexion MOE et de rupture en flexion MOR sont les plus élevées et sont conformes à la norme ANSI A208.1 1999. Le temps de pressage à cette température est en moyenne de 20mn. On constate que le temps de pressage diminue avec l'augmentation de la température. Nous sommes ici en présence d'un couplage température, temps de pressage : car aux températures élevées, lorsque le temps de pressage dépasse celui nécessaire à la consolidation, les propriétés mécaniques diminuent.

L'étude montre également que le taux de liant a une influence significative sur les caractéristiques mécaniques MOE et MOR. La valeur optimum identifiée du taux de liant est de 12,5% pour les particules de tiges de cotonnier et les particules de kénaf.

Ainsi, la colle d'os incorporée à un taux de 12,5 % de matière sèche dans le Mat de particules de tige de kénaf ou de cotonnier conduit à un panneau thermopressé en 5 minutes à 180 °C dont les caractéristiques mécaniques (MOE : 1123,6 MPa, MOR : 13 MPa, ρ : 581kg.m⁻³) (tableaux 16-17) sont supérieures à celles recommandées par les

normes et par conséquent satisfaisantes pour une utilisation comme panneau de faible densité.

Cependant, le taux de gonflement après immersion totale dans l'eau pendant deux heures, reste trop élevé (TS = 43 %), et ne satisfait pas les recommandations de la norme qui se situent à 23 % pour la norme EN 317 applicable à ce type de panneaux. L'apport de la colle d'os pour la cohésion interne des panneaux n'améliore pas sa sensibilité à l'eau et cela, probablement du fait de la trop grande affinité des protéines de colle d'os pour l'eau.

2.3. Mise en œuvre d'un écomatériau à matrice polystyrène renforcée de charges en coques de cotonnier

Dans la démarche d'élaboration adoptée, deux procédés décrits dans l'étude bibliographique ont été utilisés : il s'agit d'abord de l'extrusion, utilisée pour l'élaboration d'un compound suivie de l'injection par moulage des granulats issus de l'extrusion. L'étude bibliographique a identifié les paramètres de mise en œuvre de ces deux procédés qui sont utilisés ainsi que leur limitation pour la réalisation de notre matériau. Comme dans l'étude précédente, nous allons associer l'évaluation de l'influence des paramètres dans la démarche globale d'élaboration retenue pour ce matériau.

2.3.1. Elaboration du compound par extrusion bi-vis

Tout d'abord il faut noter que les différentes formulations de dosages nécessaires (photo 17, 18 et 19) ont été réalisées hors extrudeuse sur une balance puis les constituants, mélangés et broyés dans un broyeur-mélangeur à couteaux avant utilisation en extrusion.



Photo 17 : Coques de cotonnier non broyées



Photo 18 : Résidus de polystyrène broyé



Photo 19 : Mélange de polystyrène et des coques de cotonnier broyé

D'après l'étude bibliographique concernant l'extrusion d'un écomatériau à matrice en polystyrène chargée de fibres, les différents paramètres d'extrusion identifiés pour une bonne mise en œuvre dans la présente étude sont :

- la vitesse de vis,
- le profil de température de fourreau,
- la quantité d'eau du mélange.

La vitesse de vis est un paramètre moins important puisqu'elle n'influence pas les propriétés du produit final. Toutefois, elle doit être assez élevée pour éviter un temps de séjour trop long, qui peut entraîner la dégradation de l'amidon (Glenn et al., 2001).

Ainsi, on a étudié l'influence de la vitesse de la vis en la faisant varier de 20 à 120 rpm au cours de plusieurs essais, pour finalement retenir la vitesse de 90 rpm.

Ensuite nous avons fait varier la température entre 100 et 185°C pour déterminer le profil de température à adopter.

Constatations:

- ✓ Pour les valeurs de température dans la filière inférieures à 100°C, il n'y a pas fusion de la matière à la sortie.
- ✓ Lorsque la température dans la filière est supérieure à 185°C, il y a dégradation des coques de cotonnier (fibres).

Pour commencer, nous avons choisi le profil de température du tableau 24.

Tableau 24 : Profil 1 de température extrudeuse

	Fourreau								Filière	
Zone	1	2	3	4	5	6	7	8		
Température (°C)	160	160	160	160	170	170	170	170	170	170

Avec ce profil de température, l'extrusion était difficile. La matière en sortie n'était pas homogène et deux phases étaient visibles. Une phase contenait les coques et du polystyrène fondu alors que l'autre contenait le polystyrène sous forme de broyats non fondus. La présence de ces particules indique que la température des trois zones de chauffage en tête de l'extrudeuse n'était pas assez élevée pour permettre la fusion de la totalité de polystyrène qui a été entraîné à l'intérieur du fourreau.

Le deuxième profil de température adopté (tableau 25) par la suite a permis de fondre

le polystyrène mais on a constaté une dégradation (brulure des coques de cotonnier) à la sortie de la filière. Or dans cette phase d'élaboration, seul le polystyrène doit fondre et les coques de cotonnier doivent restées intactes.

Tableau 25. Profil 2 de température extrudeuse

	Fourreau								Filière	
Zone	1	2	3	4	5	6	7	8		
Température (°C)	175	175	180	180	180	185	185	185	185	185

Après plusieurs essais, le profil de température testé enfin au (tableau 26) a permis la fusion du polystyrène dans la zone prévue tout en préservant les coques de cotonnier intactes. On obtient à la sortie de la filière de forme cylindrique, un extrudât appelé compound de bonne qualité qui passe à travers un bac de refroidissement à l'eau.

Ensuite, l'extrudât est acheminé vers un granulateur (poste de découpe) qui le découpe en petits nodules ou granulats (photo 20) qui seront ensuite injectés sur une presse à injection. A la sortie de l'extrudeuse, l'extrudât a un aspect gris sombre du fait probablement de la présence des coques et fibres à l'intérieur. Ce matériau a une structure plus homogène. Le profil de température (pour les zones de chauffage de 1 à 8) est bien adapté pour l'extrusion de notre matériau (il n'y a pas de dégradation des coques de cotonnier au cours de l'extrusion).

Tableau 26 : Profil optimisé de température extrudeuse

	Fourreau								Filière	
Zone	1	2	3	4	5	6	7	8		
Température (°C)	170	170	170	170	175	175	175	175	175	175

Enfin on a fait varier la teneur d'eau dans le mélange de 7% à 10% et le meilleur résultat a été obtenu avec la teneur de 7% d'eau dans le mélange.



Photo 20 : Granulés

Il faut signaler également que le dosage du mélange a été opéré hors extrusion au moment du broyage qui a précédé l'extrusion ; nous n'avons pas pu opérer avec des mélanges en teneur de coques de cotonnier de plus de 20% sur l'extrudeuse par ce que à partir de cette valeur de 20% de teneur en coques dans le mélange broyé, lorsque ce mélange est introduit dans la trémie, les coques, au lieu d'être entraînées par la vis, ont tendance à remonter dans la trémie sous l'action de vis de plastification du fait probablement de leur faible densité ou masse volumique. Ce qui donne un extrudât non homogène et de mauvaise qualité. Par ailleurs il faut aussi noter la bonne senteur (odeur) qui se dégage durant les opérations d'extrusion et d'injection et qui est probablement liée à la fusion ou dégradation de certains enzymes ou composés contenus dans les coques de cotonnier.

2.3.2. Mise en forme par injection moulage

Elle correspond à la phase finale de l'élaboration de l'écomatériau.

L'injection moulage est un procédé très complexe de mise en forme de matières plastiques et d'écomatériaux dont l'étude bibliographique a décrit les paramètres principaux qui influencent les propriétés finales du produit. Au nombre de ces paramètres nous retiendrons dans cette étude :

- le profil de température la vis d'injection (vis de plastification)
- le moule (aspect conception)
- le dispositif de fermeture du moule et plus spécifiquement : la force de fermeture du moule.

Un profil de température adéquat au niveau de la vis d'injection ou de plastification doit permettre de fondre les granulés sans endommager la matière, notamment, les fibres végétales. Après un premier profil de température au tableau 27 dont les résultats n'ont pas été concluantes car la matière a brûlé, nous sommes parvenus à trouver la bonne combinaison de profil de température pour injecter par moulage les éprouvettes et échantillons de notre matériau. Ce profil de température est donné dans le tableau 28 ci-dessous.

Tableau 27 : profil 1 de température pour l'injection

	Vis							
Zone	1	2	3	4	5	6	7	8
Température (°C)	175	175	175	180	180	200	200	200

Tableau 28 : profil de température retenu pour l'injection

	Vis							
Zone	1	2	3	4	5	6	7	8
Température (°C)	175	175	175	180	180	180	180	180

Avec ce profil, différentes éprouvettes ont été injectées en vue des essais de caractérisation du matériau.

Il faut noter qu'au cours des essais sur la recherche de profil de température adapté, nous sommes tombés sur un cas de profil de température trop élevée et cela s'est traduit par une brûlure de la matière injectée dans le moule et la présence « d'un coup de feu ». Le coup de feu se présente sous l'aspect d'une tâche grise ou noire très localisée sur la pièce, cette dégradation locale rend parfois la matière un peu collante. Le coup de feu génère souvent un bruit sec parfaitement audible lors de l'injection. La Photo 21 du moule montre l'aspect de ce dernier après un coup de feu.

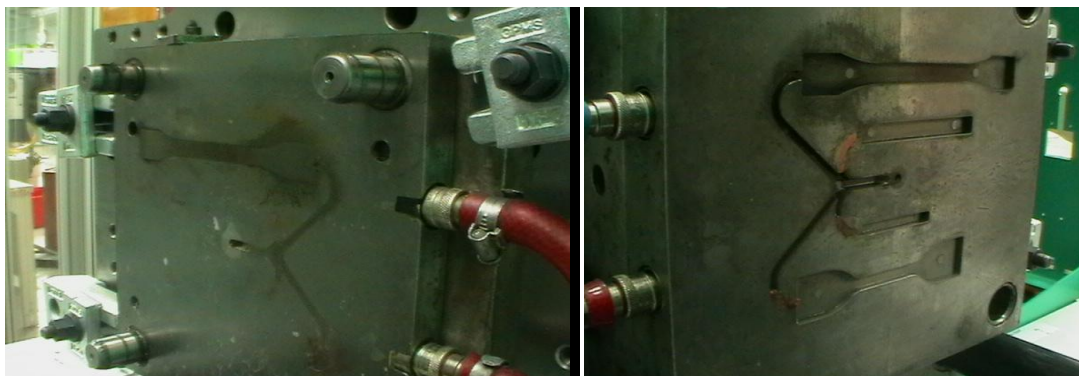


Photo 21 : Empreinte du moule suite « à un coup de feu »

Ce phénomène est dû au fait que durant le remplissage, les gaz, contenus dans l'empreinte ou produits par la matière, sont insuffisamment évacués. A la fin du remplissage, leur brusque montée en pression fait augmenter leur température,

provoquant la dégradation de la matière. Le mélange gazeux produit s'enflamme spontanément de manière explosive.

Le coup de feu se situe en général en fin de remplissage, sur la zone d'arrêt du front d'écoulement de la matière.

Les Causes possibles sont:

Machine / moule : Events insuffisants

Méthode : T° matière ou outillage trop élevées.

Vitesse d'injection trop élevée

Force de fermeture trop élevée

Milieu : Events colmatés (nettoyer le moule)

Dans notre cas c'est la température de matière qui était incriminée (trop élevée), et le choix d'un profil de température adapté a permis de résoudre le problème.

Le rôle du groupe de fermeture est de permettre de monter le moule sur la presse et de rendre possible son ouverture et sa fermeture.

Ce groupe comprend deux plateaux : l'un est mobile, l'autre est fixe. La partie mobile, peut se déplacer à des vitesses et courses très différentes. Le groupe sert aussi à appliquer la force de fermeture et à centrer les deux parties du moule lors de la fermeture.

La force de fermeture est la force nécessaire pour maintenir les deux parties du moule fermées pendant son remplissage sous haute pression. C'est un paramètre important pour la conduite efficace de l'injection.

Cette force, par conséquent, doit être plus grande ou au moins égale à celle qui résulte de l'application à l'intérieur du moule d'une pression de remplissage ou d'injection.

On peut donc écrire, en première approximation, en considérant que la pression dans l'empreinte est uniforme :

force de fermeture (kgf) \geq surface projetée (cm²) \times pression (kgf/cm² ou bar)

avec : 1 kgf \approx 10 N; 1 kgf/cm² \approx 10⁵ Pa.

Dans notre cas, la force de fermeture appliquée a été déterminée et vaut : 250 kN.

La dernière condition à remplir est le parfait guidage des deux parties du moule, qui doivent rester centrées l'une par rapport à l'autre non seulement lors de la rencontre

des plans de joint du moule mais aussi quand la répartition de la pression de remplissage n'est pas symétrique, ce qui pourrait avoir pour effet de déplacer une partie du moule par rapport à l'autre. Cette dernière exigence doit obligatoirement être prise en compte pendant la conception du moule par le concepteur.

En résumé les paramètres optimisés d'injection adoptés sont:

- Force de fermeture du moule : 250KN
- Profil de Température de la vis : 175/175/175/180/180/180/180/180.
- Temps de refroidissement : 40s
- Débit d'injection : $12\text{cm}^3/\text{s}$ (injection en un palier)
- Temps du cycle : 47,93s

On obtient les éprouvettes saines ci-dessous (photo 22) en vue de la caractérisation mécanique du matériau.



Photo 22 : Epreuves de traction

2.4. Conclusion

L'objectif visé dans ce chapitre était l'élaboration des panneaux de particules avec des tiges de bois de kénaf/cotonnier associées à la colle d'os d'une part, puis l'élaboration d'un matériau à partir des coques de cotonnier associées à du polystyrène recyclé d'autre part et l'optimisation des procédés de mise en œuvre de ces matériaux.

Tout d'abord, des panneaux de particules ont été produits et l'influence de quatre paramètres d'élaboration par thermopressage à savoir (la teneur en eau initiale, la température de thermopressage, la durée du thermopressage et le taux de liant) sur les propriétés des panneaux a été dégagée et les valeurs optimales de ces paramètres identifiées pour une mise en œuvre optimisée du procédé. Le chapitre 3 présentera la démarche optimisée de mise en œuvre adoptée, les panneaux obtenus et les résultats des tests de caractérisation de ces produits.

Ensuite, un matériau biosourcé constitué de coques de cotonnier comme renfort et de polystyrène recyclé comme matrice a été élaboré ; en s'attachant à montrer l'influence des paramètres d'élaboration tels que la vitesse de la vis d'extrusion, le profil de température du fourreau ainsi que la teneur en eau initiale de la matière d'œuvre à l'entrée de l'extrudeuse ; quant à l'injection, les paramètres étudiés étaient le profil de température et la force de fermeture du moule. L'influence de tous ces paramètres a été dégagée et les valeurs optimales ont été identifiées pour produire des éprouvettes et ensuite des produits finis conformément aux propriétés mécaniques attendues au regard de leurs domaines d'application.

Les résultats du processus optimisé pour réaliser le matériau ainsi que les résultats atteints sont présentés au chapitre 4.

CHAPITRE 3 : DEVELOPPEMENT ET CARACTERISATION DE PANNEAUX DE PARTICULES A BASE DE BOIS DE TIGES DE COTONNIER ET DE KENAF

Dans le chapitre précédent, les potentialités d'utilisation du liant colle d'os pour fabriquer des panneaux de particules ont été confirmées.

Dans l'esprit d'une démarche d'éco-conception, notre choix s'est porté sur ce liant naturelle (la colle d'os) dont nous avons étudié les potentialités pour remplacer les liants habituels conventionnellement d'origine synthétique et à actions toxique et nocive avérées comme le colle urée formaldéhyde.

Afin de poursuivre dans cette logique d'éco-conception, nous avons étudié la possibilité d'utiliser comme renforts des matières premières renouvelables issues de la biomasse non alimentaire (les tiges de kenaf et les tiges de cotonnier) dans le but d'atteindre les propriétés d'usages compatibles avec les applications visées telles que l'isolation thermique intérieure des habitations et maintenir un coût convenable.

Dans la phase d'élaboration des panneaux de particules, nous avons identifié et optimisé quatre paramètres qui influencent les propriétés finales du panneau lors du procédé de thermo pressage. Il s'agit de : la température de pressage, le taux d'humidité dans le mat, le taux de liant utilisé et la durée de pressage (la pression de pressage étant supposée constante dans notre étude).

Dans ce chapitre nous nous proposons d'élaborer des panneaux de particules suivant le procédé de mise en œuvre optimisé (utilisation des paramètres optimums identifiés) puis d'évaluer les propriétés physiques et mécaniques des panneaux dans le but d'une application comme panneau d'isolation thermique d'intérieur dans les habitations.

1. Matériels

1.1. Matières utilisées:

- **Matières premières végétales**

Deux matières premières lignocellulosiques sont utilisées dans ce travail pour la fabrication des panneaux de particules ; il s'agit du bois des tiges de kénaf sans écorce et du bois des tiges de cotonnier. Ces deux matières premières qui proviennent des déchets agricoles sont sources actuellement de pollution de notre environnement.

Le bois de tiges de kénaf

C'est l'une des matières premières lignocellulosiques utilisées dans ce travail pour la fabrication des panneaux de particules. C'est le bois de tiges non écorcé (photos 2 et 4) qui est utilisé dans notre travail car c'est ce dernier qui constitue les déchets agricoles abandonnés après extraction des écorces (fibres) pour le cordage. Il vient d'une plantation agricole dans la région de Bobo-Dioulasso.

Le bois de tiges de cotonnier

Les tiges de cotonnier sont également utilisées pour la fabrication des panneaux de particules en tant que matières premières lignocellulosiques et viennent également d'une plantation située dans la région de Bobo-Dioulasso. Le choix du bois de cotonnier s'explique par son abondance (première culture de rente et le Burkina est classé actuellement premier producteur africain de coton avec 630 000 tonnes de coton produit au titre de la campagne 2012-2013) et les problèmes environnementaux liés l'incinération de ces tiges par les agriculteurs dans les champs.

- **La colle d'os en perle**

La colle d'os est un produit obtenu par extraction des collagènes d'os, sous forme de gélatine. Elle est obtenue à partir des os de bœufs, de bovins, longuement bouillis, ensuite elle est filtrée et séchée sur les filets, pour être sous forme de plaque. On la

trouve plus souvent dans le commerce sous forme de perles d'où son nom de colle d'os en perles.

La colle d'os en perle est utilisé dans ce travail comme un liant non conventionnel pour fabriquer les panneaux de particules, elle est moins dangereuse pour l'environnement en raison de l'absence d'émission de formaldéhyde ou de substance nocive pendant les phases d'élaboration et d'utilisation des panneaux de particules. Elle a été acquise auprès de la société SOL CONFORT DECOR Sarl (société de construction et de distribution de matériaux de construction à Bobo, au Burkina Faso). Le tableau 29 donne sa composition.

Tableau 29 : Composition chimique de la colle d'os (A Y. Nénonéné, 2009)

Composants	Unités	Teneur (% de MS)
Matière minérale	(%)	2.54
Matière protéique brute	(%)	95.01
Formaldéhyde	(mg.kg ⁻¹)	230

1.2. Matériels d'élaboration

Les tiges de kénaf et de cotonnier sont hachées d'abord par une ensileuse puis broyées dans un broyeur à couteaux de marque rapid granulator (Photo 24). On obtient des particules plus fines dont les dimensions désirées sont calibrées à travers un tamis de mailles de 5mm.

Le dosage en masse des composants des panneaux de particules est assuré par une balance électronique dont la zone de pesée varie de 1g jusqu'à 5000g.

La mise en forme des panneaux est obtenu sur une thermopresse hydraulique manuelle de marque CARVER (photo25) dont les caractéristiques sont :

- pression maximale est de : 11 tonnes, à plateaux chauffants thermorégulés,
- équipé d'un moule carré de 300 mm (dimensions intérieures) de côté.

Un broyeur de marque **MARLEX** photo23 a servi à broyer la colle d'os en perle pour faciliter sa dissolution dans l'eau qui se fait dans une bouilloire électrique SAISHO.

Du papier cuisson est utilisé comme dispositif anti-adhésif et de lissage de la face du panneau pour tapisser l'intérieur du moule.

CHAPITRE 3 : DEVELOPPEMENT ET CARACTERISATION DE PANNEAUX DE PARTICULES A BASE DE BOIS DE TIGES DE COTONNIER ET DE KENAF

Enfin divers accessoires tels que des gants thermorésistants, un racleur, des pinces, un pied à coulisse et la verrerie de laboratoire sont également utilisés.



Photo23 : Broyeur Marlex de la colle d'os



Photo 24 : Broyeur à couteaux des particules



Photo 25 : Thermopresse hydraulique CARVER

1.3. Matériels de caractérisation

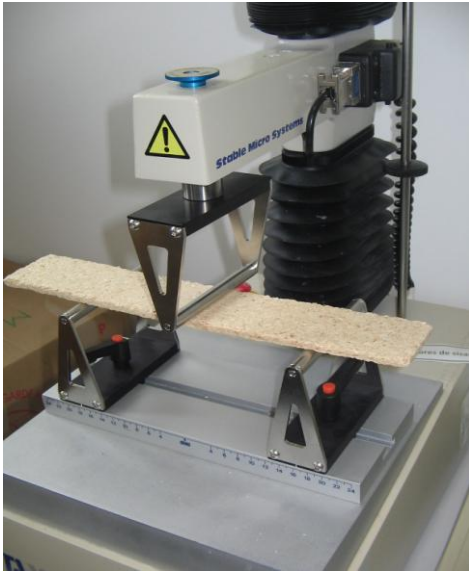


Photo 26 : Poste de flexion Texture analyser photo 27 : Microscope Nikon AZ100

- Une machine de flexion trois points texture analyser TxT2i (photo 26) avec une vitesse de chargement de 2 mm/s ; elle est équipée d'un logiciel d'acquisition automatique de données et de tracé des courbes. Il permet de faire l'enregistrement des différents points lors de la déformation des éprouvettes (photo 30-a et 30-b) au cours d'essais de flexion trois points et d'essais de traction.

1.4. Mesures thermiques

La conductivité thermique a été mesurée par la méthode de la plaque chaude gardée avec le dispositif ci-dessous conçu à cet effet dans le laboratoire (photo 28).

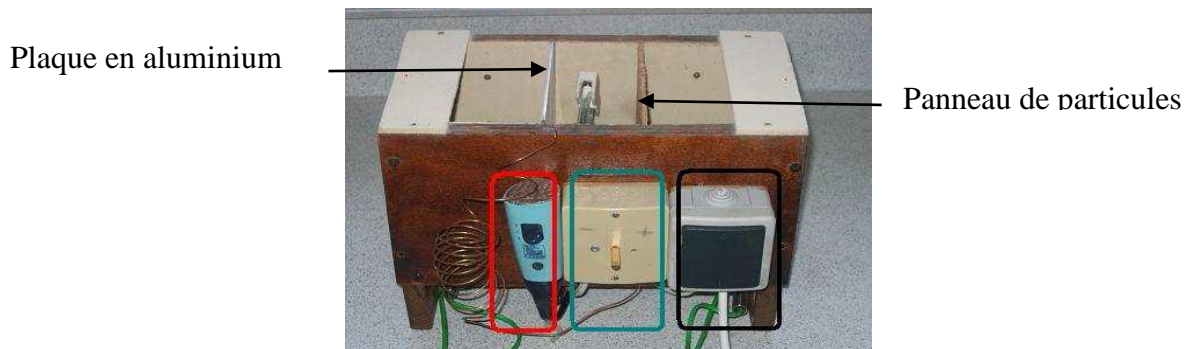


Photo 28 : Appareil de mesure de la conductivité thermique (λ).

La détermination des isothermes de d'absorption a été obtenue par la méthode gravimétrique dans une enceinte thermostatée avec l'utilisation de sept sels d'humidité

relative différente. Le panneau est placé dans une enceinte maintenue à température $T=30^{\circ}\text{C}$ constante et à humidité relative HR de l'air constante. L'échantillon est pesé à intervalle régulier jusqu'à ce que sa masse ne varie plus, il est alors en équilibre avec l'air à (T, HR). Connaissant sa masse humide, il suffit alors de déterminer sa masse sèche pour en déduire sa teneur en eau X, le couple (HR, X) fournit un point de l'isotherme de sorption ou de désorption.

2. Méthode

2.1. Méthode d'élaboration optimisée des panneaux de particules

2.1.1. Préparation des particules de kénaf (*Hibiscus cannabinus* L)

Les tiges de kénaf sont récoltées à maturité et séchées au soleil pendant deux semaines. Puis, Après extraction des écorces (fibres) qui représentent 65% de la masse totale, les tiges sont hachées par une ensileuse à maïs. Le bois haché est manuellement débarrassé des traces d'écorces, puis conservées à l'étuve à 70°C pendant 72 heures. Le taux d'humidité après séchage à l'étuve est de 7%. Ensuite les particules hachées sont broyées au broyeur à couteaux muni d'un tamis de maille de 5mm de diamètre pour donner ainsi un broyat.

2.1.2. Préparation des particules de cotonnier

Les tiges de cotonnier sont récupérées dans les champs puis séchées au soleil et mises directement à l'étuve pour le séchage à 70°C pendant 72 heures. Le taux d'humidité après séchage à l'étuve est de 7%. Les tiges sont ensuite grossièrement hachées puis convenablement broyées dans un broyeur à couteaux pour donner des particules.

2.1.3. Préparation du liant

La colle d'os en perles qui servira de liant pour le matériau, est broyée en poudre de fines graines grâce à un moulin à café Marlex. Elle est ensuite dissoute dans une masse déterminée d'eau préparée; cette masse d'eau correspond au taux d'humidité désiré

dans l'élaboration du panneau et est fixée à 11% dans notre étude. Cette masse d'eau est ensuite mélangée de façon homogène avec les particules broyées précédemment.

Préparation du mat (mélange particules liant à thermopresser)

Le mélange particules de tiges de cotonnier/kénaf + colle d'os a une masse totale notée M. Il est obtenu par ajout de la solution de la colle ou liant aux particules. L'ensemble est ensuite malaxé pendant 20 minutes au malaxeur **Laurent Perrier** pour obtenir un mélange homogène.

Le mélange obtenu est introduit par garnissage gravitaire manuel dans un moule carré préchauffé de 30cmx30cm. Le mélange dans le moule est alors tassé et la forme tassée obtenue est appelée mat. La température de préchauffage est celle à laquelle les panneaux sont pressés. Elle est fixée à 140°C.

2.1.4. Thermopressage des panneaux

Le moule (photo 29) préalablement préchauffé à la température de pressage est rempli par le mélange malaxé. Ce mélange est d'abord tassé dans le moule pour obtenir le mat. Ensuite le moule est replacé entre les plateaux chauffants de la thermopresse, puis une pression constante de 1,1 MPa est appliquée pendant un temps nécessaire appelé temps de pressage pour obtenir le panneau: c'est le **mode à un palier**. Le temps de pressage a été 20mn, pour une température de 140°C. Après la cuisson du panneau, celui-ci est démoulé, puis immédiatement pesée, étiquetée, son épaisseur mesurée et le temps de cuisson relevé. Il est ensuite conservé dans des emballages en plastique afin de limiter la reprise d'humidité.

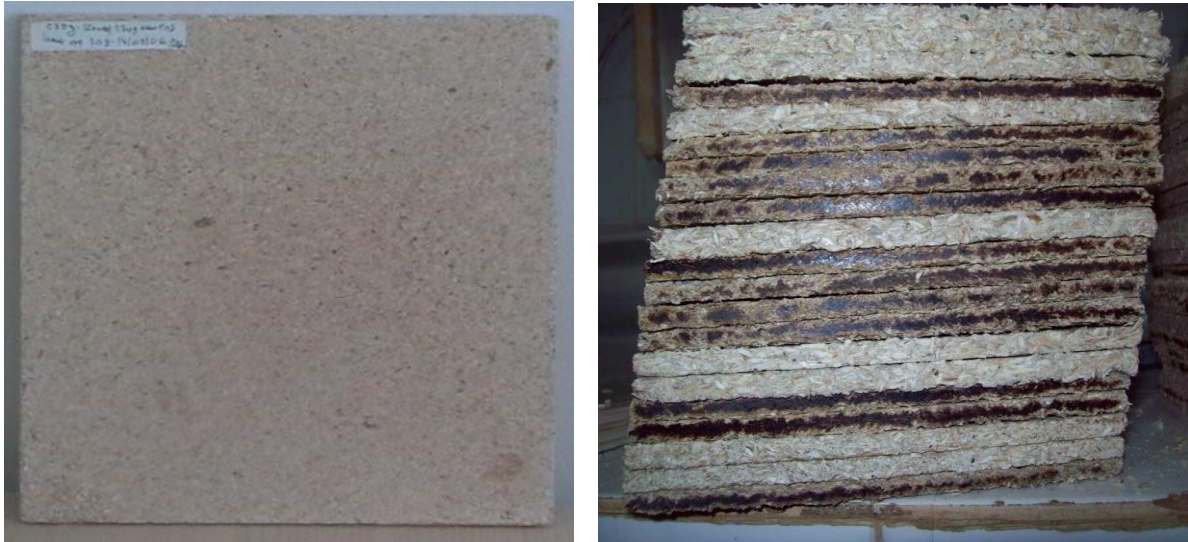


Photo 29 : Panneaux de particules thermopressés sains

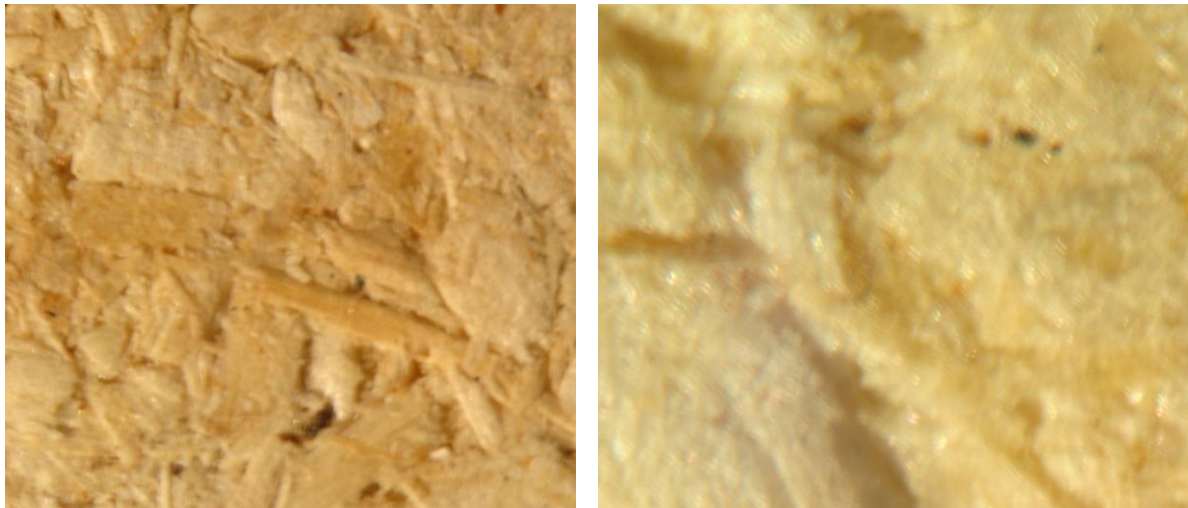


Photo 30-a : image surface panneau (x 5) Photo 30-b : image surface panneau (x 10)

2.1.5. Caractérisation des panneaux de particules de kénaf/cotonnier

Le poids de chaque plaque est d'environ 240g et de dimensions 30x30x5mm.

La masse volumique du panneau est calculée par le rapport masse de la plaque/volume de la plaque.

- ✓ Le gonflement est déterminé par l'augmentation de l'épaisseur de la plaque après 2 heures et 24 heures d'immersion totale dans l'eau.
- ✓ Le module d'élasticité en flexion (MOE) et le module de rupture en flexion ou résistance à rupture en flexion (MOR) et le module de traction (MOT) sont déterminés selon la norme NF EN 310 à l'aide du banc d'essai TAXi Analyser.

CHAPITRE 3 : DEVELOPPEMENT ET CARACTERISATION DE PANNEAUX DE PARTICULES A BASE DE BOIS DE TIGES DE COTONNIER ET DE KENAF

- ✓ La conductivité thermique est obtenue par la méthode de la plaque chaude gardée
- ✓ Et enfin des isothermes d'absorption ont été déterminées par la méthode gravimétrique.

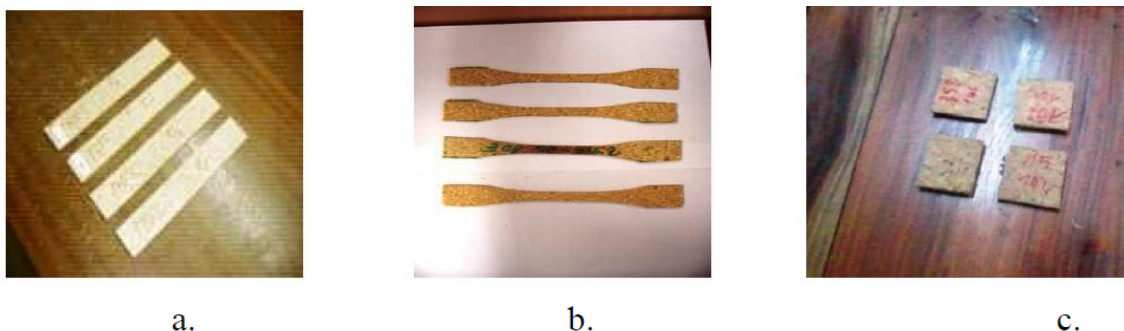


Photo 31 : Eprouvettes pour essais de flexion (a), de traction (b) et le gonflement dans l'eau (c)

3. Résultats de la mise en œuvre optimisée des panneaux de particules et discussion.

L'observation de la surface d'un panneau au microscope optique est donnée par les photos (29-a et 29-b) : on constate une bonne répartition des particules qui sont disposées de façon aléatoire dans l'échantillon et la présence du liant entre les joints dans les espaces inter-granulaires.

Le tableau 30 donne les caractéristiques physiques et mécaniques des panneaux de particules élaborés avec les paramètres optimaux dégagés par l'étude.

Tableau 30 : Résumé des propriétés des panneaux élaborés avec les paramètres optimisés.

Désignation du panneau	Module d'élasticité			Contrainte rupture			Gonflement dans l'eau (%)		Epaisseur e (mm)	Densité ρ (kg.m ⁻³)	Conductivité Thermique λ (W/m.K)
	MOE (Mpa)	S	CV (%)	MOR (Mpa)	S	CV (%)	Après 2h	Après 24h			
<i>Panneau en tige de kenaf</i>	2230,5	48,8	0,4	19,90	0,20	1,00	42	180	4,98	639,37	0,066
<i>Panneau en tige de cotonnier avec l'écorce</i>	1757,49	27,3	0,7	15,52	0,32	1,42	38.5	168	4,85	660,225	0,067

On remarque d'abord que la densité moyenne des deux types de panneaux est supérieure à la valeur préconisée par la norme ANSI A208.1, 1999 qui est de 550 MPa pour l'utilisation des panneaux de faible densité obtenus avec la résine UF. Cette densité est de 660,225 MPa pour le panneau en tige de cotonnier avec écorce et de 639,37 MPa pour le panneau en tige de kénaf.

On note aussi que les modules d'élasticité en flexion ou module de Young MOE sont de 1757,49 MPa et 2230,5 MPa respectivement pour le panneau en tige de cotonnier et celui en tige de kénaf. Ces valeurs sont supérieures à celles préconisée par la norme ANSI A 208.1, 1999, qui se situe à 550 MPa.

On constate également que les modules à la rupture (MOR) sont respectivement de 15,52 MPa et 19,90 MPa pour le panneau en tige de cotonnier et le panneau en kénaf contre 10 MPa valeur préconisée par la norme ANSI A 208.1, 1999.

L'activité de l'eau dans le panneau est représentée par la courbe des isothermes de d'absorption ci-dessous.

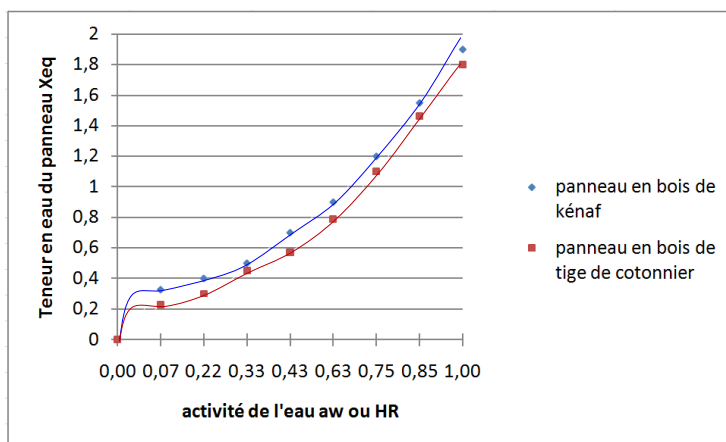


Figure 58. Isothermes d'absorption des panneaux de kénaf/cotonnier

On observe que les panneaux sont très sensibles à l'activité de l'eau ce qui confirme les résultats de gonflement des panneaux.

Les coefficients de conductivité thermique mesurés sont $\lambda=0,066$ W/m.k pour le panneau en tige kénaf et $\lambda=0,0667$ W/m.k pour le panneau en tige de cotonnier. Ces valeurs sont en dessous de la valeur exigée par la norme qui est fixée à $\lambda=0,12$ W/m.k : par conséquent ces panneaux sont conformes aux exigences de la norme pour ce paramètre.

Enfin le gonflement à l'eau est respectivement de 42% après 2h d'immersion et 180% après 24h d'immersion pour le panneau en tige de kénaf et de 38,5% après 2h d'immersion et 168% après 24h d'immersion pour le panneau en tige de cotonnier contre 8% après 24h valeur préconisée par la norme ANSI A 208.1, 1999.

4. Conclusion

L'objectif principal de cette partie était d'élaborer des panneaux de particules avec des tiges de kénaf et de cotonnier en utilisant un liant naturel (la colle d'os) en opérant avec des valeurs optimales des paramètres d'élaboration. Ensuite de déterminer les caractéristiques mécaniques des panneaux élaborés en vue d'une application pour l'isolation thermique intérieure d'habitation.

Dans un premier temps, tous les panneaux ont été élaborés dans les conditions prescrites c'est-à-dire en respectant les paramètres optimums identifiés et retenus.

Par la suite nous avons évalué les propriétés physiques et mécaniques des panneaux réalisés.

Une comparaison des résultats obtenus avec les valeurs des propriétés des panneaux exigées par la norme ANSI A 208.1 1999 a été faite. Elle montre que nos panneaux respectent ces exigences à l'exception du paramètre de gonflement à l'eau qui n'est pas satisfaisant car les valeurs obtenues (38,5% et 42%) sont largement supérieures à la valeur préconisée par la norme AINSI A 208.1 1999 qui est de 8% après 2heures d'immersion d'eau. Par conséquent les panneaux ne pourront être utilisés que dans un environnement sec.

Or dans un environnement humide, des échanges peuvent se faire entre ce milieu et le panneau compte tenu non seulement de la structure poreuse du panneau mais aussi à cause de l'affinité que les bois de kénaf et du cotonnier ont avec l'eau comme l'atteste l'isotherme d'absorption à la figure 58. En étude bibliographique nous avons vu qu'un des modes de transfert d'humidité possible dans les panneaux de particules est la diffusion de la vapeur d'eau même si les autres transferts n'existent pas où sont négligés. C'est pourquoi nous nous proposons d'évaluer à travers une modélisation numérique au chapitre 5, la contribution de ce mode de transfert (par diffusion) et son importance dans le panneau.

CHAPITRE 4 : DEVELOPPEMENT ET CARACTERISATION D'UN COMPOSITE A MATRICE EN POLYSTYRENE RENFORCE DE COQUES DE COTONNIER

Les possibilités de fabriquer un matériau composite à matrice polystyrène et les potentialités d'améliorer ses propriétés mécaniques en lui incorporant des fibres végétales ont été étudiées et révélées aux chapitre 2 et 3. Toujours dans le but de nous inscrire dans une démarche d'éco-conception, nous avons opté d'utiliser des matières renouvelables et dans une perspective d'atteindre des propriétés d'usages compatibles avec les applications visées et maintenir un coût convenable.

Dans un premier temps, nous explorerons la possibilité pour la formulation d'un écocomposite à renforts de fibres végétales suivant différents dosages de coques de cotonnier.

Ensuite, nous étudierons les conditions de la mise en œuvre industrielle de la solution retenue.

Enfin, Les propriétés physiques, mécaniques et thermiques des composites éprouvettes incluant différents dosages de coques de cotonnier seront ensuite déterminées, en vue d'une application de type isolation d'intérieur assurant une fonction d'isolation, ou une fonction technique avec un cahier des charges pour divers produits tels que, boîtier d'ordinateur portable, de coques d'iphone.

Pour cela, nous présenterons les résultats des essais de préfabrication de couvercles à l'échelle industrielle.

1. Matériels

1.1. Matières premières

- *Les résidus d'égrenage ou coques de cotonnier*

Les résidus d'égrenage proviennent de l'usine d'égrenage Bobo II de la SOFITEX. Cette usine d'une capacité de 150 000 tonnes, produit environ 45 000 tonnes de résidus d'égrenage par an. La masse volumique des coques de cotonnier est de 0.61

g/cm³. Les coques de cotonnier sont utilisées à l'état brut mais débarrassées de la poussière, des cailloux ainsi que les autres contaminants.

- *Le Polystyrène recyclé pour la matrice du composite*

Le polymère utilisé pour la matrice des matériaux composites est un Polystyrène recyclé. Il est issu de la récupération de matériel d'emballage et autres produits plastiques collectés à travers la ville de Bobo-Dioulasso. Il représente une quantité importante délaissée dans la nature. Sa masse volumique est de 0,77 g/cm³, son module d'élasticité (E) est de 800 MPa et son élongation à la rupture est de 25,52% selon la procédure ASTM D638. Il a une température de fusion de l'ordre de 200°C.

- *Le mélange*

La masse volumique du mélange obtenu (Polystyrène recyclé + Coques de cotonnier) est de 0,61g/cm³. Le taux d'humidité du mélange obtenu : pour l'élaboration d'un échantillon de 3,502g, on apporte 0,26g d'eau soit un taux d'humidité de 7%. À partir de ce mélange, trois échantillons de composites ont été produits avec respectivement un ratio massique en coques de cotonnier de 10%, 15% et 20%.

1.2. Appareils utilisés

1.2.1. Four pour séchage

Le four utilisé pour le séchage des coques de cotonnier et des granulés est de marque LTH. Il a été réglé à environ 90°C pendant 24 heures. Sa température maximale est de 1000°C.

1.2.2. Microscope

Le microscope pour les photos des fractures des échantillons est un microscope optique Nikon Multizoom AZ100 équipé d'une camera U-S3 permettant l'acquisition des images.

1.2.3. Broyeur mélangeur

Le broyeur utilisé pour le broyage et le malaxage du mélange coques de cotonnier et

polymère est un broyeur à couteaux de marque Rapid Granulator.

1.2.4. Alimentateur de polymère (la matière)

L'alimentateur de polymère utilisé pour alimenter l'extrudeuse en mélange Polystyrène + Coques de cotonnier est un alimentateur gravimétrique (trémis de remplissage).

1.2.5. Extrudeuse

L'extrudeuse utilisée pour le mélange du polymère et des coques de cotonnier est une extrudeuse bi-vis corotative de marque Leistritz et de modèle ZSE-27 (L/D - 40).

1.2.6. Granulateur

Le granulateur utilisé pour transformer l'extrudât en granulés est de marque Conair et de modèle model 304. Il a été opéré à des vitesses variant entre 1,20 et 4,50m/s.

1.2.7. Presse à injection

La presse à injection utilisée pour mouler les éprouvettes et échantillons est une presse à injection de marque ARBURG 370 S 700-70. La presse a été réglée à une température de 180°C et à une pression de 2500 bars.

Elle a une force de fermeture de 700KN et est muni d'un système d'éjection hydraulique avec un diamètre de la vis 150mm et 180mm ; Sa puissance électrique est de 15 KW.

1.2.8. Appareil pour la mesure de la masse volumique

L'appareil utilisé pour les tests de masse volumique est un pycnomètre de marque Mettler TOLEDO conformément à la NORME : NF T 51 063 – B.

1.2.9. Balance d'humidité pour la mesure de l'humidité dans le mélange

L'appareil utilisé pour la mesure de l'humidité du mélange est une balance de marque Mettler TOLEDO.

1.2.10. Appareils pour les tests de résistance à la traction et à la flexion

Les appareils utilisés pour les tests mécaniques de traction et de flexion sont de marque TXAi, EXPONENT STABLE MICRO SYSTEMS LTD et TA-XT2i Texture

Analyser. Pour les essais de traction et de flexion, une vitesse de l'ordre de 1 mm/min a été utilisée. Les résultats présentés en traction et en flexion sont les moyennes ainsi que les écarts-types pour les cinq répétitions des essais mécaniques.

1.2.10.1. Traction

Les essais mécaniques de traction ont été réalisés sur l'appareil de marque TXAi, EXPONENT STABLE MICRO SYSTEMS LTD (photo 32).

Les essais réalisés portent sur 5 échantillons d'éprouvettes normalisées élaborés par injection et qui ont été étirés jusqu'à la rupture à température ambiante. La vitesse de déplacement utilisée est de l'ordre de 1 mm/min afin d'avoir suffisamment de points. Les caractéristiques des éprouvettes utilisées sont les suivantes : longueur : 150mm, largeur : 10mm et d'épaisseur : 4mm.

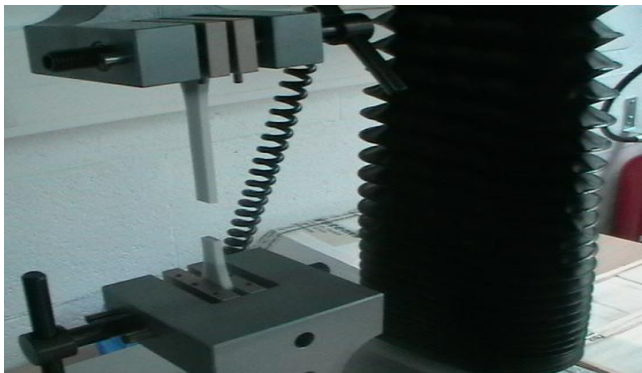


Photo 32 : machine de traction

1.2.10.2. Flexion

Les essais mécaniques de flexion ont été réalisés sur l'appareil de marque TA-XT2i TEXTURE ANALYSER (photo 33).

Les essais réalisés portent sur 5 échantillons d'éprouvettes normalisées élaborés par injection. La vitesse de déplacement utilisée est de l'ordre de 1 mm/min afin d'avoir suffisamment de points.

Les caractéristiques des éprouvettes sont les suivantes : longueur : 150mm, largeur : 10mm et d'épaisseur : 4mm.

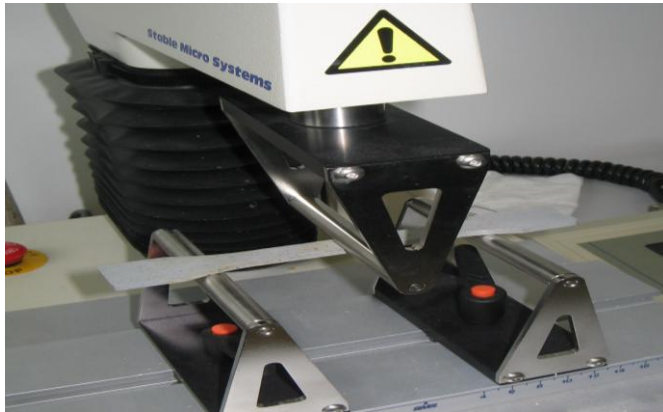


Photo 33 : machine de Flexion

1.2.10.3. Appareil pour les analyses de résistance à la torsion

Les essais mécaniques de torsion ont été réalisés sur le banc de torsion de marque Torsiomat C10 (photo 34).

Les essais réalisés portent sur 5 échantillons d'éprouvettes normalisées élaborés par injection. La vitesse de déplacement utilisée est de l'ordre de 1 mm/min afin d'avoir suffisamment de points.

Les caractéristiques des éprouvettes utilisées sont les suivantes : longueur : 150mm, largeur : 10mm et d'épaisseur : 4mm.



Photo 34 : Machine de torsion

1.2.10.4. Appareil pour les analyses de résistance à l'impact

L'essai mécanique d'impact a été réalisé en utilisant les normes ASTM pour un essai d'impact de type Puits de chute. L'appareil utilisé pour faire l'entaille est de marque Dynisco et de modèle ASN 120-m. Les entailles faites sont normées selon la norme ASTM D256, soit d'une profondeur de 2,54 mm avec un angle de 22,5 degrés. Par la suite, les essais d'impact ont été réalisés à l'aide d'une machine d'essai d'impact de marque INSTRON et d'une capacité de 10 KN (photo 35). Au total une dizaine

d'échantillons rectangulaires de dimensions 12,7 mm par 125 mm de longueur ont été fracturés à température ambiante. Les échantillons pour la détermination de la résistance en impact ont tout d'abord été entaillés afin de faciliter la rupture. Les résultats de la résistance à l'impact sont les moyennes ainsi que les écarts types des répétitions pour chaque composite.



Photo 35 : Machine d'impact

2. Méthodes

2.1. Préparation de la matière première

Les coques de cotonnier et le Polystyrène sont tout d'abord broyés ensemble afin de réduire leur dimension à l'aide d'un broyeur à couteaux de marque rapid granulator. Au cours de cette opération le mélange obtenu est séparé de la poussière et des autres contaminants.

Trois mélanges broyés (Polystyrène+ Coques de cotonnier) ont été élaborés dans les proportions suivantes en vue de la réalisation des trois échantillons de composites à l'aide d'une balance (photo36) :

- **Mélange 1 :** {
 - Coques de cotonnier : 720g soit 20% de la masse totale
 - Polystyrène recyclé : 2880g soit 80% de la masse totale




- **Mélange 2 :** {
 - Coques de cotonnier : 540g soit 15% de la masse totale
 - Polystyrène recyclé : 3060g soit 85% de la masse totale

CHAPITRE 4 : DEVELOPPEMENT ET CARACTERISATION D'UN COMPOSITE A MATRICE EN POLYSTYRENE RENFORCE DE COQUES DE COTONNIER

- Mélange 3 :
 - Coques de cotonnier : 360g soit 10% de la masse totale
 - Polystyrène recyclé : 3240g soit 90% de la masse totale

Les masses volumiques des matières premières ont été déterminées au pycnomètre conformément à la norme NF T 51 063 – B comme l'indique le tableau 31.

Tableau 31 : détermination de la masse volumique au pycnomètre

		MESURE DE LA DENSITE AU PYCNOMETRE		NORME : NF T 51 063 – B
CONDITIONS D'ESSAI		CARACTERISTIQUES MATIERE Fournisseur :		
Température de l'eau :		Désignation : coques de cotonnier		N° de lot :
$\rho_{eau} = 1 \text{ g/cm}^3$		Forme :		
m_1 : masse de l'eau seule		m_2 : eau+Matière	m_3 : matière dans l'eau	
				
	Echantillon N°1	Echantillon N°1	Echantillon N°1	Densité
m_1	108.33	108.87	108.79	$d = \frac{m_2 - m_1}{m_2 - m_3}$
m_2	110.59	111.53	111.01	
m_3	107.49	107.36	107.34	$d = \frac{m_2 - m_1}{m_2 - m_3}$
				Masse volumique
				$\rho = d \cdot \rho_{eau}$
d	0,72	0,68	0,65	$d_{moyenne} = 0,66$
ρ	g/cm^3	g/cm^3	g/cm^3	$\rho_{moyen} = 0,66$
Données fournisseur :				
Dérive/fournisseur : %				
Dérive accepté par le client : %				
Résultat :	Conforme		Non conforme	

✓ Masse volumique coque de cotonnier = 0,61 g/cm³

- ✓ Masse volumique Polystyrène recyclé = $0,79\text{g/cm}^3$
- ✓ Masse volumique mélange (Polystyrène recyclé + Coques de cotonnier) = $0,66$
- Taux d'humidité : elle a été déterminée une balance d'humidité (photo 36).

0,26g d'eau dans un échantillon de 3,502g soit un taux d'humidité de 7%



Photo 36 : Balance d'humidité

2.2. Elaboration des granulés : extrusion et granulation

L'élaboration des granulats s'effectue sur une extrudeuse où la matière première (mélange PS_R +Coques de cotonnier) est tout d'abord chauffée à 175°C par une vis sans fin (Température de fusion de la matière) puis injecté dans une filière. La vitesse de la vis est de 90trs/mn. On obtient un profilé rond de diamètre environ 3mm à la sortie de la filière qui est refroidi par de l'eau puis séché à l'air et découpé sous forme de granulés par un couteau sur un granuleur.

2.2.1. Paramètres pour l'extrusion

Une extrudeuse bi-vis de type Leistritz ZSE 27/40D a été utilisé pour mélanger le Polystyrène et les coques broyés et ensuite produire des granulés. Les conditions opératoires utilisées sont illustrées au tableau 32. L'extrudeuse possède huit zones de températures et le profil de température utilisé dans notre travail est le suivant : 170, 170, 170, 170, 175, 175, 175 et 175°C commençant avec la zone d'alimentation du mélange et finissant avec la filière. Le matériau extrudé (à la sortie de la filière) est refroidi dans un bassin d'eau puis découpé en granulés par un granuleur de marque

Conair.

Tableau 32 : Conditions de mise en œuvre des composites sur l'extrudeuse

Coques de coton + Polystyrène (% poids)	Vitesse des vis (RPM)	Profil de température de la vis	Teneur en eau du mélange
0	120	170/170/170/170/175/175/175/175	
10	90	170/170/170/170/175/175/175/175	7%
15	90	170/170/170/170/175/175/175/175	7%
20	90	170/170/170/170/175/175/175/175	7%

2.2.2. Montage pour l'extrusion

La photo 37 présente le montage utilisé lors de l'extrusion. On distingue le dispositif d'alimentation, la vis d'extrusion, le bassin de refroidissement et le granulateur.

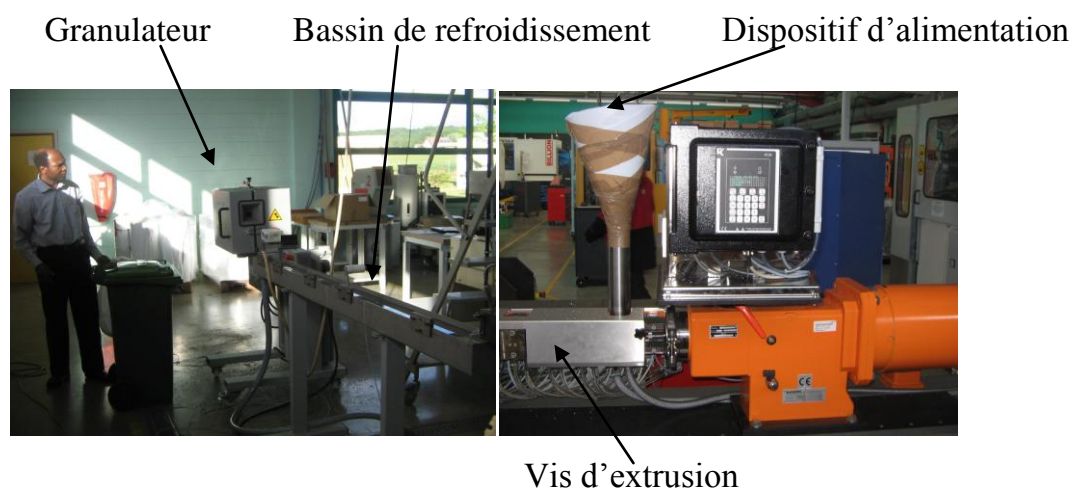


Photo 37 : Montage de l'extrusion

2.3. Mise en forme par injection - fabrication des éprouvettes et des échantillons du matériau composite Biosourcé

Les granulés de composites obtenus précédemment ont été utilisés pour produire des

CHAPITRE 4 : DEVELOPPEMENT ET CARACTERISATION D'UN COMPOSITE A MATRICE EN POLYSTYRENE RENFORCE DE COQUES DE COTONNIER

échantillons d'éprouvettes requises sur une presse à injection hydraulique de marque ARBURG 370 S 700-70 (photo 38) dont les caractéristiques techniques sont données au tableau 33.



Photo 38 : Presse à Injecter



Photo 39 : Eprouvettes de traction

Tableau 33 : Caractéristiques techniques de la presse à injection hydraulique Arburg 370 S 700-70

Puissance	150 KW
Vitesse d'injection maimale	366 mm/s
Force de fermeture maximale	700 KN
Débit d'injection maximale	25 cm ³ /s
Volume d'injection	3 à 15 cm ³ /s
Température d'injection maximale	400°C

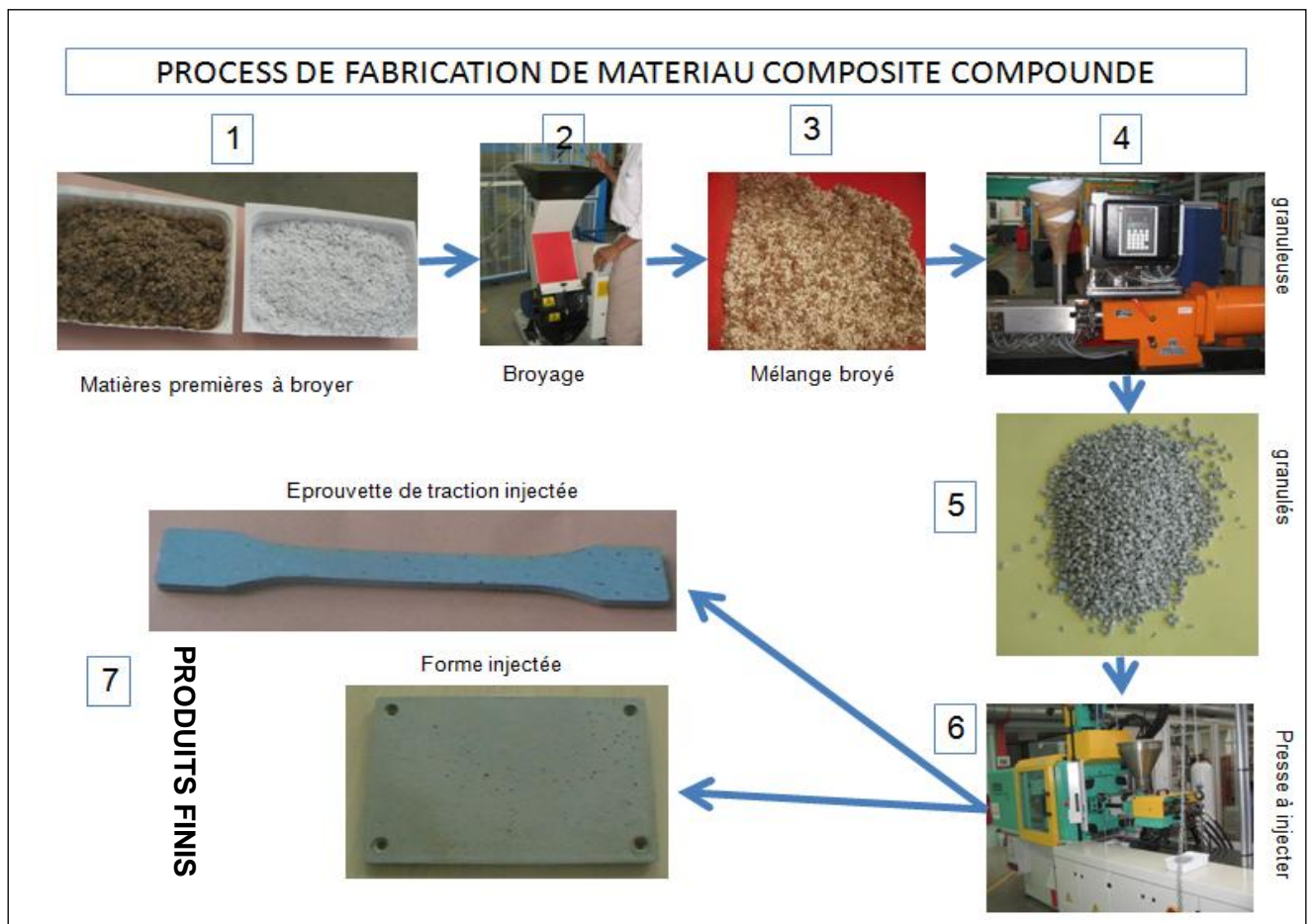
les éprouvettes élaborées, (photo 39) sont utilisées par la suite dans les différents essais mécaniques. On peut ainsi produire des pièces de formes différentes selon les moules utilisés. Les pièces ont été élaborées avec les paramètres de mise en œuvre suivants :

- Force de fermeture utilisée: 250KN

CHAPITRE 4 : DEVELOPPEMENT ET CARACTERISATION D'UN COMPOSITE A MATRICE EN POLYSTYRENE RENFORCE DE COQUES DE COTONNIER

- Temps de refroidissement : 40s
- Débit d'injection : $15\text{cm}^3/\text{S}$ (injection en un palier)
- Temps du cycle : 47,93s
- Profil de Température de la vis : 175/175/175/180/180/180/180/180.
- Température de refroidissement du moule : 50°C

Process optimisé retenu pour l'élaboration de l'écomatériau.



Différentes étapes du process de fabrication du matériau biosourcé

2.4. Caractérisation mécanique (flexion-traction-torsion-impact)

3. Résultats

3.1. Micrographie de la structure des composites élaborés

Des photos prises au microscope optique Nikon AZ100 permettent d'observer

CHAPITRE 4 : DEVELOPPEMENT ET CARACTERISATION D'UN COMPOSITE A MATRICE EN POLYSTYRENE RENFORCE DE COQUES DE COTONNIER

l'apparence des fibres dans les différents échantillons de composites. La photo 40 représente la surface typique d'un échantillon fracturé par l'essai d'impact. Sur cette image on constate qu'à une concentration faible de fibres (10%), la surface est relativement lisse et peu de fibres sont exposées à l'interface. Plus les concentrations augmentent, plus les surfaces deviennent plus rugueuses et davantage de coques sont observées à l'interface. On constate une orientation plus aléatoire des coques et ce qui explique l'amélioration des propriétés mécanique

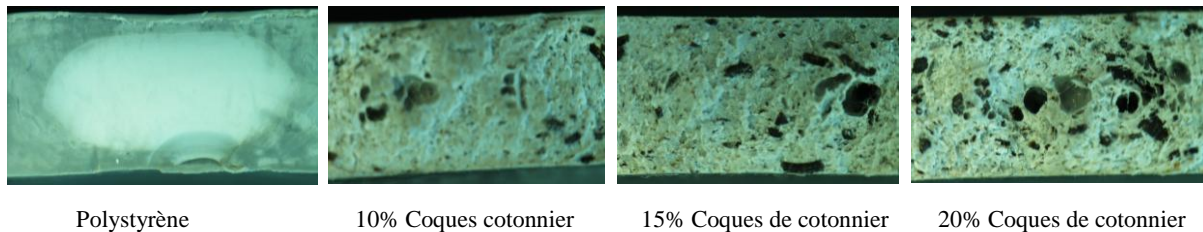
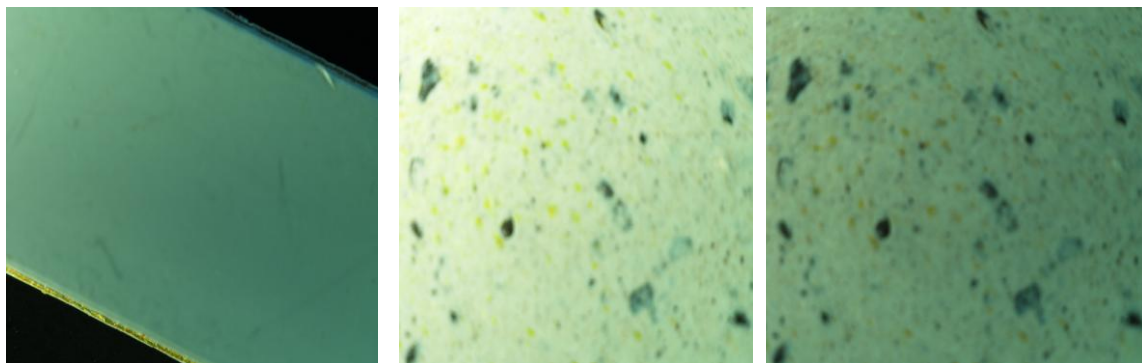


Photo 40 : Images de la structure interne du matériau au microscope Nikon AZ100 pour 0%, 10%, 15% et 20% de coques de cotonnier



Surface du Polystyrène seule injecté

surface des composites injectés

Photo 41 : observation au microscope des surfaces des produits injectés

La photo 41 indique les surfaces du polystyrène et du composite observées au microscope optique.

On observe la présence des fibres et coques ainsi que leur répartition, qui auront non seulement une influence sur le taux volumique, mais aussi une action directe sur les propriétés mécaniques du composite et sur son anisotropie.

Remarque 1 : la disparité des valeurs des propriétés trouvés lors des 5 essais pratiqués

CHAPITRE 4 : DEVELOPPEMENT ET CARACTERISATION D'UN COMPOSITE A MATRICE EN POLYSTYRENE RENFORCE DE COQUES DE COTONNIER

sur la même type d'échantillon sont imputables à la répartition des fibres dans la structure confirmant ainsi les conclusions de (MORTON, 1989), qui stipulent que les mauvaises répartitions spatiales (ou dispersions) des charges dans la matrice (constitution d'agrégats, zone dépourvue de charge, zone dite de gomme occluse), présentées à la figure 40, affectent directement les propriétés mécaniques, favorisant des zones pauvres en renfort et diminuant nettement la résistance du composite.

Remarque 2 : en outre, comme les propriétés du composite résulte de la géométrie des charges caractérisées par leur forme, leur taille et leur orientation notamment dans le cas des fibres. C'est l'ensemble de ces paramètres qui influencent les propriétés du composite, et donc explique le fait que les résultats des différents essais sont tous différents pour le même type échantillon.

3.2. Résultats des essais mécaniques

Les résultats des différents essais mécaniques sont résumés dans les tableaux (34 à 37). Les figures sont également présentées dans cette partie pour comparaison et discussion ultérieures.

Tableau 34 : Résultats des mesures de masse volumique et de l'essai de flexion

	Masse volumique (g/cm ³)				Flexion			
					Module E (Mpa)			
	0%	10%	15%	20%	0%	10%	15%	20%
	0,765	0,689	0,68	0,67	800	1770,260	1771,480	1771,480
	0,82	0,718	0,64	0,621	812	1770,060	1771,500	1771,500
	0,79	0,659	0,6721	0,598	790	1770,690	1771,660	1771,520
	0,799	0,663	0,65235	0,615	821	1770,790	1771,100	1771,450
	0,697	0,676	0,607	0,6089	802	1771,060	1771,020	1771,460
Ecart type (S)	0,047	0,024	0,029	0,028	11,874	0,406	0,277	0,029
Valeurs moyennes	0,794	0,701	0,68029	0,66258	805	1770,572	1771,352	1771,482
Valeurs de (E spécifique) : Es=E.ρ⁻¹					1013,853	2525,780	2603,818	2673,612

CHAPITRE 4 : DEVELOPPEMENT ET CARACTERISATION D'UN COMPOSITE A MATRICE EN POLYSTYRENE RENFORCE DE COQUES DE COTONNIER

Tableau 35 : Résultats de l'essai de traction

TRACTION												
Module Et (Mpa)				Contrainte maximale (Mpa)				Déformation à la rupture (%)				
0%	10%	15%	20%	0%	10%	15%	20%	0%	10%	15%	20%	
27,750	29,75	30,7	30,85	4,058	16,701	18,110	18,257	25,0420965	3,313	2,702	2,132	
27,000	29,85	30,8	30,78	5,002	17,150	18,045	18,347	25,9575707	3,311	2,704	2,135	
26,510	29,6	30,5	30,5	4,026	16,887	18,041	18,349	26,7995008	3,341	2,714	2,122	
27,200	30	30,98	30,65	4,089	17,253	18,045	18,347	24,9584027	3,312	2,703	2,131	
24,950	30,82	30,4	30,81	5,02	17,150	18,047	18,247	24,8844426	3,313	2,705	2,142	
Ecart type (S)	1,065	0,479	0,232	0,143	0,523	0,227	0,030	0,053	0,83302829	0,013	0,005	0,007
<i>Valeurs moyennes</i>	26,682	30,004	30,676	30,718	4,439	17,028	18,058	18,309	25,5283694	3,318	2,706	2,133
Valeurs spécifiques	33,604	42,801	45,092	46,361	5,590	24,291	26,544	27,632				

Tableau 36 : Résultats de l'essai de torsion

Torsion				
module coulomb G (MPa)				
	0%	10%	15%	20%
	0,3	0.3041	0.3102	0,410
	0,309	0.299	0.409	0,399
	0,298	0.3298	0.4198	0,430
	0,3899	0.2899	0.3999	0,4310
	0,3078	0.3078	0.4178	0,4350
	0,3001	0.3101	0.4342	0,4026
Ecart type (S)	0,065	0,079	0,232	0,143
Valeurs moyennes	0,317	0,312	0,321	0,341

Tableau 37 : Résultats de l'essai d'impact

	IMPACT							
	Module (MPa)				Résistance à l'impact (J/m ²)			
	0%	10%	15%	20%	0%	10%	15%	20%
	18,257	18,110	16,701	16,701	23,4	19,257	18,110	14,701
	18,347	18,045	17,150	16,91	24	20,347	17,000	15,150
	18,349	18,041	16,887	16,887	23,2	18,349	16,041	14,887
	18,347	18,045	17,253	16,253	23,6	19,347	18,045	17,253
	18,247	18,047	17,150	16,15	23,4	18,247	17,047	14,150
Ecart type (S)	0,053	0,030	0,227	0,4227	0,303	0,856	0,857	1,190
Valeurs moyennes	18,309	17,858	17,028	16,5802	23,520	19,109	17,249	15,228

3.2.1. Masse volumique

La figure 59 et le tableau 34 présentent les valeurs des masses volumiques pour chaque concentration de coques de cotonnier dans les composites.

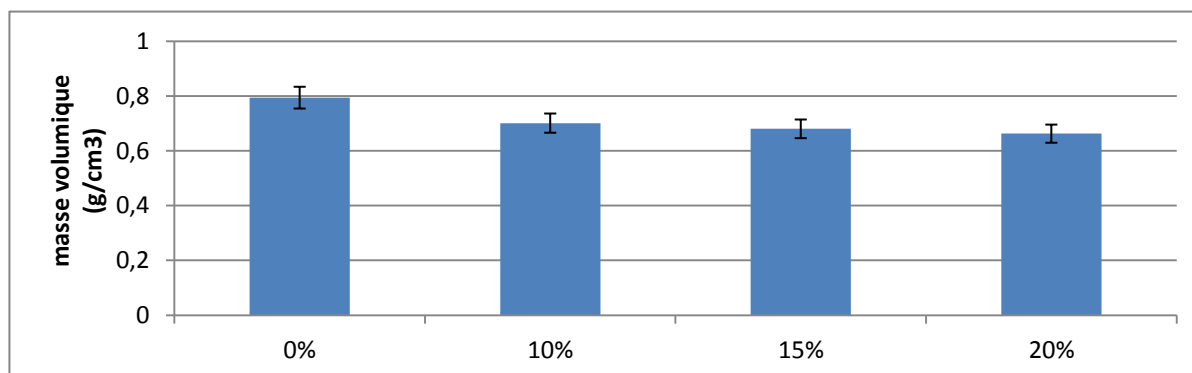


Figure 59. Evolution de la masse volumique des échantillons en fonction du taux de coques de cotonnier

On compare si la teneur en fibres dans les composites a un effet sur la masse des composites. Pour la matrice seule, la moyenne de la masse volumique est d'environ 0,79g/cm³, tandis qu'à 10% de charge en coques la moyenne est de 0,701g/cm³. Elle diminue à 0,680g/cm³ pour 15% et à 0,662g/cm³ pour 20% de coques de cotonnier. La teneur en coques de cotonnier possède donc un effet sur la masse volumique. L'effet de la diminution de la masse volumique selon la concentration des coques de cotonnier se reflète directement sur les propriétés mécaniques.

Habituellement, pour une masse volumique plus élevée, les propriétés mécaniques

devraient être plus intéressantes. Cependant, ceci n'est pas toujours valide, puisque dans certains cas il peut être intéressant de réduire la masse du composite, autant pour le transport que pour le domaine de l'emballage. Dans ce dernier cas, c'est la masse volumique spécifique qui nous intéresse c'est-à-dire ρ_s avec $\rho_s = \rho/m$.

3.2.2. Traction

3.2.2.1. Module de traction

Les figures 60, 61 et le tableau 35 présentent les valeurs des modules de traction pour chaque concentration de coques de cotonnier dans les trois composites élaborés.

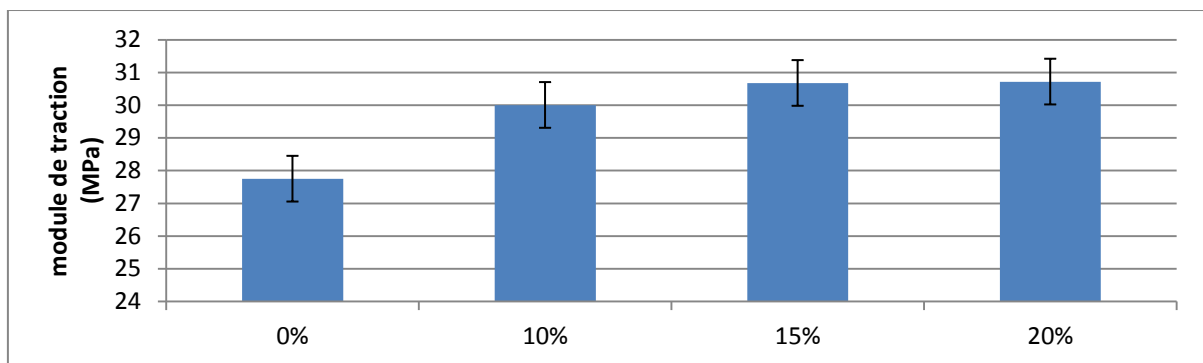


Figure 60. Module de traction pour les composites avec 10%, 15% et 20% de coques de cotonnier

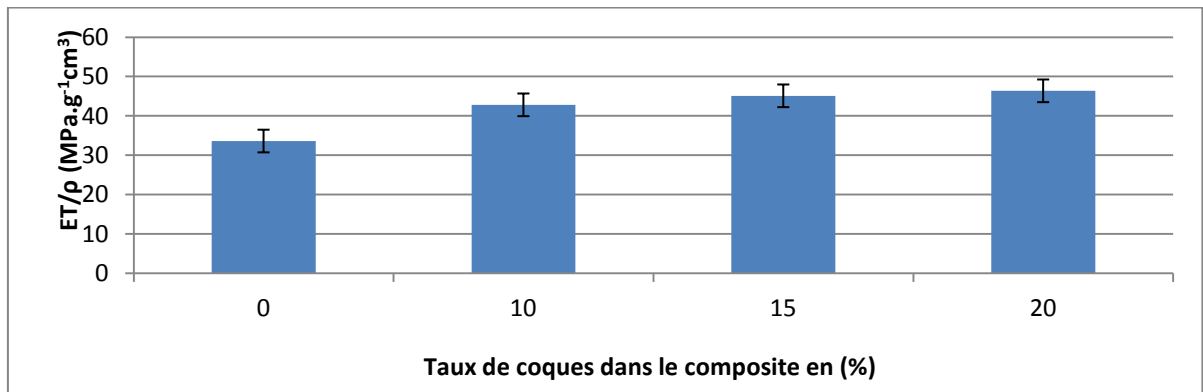


Figure 61. Module spécifique de traction pour les différents composites

Le module de traction augmente avec l'ajout de coques. Les coques aident donc la matrice polymère à résister à une contrainte en traction. L'amélioration des propriétés mécaniques est peu significative, puisque pour une valeur de 20% en coques, le module augmente d'environ 5 MPa. Cela traduit que les coques de cotonnier à l'instar des fibres, ont une meilleure résistance en traction que les polymères. On remarque que le module de traction varie très peu avec l'augmentation de la concentration en

coques de cotonnier (30 MPa pour 10% à 30.67 MPa pour 20%). Aussi on observe que l'ajout des coques de cotonnier dans le polymère fait passer le module de traction de 27.58 MPa pour 0% de coques de cotonnier à 30.67 MPa pour 20% de coques de cotonnier soit une augmentation d'environ 3 MPa.

3.2.2.2. Contraintes maximales à la traction

Les Figure 62, 63 et le tableau 35 présentent les valeurs des contraintes maximales (contraintes maximales spécifique) de traction pour chaque concentration de coques de cotonnier dans les trois composites élaborés.

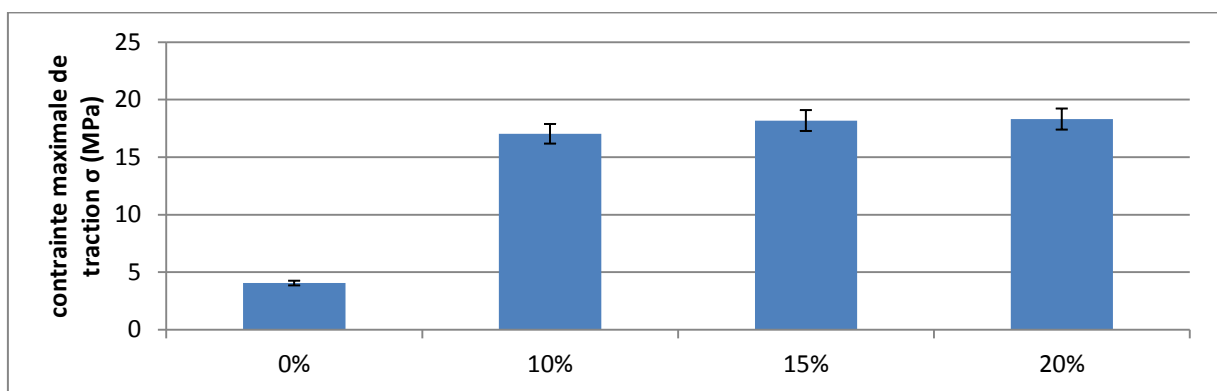


Figure 62. Contrainte maximale pour les composites avec 0%, 10%, 15% et 20% de coques de cotonnier.

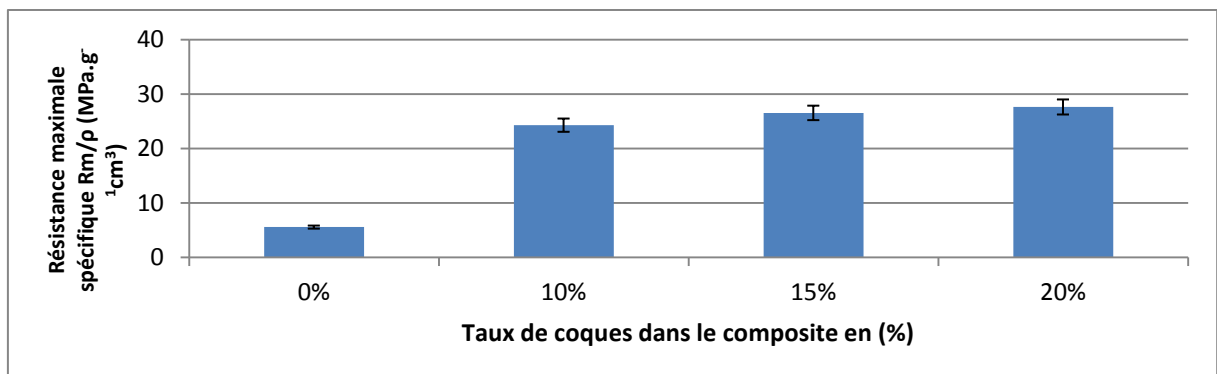


Figure 63. Contrainte maximale spécifique dans les composites

Tout comme les modules en traction et flexion, la valeur de la contrainte maximale augmente avec l'augmentation de la concentration en fibres. Ceci est dû au fait que c'est la fibre (coques de cotonnier) qui présente la meilleure résistance et communique cette propriété au composite. C'est pour cette raison que le composite possède une contrainte maximale plus élevée que le polymère seul. Cette théorie est prouvée puisque le Polystyrène recyclé possède une contrainte maximale de 4,439 MPa selon

le tableau 35, tandis que la fibre de coton se situe à environ 18 MPa. L'ajout des coques de cotonnier à 20% dans le polymère fait augmenter la résistance de 4 à 18 MPa soit 14 MPa. On remarque que la contrainte maximale varie très peu avec l'augmentation de la concentration en coques de cotonnier (16 MPa pour 10% à 18MPa pour 20%).

3.2.2.3. *Elongation à la rupture*

La Figure 64 et 65 et le tableau 35 présentent l'allongement à la rupture pour chaque concentration de coques de cotonnier dans les composites

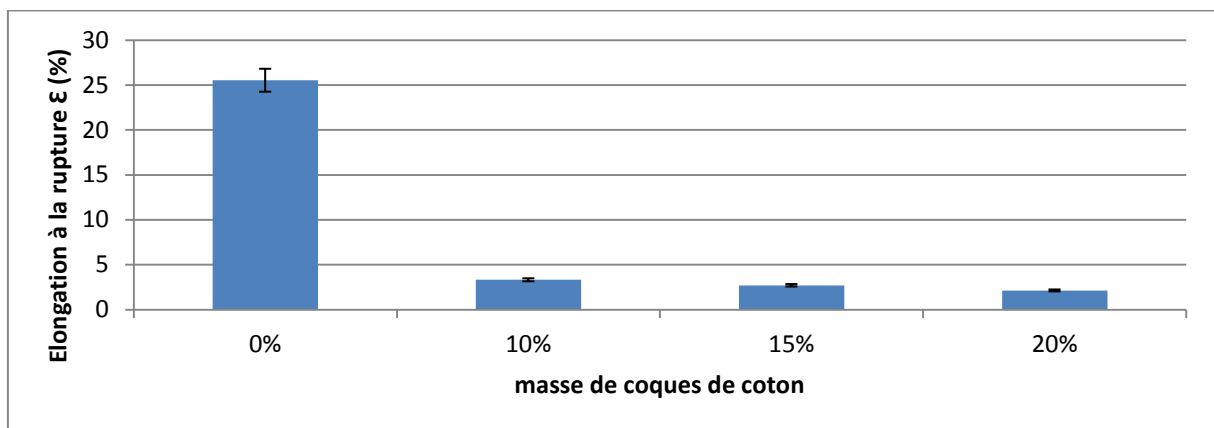


Figure 64. Elongation à la rupture pour les composites avec 0%,10%, 15% et 20% coques de cotonnier.

Similairement à la masse volumique, la valeur de l'élongation à la rupture chute radicalement lorsque de la fibre est introduite dans le polymère. La fibre végétale a un faible allongement avant rupture ; lorsqu'elle est introduite dans le polymère, les actions de sollicitations sur le matériau sont transmises par la matrice à la fibre, et comme la fibre végétale a un faible allongement avant rupture, c'est pour cela que l'allongement à la rupture du matériau diminue. C'est pour cette raison que les valeurs passent d'environ 25,52% pour 0% de coques à 3,318% pour 10% de coques et à 2,133% pour 20% de coques.

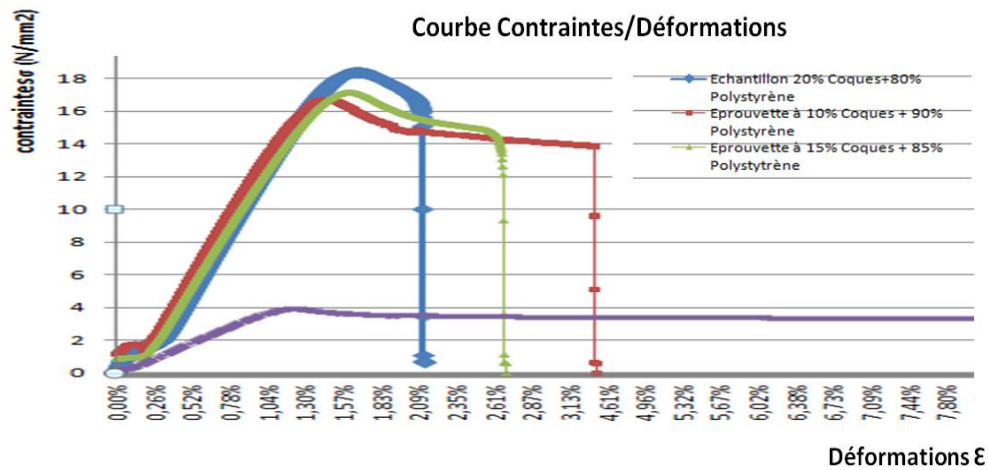


Figure 65. Evolution de la contrainte de traction σ sur les 3 échantillons élaborés

3.2.3. Flexion 3 points (NORME NF EN ISO 178)

3.2.3.1. Module élastique de flexion (E)

Les figures 66, 67 et le tableau 34 présentent les valeurs du module de flexion (module spécifique) de flexion pour chaque concentration de coques de cotonnier dans les composites.

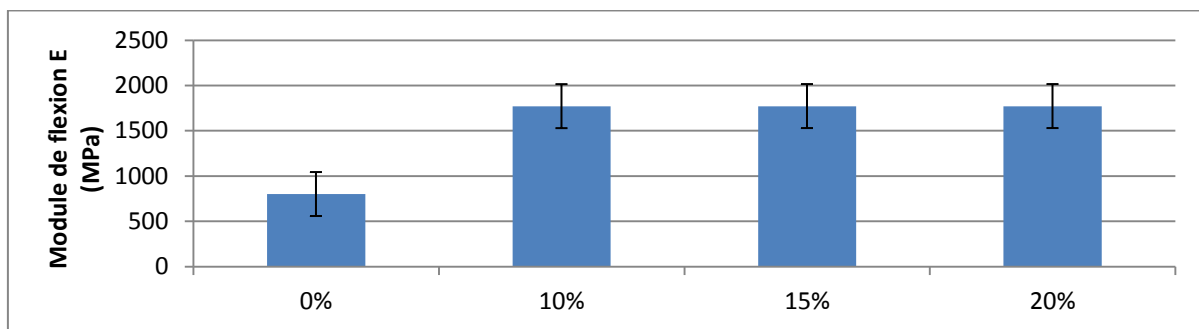


Figure 66. Modules de flexion pour les composites avec 0%, 10%, 15% et 20% de coques de cotonnier.

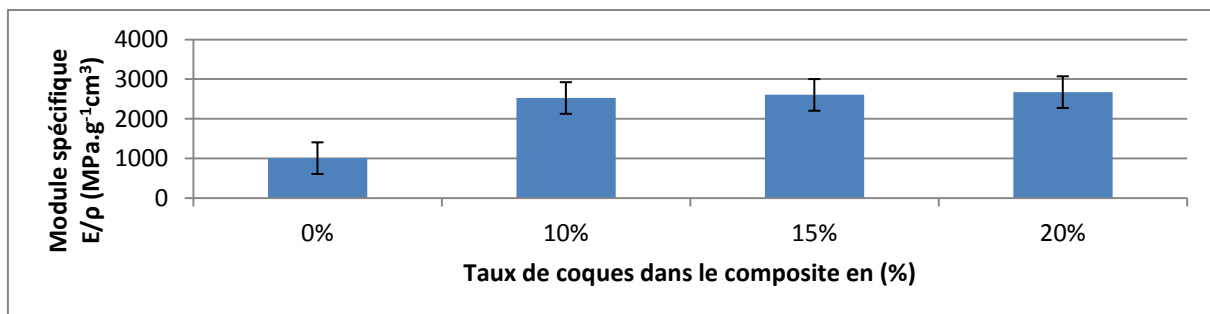


Figure 67. Evolution du module spécifique suivant le taux de coques dans le composite

Tout comme la valeur module de traction, la valeur du module de flexion augmente avec l'ajout de coques de cotonnier (fibres). La fibre aide la matrice polymère à résister à une contrainte en flexion. L'amélioration des propriétés mécaniques est significative, puisque pour une valeur de 20% en coques, le module augmente d'environ 960 MPa. En effet, les fibres sont reconnues pour avoir de meilleures résistances en flexion que les polymères. On remarque que le module de flexion varie très peu avec l'augmentation de la concentration en fibres (coques de cotonnier) : il est de 1770,572 MPa pour 10%, 1771,352 MPa pour 15% et 1771,482 MPa pour 20%. Aussi on observe également que l'ajout des fibres dans le polymère fait passer le module de flexion de ce dernier de 805 MPa à 1771,482 MPa pour 20% de coques de cotonnier soit une augmentation de 960 MPa.

3.2.4. Essai d'impact (NORME NF EN ISO 458-1)

Les Figures 68, 69 et le tableau 37 donnent les valeurs de la résistance et la résistance spécifique à l'impact dans les composites.

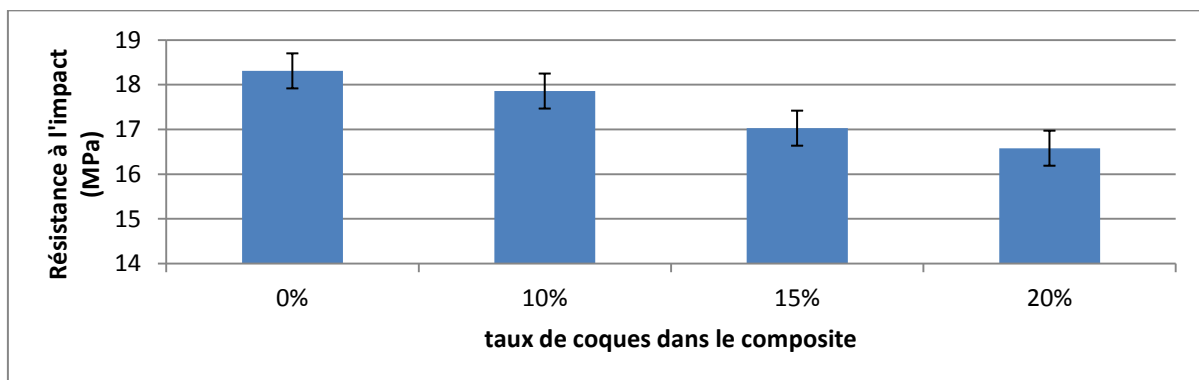


Figure 68. Résistance à l'impact pour les composites avec 0%, 10%, 15% et 20% de coques de cotonnier.

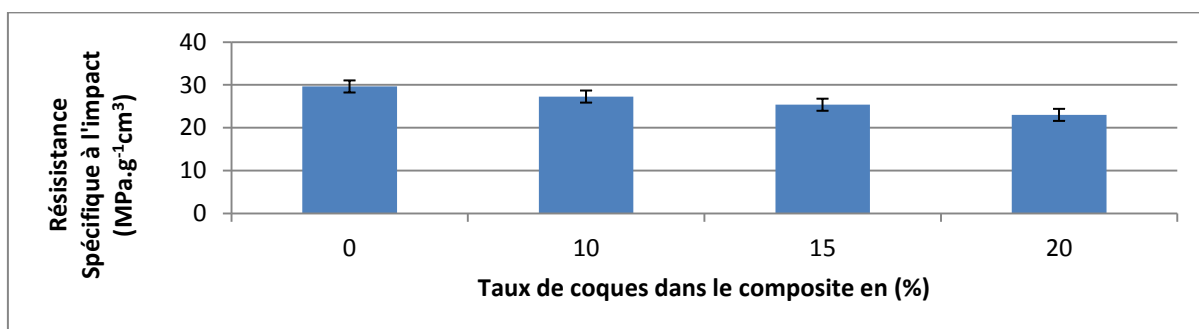


Figure 69. Evolution de la résistance spécifique selon le taux de coques dans le composite

Contrairement aux autres propriétés mécaniques précédentes, la valeur de la résistance à l'impact est plus complexe à analyser. En effet, le polymère seul possède une bonne capacité à absorber l'énergie sans se briser. Cependant, lorsque de la coque de cotonnier (fibre) est ajoutée au polymère, la fibre amène une certaine rigidité et permet de résister. Le matériau perd en résilience et gagne alors en rigidité.

3.2.5. Essai de torsion (NORME NF EN ISO 458-1)

Le tableau 36 et les figures 70 et 71 présentent les valeurs des résultats de l'essai de torsion suivant la concentration en fibres dans le composite.

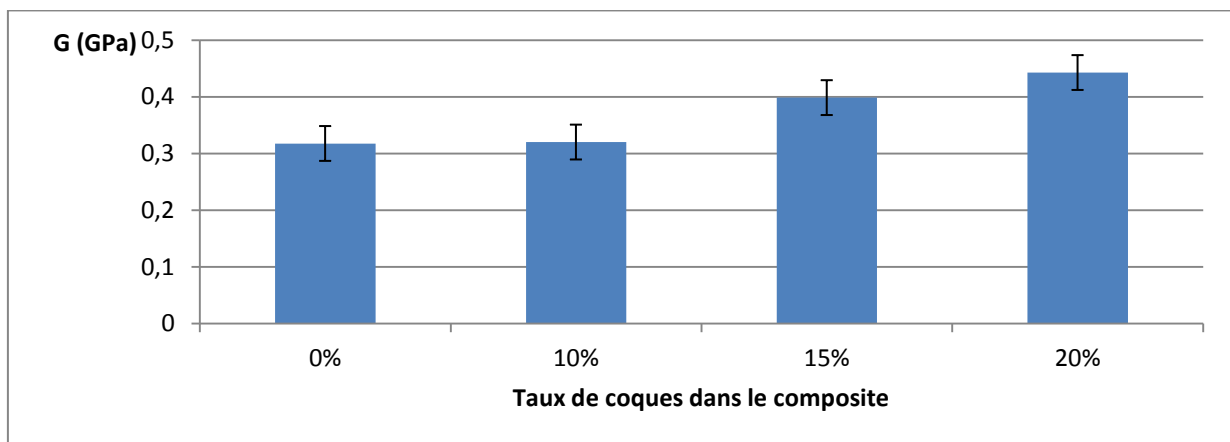


Figure 70. Evolution du module de Coulomb en fonction du taux de coques

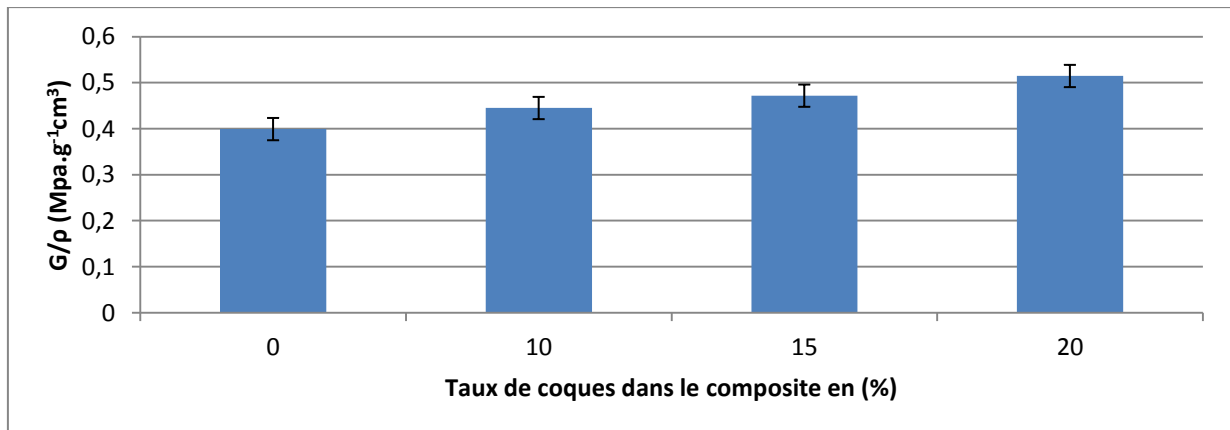


Figure 71. Evolution du module spécifique de Coulomb en fonction du taux de coques

A partir des valeurs de E et ν du matériau on peut calculer G à partir de la formule :

$$G = \frac{E}{2(1+\nu)} ; \text{ on trouve } G = 0,43 \text{ GPa soit } 430 \text{ MPa.}$$

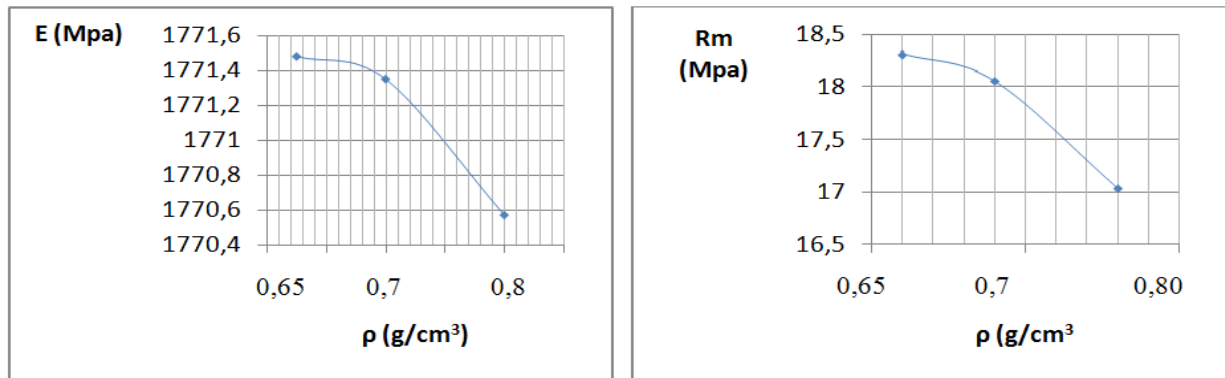


Figure 72. Variation du module d'Young E et de la contrainte à la rupture Rm en traction du composite en fonction de sa masse volumique ρ

La figure 72 montre l'influence de la masse volumique du composite c'est-à-dire l'influence du taux de fibre sur le module de Young et sur la contrainte à la rupture en traction du composite polystyrène/coques de cotonnier.

La répartition des fibres, qui aura non seulement l'influence que nous venons de voir sur le taux volumique de fibres, mais aussi une action directe sur les propriétés mécaniques du composite et sur son anisotropie. Ainsi on atteint de bonnes propriétés mécaniques avec de faibles densités du matériau car la résistance spécifique et le module spécifiques sont élevés. Les tableaux 38 et 39 ci-dessous donnent les valeurs des propriétés spécifiques du matériau ainsi que d'autres matériaux dans un souci de comparaison.

Tableau 38 : propriétés spécifiques de quelques matériaux

Matériau	Masse volumique en (g/cm ³)	Module de Young E (GPa)	Résistance à la rupture Rm en (MPa)	Module Spécifique (E/ ρ)	Résistance Spécifique (Rm/ ρ)
Diamant		1000			
Acier	7,9	210	340-2100	26,9	43-270
Aluminium		70			
Fibre de verre	2,35	72	700-2100	28.5	1380
Fibre de carbone	1,9	300			
Polystyrène recyclé	0,77	0,800	4,439	1,039	5,76
PS+coques de cotonnier	0,662	1,771	18	2,9	29,50
PS+Chanvre					
Polystyrène choc	1,03	1,6-2,500	16-36	4-6	17,47

Tableau 39 : tableau comparatif des propriétés de l'écocomposite (PS recyclé+coques de cotonnier) et d'autres matériaux.

Matériau	Masse volumique g/cm ³ (ISO 1183)	E Flexion (MPa) (ISO 178)	Rm (MPa) (ISO 527-2)	Impact IZOD (KJ/m ²) ISO 180	Allongement (%) (ISO 527-2)
PS standard (cristal)	1,05	2900	35 à 48	-	2 à 3
PS choc	1,04	1600 à 2500	16 à 36	4 à 6	20 à 60
Copolymère choc SB	1,01	1000 à 1200	18	20 à 26	≥ 200
PS recyclé	0,77	800	4,44	23,52	25,52
PS recyclé + coques de coton (10% à 20%)	0,66	1770 à 1771,48	17,02 à 18	15,22 à 19,11	2,13 à 3,30

4. Discussions

Trois matériaux échantillons ont été élaborés avec des taux de fibres de 10%, 15% et 20%.

4.1. Analyse des propriétés mécaniques

chaque propriété mécanique sera analysée de façon individuelle. En effet, les effets observés sur l'élongation maximale ne seront pas les même que pour le module en flexion par exemple. Néanmoins, il n'y aura aucune analyse sur la masse volumique puisqu'elle n'a pas d'impact direct sur le classement des composites. Quelquefois, on peut chercher un matériau léger, tandis que pour d'autres cas, un matériau plus dense et plus résistant pourrait être souhaité (Joshi, S.V., Drzal, L.T., Mohanty, A.K., Arora, S. 2003).

En général, un des objectifs recherchés par l'ajout de fibres est d'obtenir de bonnes propriétés mécaniques tout en diminuant sensiblement le coût du composite puisque la fibre naturelle coûte habituellement beaucoup moins chère que le polymère. C'est pourquoi le choix sera surtout fait pour les composites à plus haute concentration de fibres autorisée par le procédé même si nous avons travaillé avec une matière première de coût nul.

4.1.1. Flexion

Tout d'abord, on constate que la présence des fibres (coques de coton) améliore

significativement le module élastique de flexion et offrir ainsi une bonne résistance à la flexion, avec une concentration de 20%. Ce résultat est en accord avec celui de Mechraoui et coll. (Mechraoui et al., 2007) où la taille des fibres était variée et les fibres plus courtes et plus petites offraient des propriétés mécaniques plus faibles. En effet, à cette concentration, les interactions fibre-fibre sont beaucoup plus élevées. Comme mentionné plus haut, il est intéressant de travailler à des concentrations plus élevées de fibres ici 20% de fibre afin de diminuer les coûts au maximum. Cependant, ces résultats ne demeurent valides que dans les conditions utilisées.

4.1.2. Impact

Pour ce qui est des propriétés d'impact, l'analyse est un peu plus complexe. Il ne s'agit pas d'avoir, une augmentation de la résistance du composite à cette contrainte, on constate que l'ajout des fibres diminue la capacité du matériau à résister au chocs. Le matériau devient alors rigide. Il doit y avoir un compromis entre ductilité et rigidité (Yuanjian et al., 2007). En effet, le polymère vierge possède une bonne capacité à absorber l'énergie. Les composites trop rigides ne posséderont pas une bonne résistance à l'impact puisqu'ils sont très fragiles.

4.1.3. Traction

Pour les propriétés du composite en traction, l'analyse des résultats se fera de deux façons différentes. La première concerne le module et la seconde porte sur la résistance maximale à la rupture et l'élongation. Dans le cas du module de traction, ce résultat corrobore celui de (Yamamoto et al., 2005) où l'ajout de fibres augmente le module et donc la rigidité. Tandis que pour les deux autres propriétés, c'est plutôt le caractère plastique du composite qui prédomine. En ajoutant le taux des fibres dans le composite, l'élongation maximale diminue. Enfin on constate que la contrainte maximale augmente lorsque le taux de fibre augmente. Ce résultat est en contradiction avec celui de (Wambua et al., 2003) où la contrainte maximale diminue lorsque le taux de fibres augmente.

En résumé, le meilleur matériau en traction dans notre cas, est sans aucun doute celui élaboré avec une concentration en fibres de 20%. Encore une fois, tout comme la

flexion et l'impact, les résultats demeurent valides que pour les conditions utilisées.

On constate que le module d'élasticité augmente avec le taux de fibres dans le matériau. Les valeurs de E sont respectivement de 1770,30 MPa, 1771,352 MPa et 1771,487 MPa pour 10%, 15% et 20% de coques de cotonnier au cours de l'essai de flexion. De même on note que les contraintes à la rupture (R_r), augmentent avec le taux de fibres dans le matériau. Elles sont respectivement de 17,028 MPa, 18,058 MPa et 18,309 MPa pour 10%, 15% et 20% de coques de cotonnier. Par contre la déformation du matériau diminue quand le taux de fibres augmente avec respectivement des valeurs de déformations ε de 3,7%, 2,6% et 1,9% pour les teneurs précédentes.

En outre, on remarque une très bonne corrélation des différentes courbes de traction de notre matériau notamment dans le domaine élastique. Le module d'élasticité du matériau ($E=1771,34$ Mpa) est supérieur à celui du Polystyrène recyclé ($E=805$ Mpa) qui a été également déterminé dans les mêmes conditions par l'essai de flexion. Ce qui traduit une amélioration des propriétés de résistance du matériau. La résistance mécanique à la rupture est également améliorée ($R_r = 18,309$ MPa pour le matériau à 20% contre 17,028 MPa pour le Polystyrène seul). Dans le domaine plastique, l'allongement pour cent est réduit : il est de 1,9% pour le matériau élaboré à 20% en coques, contre 25,52% pour le Polystyrène recyclé.

Par ailleurs, on note que le module d'élasticité du matériau varie très peu quand le taux de fibres dans le matériau augmente, ce qui traduit que le module élastique n'est pas fonction de la quantité de taux de fibres dans le matériau, alors que la contrainte maximale dans le matériau augmente avec le taux de fibres.

Ce comportement du matériau traduit bien la présence des fibres dans le matériau qui permettent ainsi d'améliorer certaines propriétés mécaniques du matériau initial comme la résistance maximale, le module d'élasticité et par contre, on observe une dégradation d'autres comme l'allongement pour cent avant rupture et la résilience. On constate aussi une réduction du domaine plastique dans le matériau. Ainsi le composite réalisé n'a plus un comportement plastique comme le matériau initial

(Polystyrène).

Enfin, l'observation de la structure du matériau élaboré au microscope Nikon Multizoom AZ100, révèle une disparité d'orientation et de répartition des fibres qui sont cependant parfaitement noyées dans la matrice polymère (du Polystyrène) comme le montre les photos 40 et 41.

5. Conclusion

L'objectif de ce chapitre était d'élaborer un matériau biosourcé à partir du Polystyrène recyclé et de coques de cotonnier, puis de déterminer ses propriétés physiques telles la masse volumique, les modules d'élasticité (en flexion, en traction et en torsion), les contraintes à la rupture en traction en flexion et par impact pour des perspectives d'applications diverses telles que la fabrication de pièces d'isolation thermique, d'habillage intérieur de voitures, des coques de portables cellulaires, d'ordinateurs.

Trois matériaux composites témoins ont été réalisés à cet effet par injection plastique et leurs propriétés physiques et mécaniques déterminées. Il s'agit :

- des échantillons réalisés avec 10% de coques de cotonnier et 90% de Polystyrène recyclé
- des échantillons réalisés avec 15% de coques de cotonnier et 85% de Polystyrène recyclé
- des échantillons réalisés avec 20% de coques de cotonnier et 80% de Polystyrène recyclé

Les résultats expérimentaux sur les dispositifs de fabrication limitent le taux en fibres maxi (coques de cotonnier) dans le matériau à 20% pour élaborer un bon matériau exempt de tout défaut. Le choix des taux de fibres à (10% et 15%) a été opéré pour des raisons économiques et techniques, car il permet d'élaborer des pièces allégées pouvant servir comme pièces d'habillage intérieur dans l'automobile.

Enfin on a amélioré les propriétés mécaniques du Polystyrène recyclé en lui

incorporant des coques de cotonnier donnant ainsi une seconde vie à ces deux matériaux en fin de vie et qui n'avaient aucune valeur marchande. Le composite à 20% de fibres nous parait sous réserve d'autres types de contrôles (thermique, acoustique et autre) adapté au regard de ses propriétés mécaniques pour une utilisation en fabrications de coques d'ordinateurs, de téléphones portables, et autres ipad, etc.

Au regard des résultats des tableaux 31 et 32 et en comparant les propriétés de l'écomposité élaboré, avec celles du PS choc et du PS standard et au vue des domaines d'applications actuelles de ces matériaux, nous pouvons conclure que le nouveau écomatériau réalisé peut connaitre des applications suivantes en remplacement ou en complément de ces deux matériau :

- ✓ En emballages alimentaires et connexes : pour produits laitiers tels que :(pots de yaourts) ; emballages variés tels que boîte à œufs, vaisselle à usage unique (gobelets, assiettes jetables, couverts...).
- ✓ Dans l'électroménager : fabrication des parties extérieures de lave-linge, divers appareils ménager
- ✓ Electronique grand public : coffret et façade de téléviseurs, photocopieurs, imprimantes ordinateurs, coques d'iphone,...

Enfin en comparant les propriétés de notre matériau écomposite avec celles du composite (PS+Chanvre) élaboré par (Vilaseca et al., 2004) et vues au tableau 7 du chapitre 1, nous constatons que notre matériau a des propriétés inférieures au matériau obtenu avec les fibres de chanvre ce qui nous semble normal puisque les propriétés mécaniques du chanvre sont largement supérieures à celles des fibres de coton d'une part et d'autre part la matrice polystyrène utilisée par ces auteurs, possède des propriétés mécaniques supérieures aux propriétés du polystyrène recyclé que nous avons utilisé dans cette étude.

6. PERSPECTIVES

Suite aux résultats obtenus lors de cette étude, plusieurs recommandations peuvent être formulées pour une suite éventuelle des travaux.

1. Pour les panneaux de particules :

- Etudier les transferts de masse et de chaleur qui sont siége dans le panneau au cours du thermopressage.
- Etudier les cinétiques de pressage en tenant compte des valeurs réelles des coefficients de diffusion D_{vs} mesurées à 140°C et du changement de phase liquide (L) du Mat de panneau de particules pour peaufiner le travail.
- Etudier les cinétiques de séchage en tenant compte de l'influence de l'air et de la chaleur (cas avec échange de chaleur et convection forcée).
- Etendre l'étude dans un cas réel où tous les phénomènes d'échanges thermiques coexistent (conduction+convection+rayonnement et diffusion).

2. Pour l'écomatériau en polystyrène renforcé de coques de cotonnier

Tout d'abord, l'ensemble des conditions opératoires du procédé serait à revoir. De plus, il pourrait être intéressant de comparer les composites obtenus en variant seulement une condition opératoire, par exemple le profil de température ou la vitesse de rotation des vis (RPM) dans la phase extrusion ou compoundage. Il serait ainsi possible d'observer l'effet de chacun de ces paramètres sur les propriétés mécaniques des composites.

Par la suite, il serait intéressant d'observer les propriétés mécaniques en travaillant avec des coques de cotonnier traitées en présence d'un agent couplant pour évaluer les propriétés.

Elaborer le composite avec les coques de cotonnier mises sous forme de poudre, pour faciliter et améliorer la mise en oeuvre. En effet, la poudre peut s'alimenter avec les alimentateurs conventionnels pour les poudres. Il est donc beaucoup plus facile de contrôler le procédé de mise en oeuvre et de s'assurer d'avoir des propriétés mécaniques constantes.

Enfin une réflexion pourrait être menée sur la limitation du procédé notamment sur le dispositif d'alimentation en fibre afin de lever la limitation du taux de fibres à 20%

pour aller à des valeurs plus élevées (30% voire 40% de taux de fibres).

Enfin, Il serait également profitable de comparer les résultats obtenus avec ceux d'autre type de fibres naturelles, par exemple le lin, le kenaf ou la fibre de bois afin de mieux évaluer les qualités de la fibre de coque de cotonnier par rapport à ce qui se trouve sur le marché.

CONCLUSION GENERALE

Un des objectifs de ce travail consistait à élaborer un matériau biosourcé à partir de plastiques en Polystyrène recyclé renforcé par des coques de cotonnier, puis de déterminer ses propriétés physiques telles que la masse volumique, les modules d'élasticité (en flexion, en traction et en torsion), les contraintes à la rupture en traction et par impact pour des applications diverses telles que la fabrication de pièces d'isolation thermique, d'habillage intérieur de voitures, des coques de portables cellulaires, d'ordinateurs.

Un matériau composite à matrice de polystyrène recyclé avec comme renfort des coques de cotonnier a été produit. Au total, une trentaine d'échantillons avec trois concentrations différentes ont été réalisées.

Tout d'abord, la fibre de coques de cotonnier a été utilisée à l'état brut en la débarrassant juste de la poussière. Par la suite, les paramètres d'extrusion optimum ont été déterminés et utilisés pour l'élaboration des échantillons. Ces paramètres sont : un profil de température de 170/170/170/170/175/175/175/175°C, une vitesse de rotation des vis entre 95 RPM et 100 RPM pour des concentrations en fibres de 20% à 0%, ainsi qu'un débit de matière entre 3 et 12g/s. Ensuite, des éprouvettes et plaques ont été moulées par injection à une température d'injection de 180°C et une pression de 250 KN pour fermer pendant une vingtaine de minutes.

Les résultats expérimentaux sur les dispositifs de fabrication (notamment sur l'extrudeuse) ont limité le taux en coques de cotonnier dans le matériau à 20% pour élaborer un bon matériau exempt de tout défaut car au delà ce taux en coques de cotonnier, l'extrudat obtenu n'est pas de bonne qualité. Le choix des taux de fibres à (10% et 15%) a été opéré pour des raisons économiques et techniques, car il permet d'élaborer des pièces allégées pouvant servir éventuellement comme pièces d'habillage intérieur dans l'automobile par exemple.

Après injection, les éprouvettes et les plaques préalablement découpées ont été utilisées pour les différents tests mécaniques. Puis, les caractéristiques mécaniques des échantillons ont été déterminées à travers les essais mécaniques en flexion, traction et

impact. De plus, des mesures de masses volumiques ont été effectuées. Suite à cette caractérisation mécanique, une analyse a été effectuée. De cette analyse, il ressort :

- les propriétés mécaniques du Polystyrène recyclé ont été améliorées en lui incorporant des coques de cotonnier donnant ainsi une seconde vie à ces deux matériaux en fin de vie et qui n'avaient aucune valeur marchande.
- au regard des résultats du tableau 4 ci-dessus et en comparant les propriétés du nouveau matériau élaboré, avec celles du PS choc et du PS standard et au vue des domaines d'applications actuelles de ces deux derniers matériaux, nous pensons que le nouveau matériau réalisé peut être utilisé dans les applications suivantes soit en remplacement ou en complément à ces deux matériaux :
 - ✓ En emballages alimentaires et connexes : pour produits laitiers tels que :(pots de yaourts) ; emballages variés tels que boîte à œufs, vaisselle à usage unique (gobelets, assiettes jetables, couverts...).
 - ✓ Dans l'électroménager : fabrication des parties extérieures de lave-linge, divers appareils ménagers.
 - ✓ Dans l'électronique grand public : coffret et façade de téléviseurs, photocopieurs, imprimantes, ordinateurs, coques d'iphone,...

Enfin en comparant les propriétés de notre matériau écocomposite à celles de (Polystyrène+Chanvre) élaboré par (Vilaseca et al., 2004), nous constatons que les propriétés de notre matériau sont de loin inférieures à celles du composite (Polystyrène + fibres de chanvre). Toutefois, cette différence nous paraît logique puisque d'abord, les propriétés mécaniques du chanvre sont largement supérieures à celles des fibres de coton (Wambua et al., 2003) et en plus la matrice polystyrène utilisée par (Wambua et al., 2003) possède des propriétés mécaniques supérieures à la matrice polystyrène recyclé utilisée dans ce travail. (par exemple le module élastique de flexion initial (E) égale à 2678 MPa (Wambua et al., 2003) contre 800 MPa pour le polystyrène recyclé utilisé).

Les objectifs de ce travail ont donc été atteints avec comme matériaux composites les plus prometteurs : à 20% Coques de cotonnier. Globalement, ce taux en coques de

CONCLUSION GENERALE

cotonnier donne le meilleur matériau en termes de propriétés mécaniques et apparait comme le meilleur choix pour renforcer le polystyrène recyclé avec des charges en coques de cotonnier brutes.

Le second objectif poursuivi dans ce travail, consistait à élaborer des panneaux de particules en bois de tiges de kénaf et de cotonnier associées à un liant naturelle qui est la colle d'os.

Deux types de panneaux (avec tiges de kénaf et avec tiges de cotonnier) de particules ont été produits avec des paramètres d'élaboration optimisés. Ces paramètres sont :

- La température de thermopressage : 140°C
- Le taux d'humidité dans le mat : 27%, cependant nous avons choisi 20% pour des questions de rentabilité dans le cas d'une production industrielle car le temps de production nécessaire pour un taux de 27% est de 70mn.
- Le taux de liant : 12,5%
- La durée de thermopressage : 20mn

Tous les panneaux réalisés ont présentés des caractéristiques mécaniques (module en flexion MOE, contrainte à la rupture MOR), supérieures à celles exigées par la norme ; de plus la conductivité thermique mesurée pour les deux panneaux reste inférieure à 0,12W/m.K qui est la valeur préconisée par la norme. Cependant un des paramètres de la norme n'a pu être satisfait : il s'agit du taux de gonflement du panneau après 24h d'immersion dans l'eau. Les meilleures valeurs trouvées qui sont de 38% pour le panneau en tiges de cotonnier et 42% pour le panneau en tiges de kénaf sont très supérieures au 8%, valeur préconisées par la norme ANSI 208, 1999. Par conséquent nos panneaux ne sont pas aptes à travailler dans un milieu humide, ils ne peuvent être utilisés à l'état que dans un milieu sec. De plus, l'isotherme de d'adsorption et la simulation numérique du comportement du panneau dans un milieu humide ont confirmé ce résultat. néanmoins des pistes de traitement (par revêtement) approprié pourront faire l'objet d'étude à partir des résultats actuels sur la modélisation des phénomènes de transfert dans les panneaux en milieu hmide en vue de permettre une utilisation dans ces milieux.

BIBLIOGRAPHIE

Agassant, J.-F., Avenas, P., Sergent, J.-P., Vergnes, B. et Vincent, M. La mise en forme des matières plastiques. London, Paris, New-York, Lavoisier. (1996).

Agassant, J.-F. et Haudin, J.-M. Mise en forme des polymères thermoplastiques. Matériaux Industriels, Matériaux Polymères. M. CARREGA. Paris, Dunod. (2000). 53-104.

Alles, H. Etude expérimentale et théorique de l'injection des thermoplastiques. Thèse de Doctorat. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, Paris, FRANCE, Ecole Doctorale Sciences et Génie des Matériaux, (1986).

Andersen, P. J. et Hodson, S. K. Thermoplastic starch compositions incorporating aparticulate filler component. (2001), US 6,231,970

Andrieux, J.-C. Détermination des propriétés mécaniques et de durabilité d'agromatériaux biodégradables. Rapport de stage de fin d'études de Techniciens Supérieurs. Institut Universitaire de Technologies, Clermont-Ferrand, Mesures Physiques, option Matériaux et Contrôles Physico-chimiques, (2005).

Averous, L. et Boquillon, N. "Biocomposites based on plasticized starch: thermal and mechanical behaviours." *Carbohydrate Polymers* (2004) **56**: 111-122.

Ayhlion-Meixueiro, F. Films biodégradables à base de protéines de tournesol : mise au point et étude des protéines. Thèse de Doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse, Toulouse, Sciences des procédés _ Sciences des agro-ressources, (2000).

Baganz, K., Lang, H. et Meissner, G. "Industrial use of oilseed meal: a reasonable injection moulding compound." *Fett / Lipid* (1999) **101**(8): 306-307.

Baley, C. (2005). Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. Récupéré de :<http://www.techniques-ingenieur.fr/book/n2220/fibres-naturelles-de-renfort-pour-materiaux-composites.html>

Beckermann, G.W., Pickering, K.L. (2008). Engineering and evaluation of hemp fibre reinforced polypropylene composites : micro-mechanics and strength prediction modelling. *Composites Part A*, 39, 875-886.

Beckermann, G.W., Pickering, K.L. (2008). Engineering and evaluation of hemp fibre reinforced polypropylene composites : Fibre treatment and matrix modification. *Composites Part A*, 39, 979-988.

Behzad, T., Sain, M. (2007). Finite element modeling of polymer curing in natural fiber reinforced composites, *Comp. Sci. Tech.*, 67, 1666-1673.

BIBLIOGRAPHIE

Berthelot J. M.: *Matériaux composites : Comportement mécanique des structures.* Edition Masson, 1992.

Biron, M. Propriétés des thermoplastiques : tableaux comparatifs. Techniques de l'Ingénieur, Plastiques et composites, Vol. AM 2, Form. AM 3 306. (1996).

Bledzki A. K., Mamun A. A., Faruk O. (2007). Abaca fibre reinforced PP composites and comparison with jute and flax fibre PP composites; eXPRESS Polymer Letters Vol.1, No.11, 755-762.

Carrega, M. Les polymères, de la molécule à l'objet. Les Ulis, EDP Sciences. (1999).

Carrega, M. Nature et structure des matériaux polymères. Matériaux industriels, Matériaux polymères. M. CARREGA. Paris, Dunod. (2000). 5-31.

Carrega, M. Propriétés des matériaux polymères. Matériaux Industriels, Matériaux Polymères. M. CARREGA. Paris, Dunod. (2000). 33-52.

Cha J. Y., D. S. Chung, P. A. Seib, R. A. Flores, M. A. Hanna. (2001). Physical properties of starch-based foams as affected by extrusion temperature and moisture content, Industrial Corps and Products 14), 23-30

Charlet K., Baley C., Morvan C., Jernot J.P., Gomina M., Bréard J. (2007) Characteristics of Hermès flax fibers as a function of their location in the stem and properties of the derived unidirectional composites. Composites, Part A, Volume 38 (2007) 1912-1921

Chawla K. K: *Ceramic Matrix Composites.* Chapman & Hall, 1993.

Chow P., Bagby M.O., Youngquist J.A. 1992. Furniture panels made from kenaf stalks, wood waste, and selected crop fiber residues. In: Proceedings of the 4th annual International Kenaf Association conference; 1992 February 5-7; Biloxi, MS. p. 28. In Youngquist

DeJong, E., van Roekel, G.J., Snijder, M.H.B., Zhang, Y. (1999). Towards industrial applications of bast fibre pulps, Pulp & Paper Canada, 100, 19-22.

D'Orazio, L., Martuscelli, E., Orsello, G., Riva, F., Scala, G., Tagliatela, A. (2000). Nature, origin and technology of natural fibres of textile artefacts recovered in the ancient cities around Vesuvius, J. Arch. Sci., 27, 745-754.

Drzal L.T., Mohanty A.K., Misra M. 2002. Biocomposites: Opportunities for Value-Added Biobased Materials. Oral presentation "Creating Value for biobased Resources, Moving beyond Petroleum", November, 11-13th. Kansas City, Missouri.

Dufaure, C., Leyris, J., Rigal, L. et Mouloungui, Z. *JAACS* (1999) **76**(9): 1073-1079.

Duprat, F., Gallant, D., Guilbot, A., Mercier, C. et Robin, J. P. L'amidon. Les polymères Végétaux : polymères pariétaux et alimentaires non azotés. B. Monties. Paris, Gauthier-Villars Bordas. (1980). 176-231.

Duprat, F., Gallant, D., Guilbot, A., Mercier, C. et Robin, J. P. L'amidon, les polymères Végétaux : polymères pariétaux et alimentaires non azotés. B. Monties. Paris, Gauthier-Villars Bordas. (1980). 176-231.

Duval, C. *Matières Plastiques et Environnement*. Paris, Dunod. (2004).

Eichhorn, S.J., Young, R.J. (2001). The Young's modulus of a microcrystalline cellulose, *Cellulose*, 8, 197-207.

Ehrenstein, G. W. et Montagne, F. *Matériaux Polymères : structure, propriétés & applications*. Paris, HERMES Science Publications. (2000).

Gay, D. *Matériaux composites*. Edition Hermès, 1987.

Geneau, C. Nouveaux plastifiants pour la fabrication par extrusion de films thermoplastiques à partir de pulpe de betterave. rapport de stage DEA. Institut National Polytechnique de Toulouse, Toulouse, DEA " Sciences des Agro-ressources ", option " Réactivité des Agro-ressources ", (2002).

Geneau, C. Procédé d'élaboration d'agromatériau composite naturel par extrusion Bivis et injection moulage de tourteau de tournesol. Thèse de Doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse, Sciences des Agro-ressources (2006).

Geneau, C., Rouilly, A., Silvestre, F. et Rigal, L. Manufactured process of injectionmolded agromaterial from sunflower oil cake. 16th International Sunflower Conference, Fargo, North Dakota, USA, (2004).

Gandini, A. et Belgacem, M. N. Les produits lignocellulosiques. *L'actualité Chimique*, (2002), (nov-déc 2002), 17-22.

Gelica, S., Monica, M., Neagoe, D. (2003). Research for the determination of water absorption in composites - resin and textile fibres, *Materiale Plastice*, 40, 93-95.

González D., Santosa V., Parajó J.C. (2011). Manufacture of fibrous reinforcements for biocomposites and hemicellulosic oligomers from bamboo; *Chemical. Engineering Journal* 167, 278-287.

Graupner, N., Herrmann, A.S., Mussig, J. (2009). Natural and man-made cellulose fibre-reinforced poly(lactic acid) (PLA) composites : An overview about mechanical characteristics and application areas, *Composites Part A*, 40, 810-821.

Grishanov, S.A., Harwood, R.J., Booth, I. (2006). A method of estimating the single flax fibre fineness using data from the LaserScan system, *Ind. Crops Prod.*, 23, 273-287.

Hanafi I., Shuhelmy S., Edyham M. R. (2002). The effects of a silane coupling agent on curing characteristics and mechanical properties of bamboo fibre filled natural rubber composites; *European Polymer Journal* 38, 39-47.

Hanawalt, K. (2002). Natural fibre extrusion. *Plast. Add. Comp.*, November, 22-25.

Huda M.S., Drzal L.T., Mohanty A.K., Misra M. (2008). Effect of fiber surface-treatments on the properties of laminated biocomposites from poly(lactic acid) (PLA) and kenaf fibers; *Composites Science and Technology* 68, 424-432.

John V. M., Cincotto M. A., Sjöström C., Agopyan V., Oliveira C. T. A. (2005) Durability of slag mortar reinforced with coconut fiber. *Cement and Concrete Composites, Volume 27 (2005) 565-574*

Joshi, S.V., Drzal, L.T., Mohanty, A.K., Arora, S. (2003). Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites? *Composites Part A: Appl. Sci. Manuf.*, 35, 371-376.

Kadja K. Elaboration de panneaux de particules en *Gossypium herbaceum* (cotonnier) et en *Hibiscus cannabinus* (kénaf) et caractérisation mécanique et thermique. Thèse de doctorat. Université de Lomé (2011).

Kalia, S., Kaith, B.S., Kaur, I. (2009). Pretreatments of natural fibers and their application as reinforcing material in polymer composites - A review. *Polym. Eng. Sci.*, 49, 1253-1272.

Kirwan, K., Johnson, R.M., Jacobs, D.K., Smith, G.F., Shepherd, L., Tucker, N. (2007). Enhancing properties of dissolution compounded *Miscanthus giganteus* reinforced polymer composite systems - Part 1. Improving flexural rigidity, *Ind. Crops Prod.*, 26, 14-27.

Klyosov, A.A. (2007). *Wood-Plastic Composites*. New Jersey, Wiley-Interscience.

Kohler, R., Duck, R., Ausperger, B., Alex, R. (2003). A numeric model for the kinetics of water vapor sorption on cellulosic reinforcement fibers, *Comp. Interfi.*, 10, 255-257

Landro, L.D., Lorenzi, W. (2009). Mechanical properties and dynamic mechanical analysis of thermoplastic-natural fiber/glass reinforced composites. *Macromol. Symp.*, 286, 145-155.

Lee, G.S. Choi, S.-S., Park, W.H., Cho, D. (2003). Characterization of surface

modified flax fibers and their biocomposites with PHB, *Macromol. Symp.*, 197, 89-99.

Lee S.H., Wang S. (2006). Biodegradable polymers/bamboo fiber biocomposite with bio-based coupling agent; *Composites: Part A* 37, 80-91.

Leute, M., Wilhelm, M., Wruss, W. (2002). SiC-Si ceramic composite reinforced with carbonized fibres made of biogenic substances, *Fract. Adv. Ceram.*, 223, 261-264.

Li, H.J., Sain, M.M. (2003). High stiffness natural fiber-reinforced hybrid polypropylene composites, *Polym. Plast. Tech. Eng.*, 42, 853-862.

Magniont C. Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources. Thèse de doctorat Université de Toulouse (2010)

Mechraoui, A., Riedl, B., Rodrigue, D. (2007). The effect of fibre and coupling agent content on the mechanical properties of hemp/polypropylene composites, *Comp. Interfi*, 14(7-9), 837-848.

Mendez, F Vilaseca J. A., Pèlach M. A., Lopez J. P., Barbera L., Turon X., Gironès J., Mutje P. (2007). Evaluation of the reinforcing effect of ground wood pulp in the preparation of Polypropylene-based composites coupled with Maleic Anhydride Grafted Polypropylene; *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 105, 3588-3596.

Mishra, S., Naik, J.B. (1998). Absorption of steam and water at ambient temperature in wood polymer composites prepared from agro-waste and novolac, *J. Appl. Polym. Sci.*, 68, 1417-1421.

Mishra, S., Naik, J.B. (1998). Absorption of water at ambient temperature and steam in wood-polymer composites prepared from agrowaste and polystyrene, *J. Appl. Polym. Sci.*, 68, 681-686.

Mishra, S., Naik, J.B. (2005). Mechanical properties of wood polymer composites prepared from agro-waste HDPE, *Polym. Plast. Tech. Eng.*, 44, 511-522.

Mishra, S., Naik, J.B., (1999). Studies on swelling behavior of wood-polymer composites based on agro-waste and HDPE in steam and water at ambient temperature. *Polym. Plast. Tech. Eng.*, 38(5), 1051-1058.

Mishra, S., Naik, J.B. (2005). Effect of treatment of maleic anhydride on mechanical properties of natural fiber: Polystyrene composites, *Polym. Plast. Tech. Eng.*, 44, 663-675.

Mitra G.B., Mukherjee P.S. (1980). X-Ray diffraction study of fibrous polymers /Degree of paracrystallinity a new parameter for characterization fibrous polymers.

Polymer, Volume 21 (1980) 1403-1409

Mohammad D.H.B.(2007). The Improvement of Interfacial Bonding, Weathering and Recycling of Wood Fibre Reinforced Polypropylene Composites; Thèse de doctorat, University of Waikato, Hamilton, New Zealand.

Morvan C., Andème-Onzighi C., Girault R., David S. Himmelsbach, Driouich A., Akin D. E. (2003). Building flax fibers: more than one brick in the walls. *Plant Physiology and Biochemistry*, Volume 41 (2003) 935-944

Munder, F., Furll, C, Hempel, H. (2004). Results of an advanced technology for decortication of hemp, flax and linseed, *Mol. Cryst. Liq. Cryst.*, 418, 893-907.

Mutjé, P., Vallejos, M.E., Girones, J., Vilaseca, F., Lopez, A., Lopez, J.P., Mendez, J.A. (2006). Effect of maleated polypropylene as coupling agent for polypropylene composites reinforced with hemp strands. *J. Appl. Polym. Sci.*, 102, 833-840.

Mwaikambo, L.Y., Ansell, M. P. (2006). Mechanical properties of alkali treated plant fibres and their potential as reinforcement materials. *J. Mater. Sci.*, 41, 2483-2496.

Naik, J.B., Mishra, S. (2005). Studies on electrical properties of natural fiber : HDPE composites, *Polym. Plast. Tech. Eng.*, 44, 687-693.

Naik, J.B., Mishra, S. (2007). Esterification effect of maleic anhydride on surface and volume resistivity of natural fiber/polystyrene composites, *Polym. Plast. Tech. Eng.*, 46, 537-540.

Naik, J.B., Mishra, S. (2006). The compatibilizing effect of maleic anhydride on swelling properties of plant-fiber-reinforced polystyrene composites, *Polym. Plast. Tech. Eng.*, 45, 923-927.

Nayak S.K., Mohanty S., Samal S.K. (2009). Influence of short bamboo/glass fiber on the thermal, dynamic mechanical and rheological properties of polypropylene hybrid composites, *Materials Science and Engineering A* 523, 32-38.

Nonene A. Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage. Thèse de Doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse, Sciences des Agro-ressources (2009).

Nielsen L. E. Generalized equation for the elastic moduli of composite materials. *Journal of Applied Physics*, 41:4626, 1970.

Orliac, O. Valorisation des protéines de tournesol : étude de leur comportement thermique, rhéologique et de leur réactivité chimique - Application à la fabrication de nouveaux matériaux biodégradables. Thèse de Doctorat. Institut National

BIBLIOGRAPHIE

Polytechnique de Toulouse, Sciences des procédés : Sciences des Agro-ressources, (2002a).

Ouajai, S., Shanks, R.A. (2005). Composition, structure and thermal degradation of hemp cellulose after chemical treatments, *Polym. Degrad. Stabil.*, 89, 327-335

Panthapulakkal, S., Sain, M. (2006). Injection-molded short hemp fiber/glass fiber-reinforced polypropylene hybrid composites - mechanical, water absorption and thermal properties, *J. Appl. Polym. Sci.*, 103, 2432-2441.

Panthapulakkal, S., Sain, M. (2007). Studies on the water absorption properties of short hemp-glass fiber hybrid polypropylene composites, *J. Comp. Mater.*, 41(15), 1871-1883.

Peyrat, E. Nouveau composite biodégradable obtenu à partir de maïs plante entière. Etude du procédé de transformation thermo-mécano-chimique en extrudeur bi-vis et de la mise en forme par injection-moulage. Thèse de Doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse, FRANCE, Sciences des Procédés : Sciences des Agro-ressources, (2000a).

Pietak, A., Korte, S., Tan, E., Downard, A., Staiger, M.P. (2007). Atomic force microscopy characterization of the surface wettability of natural fibres, *Appl. Surf. Sci.*, 253, 3627-3635.

Qiu W., Zhang F., Endo T., Hirotsu T. (2003). Preparation and Characteristics of Composites of High-Crystalline Cellulose with Polypropylene: Effects of Maleated Polypropylene and Cellulose Content; *Journal of Applied Polymer Science*, Vol.87, 337-345.

Rigal, L. et Marechal, V. Mise au point de nouvelles colles d'origine végétale en particulier pour la production de composites à base de bois. Laboratoire de chimia Agroindustrielle_ENSIACET_INPT / INRA / ADEME, Toulouse, (2002).

Robert, R. F. (2005). Bast and other plant fibres. Cambridge, Angleterre : Woodhead Publishing Limited in association with The Textile Institute.

Rowell, R. M., Kawai, S., Inoue, M. 1995. Dimensionally stabilized, very low density fibreboard. *Wood and Fiber Science*. 27(4): 428-436.

Sedan D. (2007). Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite
Thèse de doctorat de l'Université de Limoges, 2007

Stevens, E. S. Green Plastics : an introduction to the new science of biodegradable plastics. Princeton, Princeton University Press. (2002).

- Sue, H.-J., Wang, S. et Jane, J.-L.** "Morphology and mechanical behaviour of engineering soy plastics." *Polymer* (1997) **38**(20): 5035-5040.
- Swain, S. N., Rao, K. K. et Nayak, P. L.** "Biodegradable polymers. III. Spectral, thermal, mechanical, and morphological properties of cross-linked furfural-soy protein concentrate." *Journal of Applied Polymer Science* (2004) **93**(2590-2596).
- Soulama, S., Atcholi, K.E., Naon, B., Almusawi, A., Beda, T. and Gomes, S.** "Processing of a bio-sourced material and determination of its properties: compound of recycled polymer reinforced with vegetable stocks from nonfood biomass residues". *Global Advanced Research Journal of Engineering, Technology and Innovation* (2014) Vol. 3(6): 127-141.
- Taha, F. S., Mohamed, S. S. et El-Nockrashy, A. S.** "The use of soya bean, sunflower and lupin seeds in the preparation of protein bases for nutritious beverages." *Journal of Science and Food Agriculture* (1986) 37: 1209-1216.
- Tanojlovic-Davidovic A.** Matériaux biodégradables à base d'amidon expansé renforcé de fibres naturelles -Application à l'emballage alimentaire, Thèse de doctorat université du Sud Toulon Var (2006).
- Teysse, G. et Lacabanne, C.** Caractérisation des polymères par analyse thermique. *Techniques de l'Ingénieur*.(1996) P3: P3770 1-7.
- Thwe M.M., Liao K., (2002).** Effects of environmental aging on the mechanical properties of bamboo-glass fiber reinforced polymer matrix hybrid composites; *Composites. Part A* 33, 43-52.
- Thobor, M.** Biodegradable material comprising regenerative raw material and method of producing the same. (1996), WO 96/06886
- Timmermann, E. O., Chirife, J. et Iglesias, H. A.** "Water sorption isotherms of foods and foodstuffs: BET or GAB parameters ?" *Journal of Food Engineering* (2001) 48: 19-31.
- Trotignon, J.-P., Verdu, J., Dobracginsky, A. et Piperaud, M.** Précis des Matières Plastiques : Structures-Propriétés, Mise en oeuvre, Normalisation, Nathan. (1996).
- Tucker, N. Clean Production. Green Composites. C. Baillie. Cambridge, Woodhead Publishing Limited CRC Press LLC.** (2004). 207-232.
- Udabage, P., Sharma, R., Murphy, D., McKinnon, I. et Beckett, R.** *Journal of Microcolumn Separations* (1997) 9(7): 557-563.

Vergnes, B., Villemaire, J. P., Colonna, P. et Tayeb, J. Influence du traitement thermomécanique sur la dégradation macromoléculaire de l'amidon de maïs. Cuisson-Extrusion. INRA. Paris, INRA. (1986).

Vilaseca F., Gonzalez A.V., Herrera-Franc P.J.O, M. Àngels P., Joan P.L., Mutjé P. (2010). Biocomposites from abaca strands and polypropylene. Part I: Evaluation of the tensile properties; *Bioresource Technology* 101, 387-395.

Wahlund, K. G., Gustavsson, M., MacRitchie, F., Nylander, T. et

Wannerberger, L. *Journal of Cereal Science* (1996) **23**: 113-119.

Wambua, P., Iven, J. et Verpoest, I. "Natural fibers: can they replace glass in reinforced plastics?" *Composite Science and Technology* (2003) **63**: 1259-1264.

Wambua, P., Ivens, J., Verpoest, I. (2003). Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics? *Comp. Sci. Tech.*, 63, 1259-1264.

Wambua, P., Vangrimde, B., Lomov, S., Verpoest, I. (2007). The response of natural fibre composites to ballistic impact by fragment simulating projectiles, *Comp. Struc*, 77, 232-340.

Wibowo, A. C., Mohanty, A. K., Misra, M. et Drzal, L. T. "Chopped industrial hemp fiber reinforced cellulosic plastic biocomposites: thermomechanical and morphological properties." *Industrial Engineering and Chemical Resources* (2004) **43**: 4883-4888.

Willett, J. L., Millard, M. M. et Jasberg, B. K. "Extrusion of waxy maize starch: melt rheology and molecular weight degradation of amylopectine." *Polymer* (1997) **38**(24): 5983-5989.

Wittgren, B., et Wahlund, K.-G. "Effects of flow-rates and sample concentration on the molar mass characterisation of modified celluloses using asymmetrical flow field-flow fractionation-multi-angle light scattering." *Journal of Chromatography A* (1997) **791**: 135-149.

Wittgren, B., et Wahlund, K.-G. "Size characterisation of modified celluloses in various solvents using flow FFF-MALS and MB-MALS." *Carbohydrate Polymers* (2000) **43**: 63-73.

Wollerdorfer, M. et Bader, H. "Influence of natural fibres on the mechanical properties of biodegradable polymers." *Industrial Crops and Products* (1998) **8**: 105-112.

Wortmann, F. J. et Deutz, H. "Characterizing keratins using high pressure DSC." *J. Appl. Pol. Sci.* (1993) **48**: 137-150.

Yamaguchi, H., Tamura, N. et Higuchi, M. "Upgrading of Protein Glue by Complexation with Tannins." *Mokuzai Gakkaishi* (1994) **40**(10): 1085-1091.

Yamamoto, T., Medina, L., Schledjewski, R. (2005). Tensile properties of natural fibre reinforced thermoset composites, *Adv. Comp. Lett.*, 14(1), 29-34.

Yasuda, K., Armstrong, R.C. et Cohen, R.E. "Shear flow properties of concentrated solutions of linear and star branched polystyrenes." *Rheologica Acta* (1981) **20**: 163-178.

Yongli M., Xiaoya C., Qipeng G. (1997). Bamboo Fiber-reinforced Polypropylene Composites: Crystallization and Interfacial Morphology; *Journal of applied polymer science*, Vol. 64, No. 7, 1267-1273.

Youngquist J.A., English B.E., Scharmer R.C., Chow P., Shook S. 1994. Literature Review on Use of Nonwood Plant Fibers for Building Materials and Panels. US Government Printing Office. 146 p.

Yuanjian, T., Isaac, D.H. (2007). Impact and fatigue behaviour of hemp fibre composites, *Comp. Sci. Tech.*, 67, 3300-3307.

Zhang Y.C., Wu H.Y., Qiu Y.P.(2010). Morphology and properties of hybrid composites based on polypropylene/polylactic acid blend and bamboo fiber; *Bioresource Technology* 101, 7944-7950.

<http://www.futura-sciences.com/comprendre/d/dossier585-1.php>

<http://www.snv.jussieu.fr/bmedia/textiles/03-coton-fibre.html>

Essolé PADAYODI, Kokou-Eso ATCHOLI, Sagnaba SOULAMA Study of vegetable resins from *Grewia venusta* mucilage and *Bombax costatum* calyx for bio-sourced materials process CONFERE 2011, 18ème Colloque des Sciences de la Conception et de l'Innovation, juillet 2011, Montbéliard, France.

S.Soulama, E. Padayodi, K-E. Atcholi, T. Beda and K. Sanda, Investigation on the opportunities of vegetable resins from *Grewia venusta* mucilage and *Bombax costatum* calyx for green materials processing 10e atelier du ReMOA (Réseau Matériaux Ouest Africain), 31 octobre au 03 novembre 2011, Bobo-Dioulasso (Burkina Faso).

Soulama S., Atcholi K.E., Naon B. (2012). Mise en œuvre et détermination des propriétés d'un matériau biosourcé : compound en polymère recyclé renforcé de charges végétales issues de résidus de la biomasse non alimentaire. Communications orales SOACHIM (2012). Journées scientifiques de l'UPB (2014).