

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À  
L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À CHICOUTIMI  
COMME EXIGENCE PARTIELLE  
DE LA MAITRISE EN INGÉNIERIE

PAR

IMÈNE SLAMA

CARACTÉRISTIQUES PHYSICO-MÉCANIQUES DES COMPOSITES BOIS-  
PLASTIQUES PROVENANT DE LA VALORISATION DES RÉSIDUS DES  
PANNEAUX MDF- ÉTUDE DES POSSIBILITÉS DE RECYCLAGE

Avril 2009

CE MÉMOIRE A ÉTÉ RÉALISÉ  
À L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC EN ABITIBI-TÉMISCAMINGUE  
DANS LE CADRE DU PROGRAMME  
DE MAÎTRISE EN INGÉNIERIE  
DE L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À CHICOUTIMI  
OFFERT PAR EXTENSION À L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC  
EN ABITIBI-TÉMISCAMINGUE

## RÉSUMÉ

Le panneau de fibres de moyenne densité, ou panneau MDF, est un panneau non structural fabriqué à partir de fibres de bois encollées à l'aide d'une résine. Il occupe une place importante dans l'industrie de l'ameublement et la fabrication de plusieurs articles. Cependant, la récupération des résidus de ce panneau constitue un déficit environnemental et un enjeu économique pour l'industrie vu les problèmes liés à la contamination par la résine urée formaldéhyde (UF) et les émissions de gaz toxique (le formaldéhyde). Ainsi, il est important de trouver de nouvelles alternatives de valorisation de ces résidus. Une solution possible est leur utilisation dans la conception de composites bois-plastiques. C'est l'objectif de notre travail qui consiste à étudier le potentiel de récupération des résidus de l'industrie des panneaux MDF et d'évaluer l'effet du type de fibres sur les propriétés des produits obtenus. Pour atteindre cet objectif, nous avons élaboré des composites à partir d'un polymère thermoplastique (HDPE), d'une résine thermodurcissable (UF) et de résidus de panneaux de moyenne densité (MDF) à différentes proportions de fibres par deux procédés : l'injection et l'extrusion. Trois fibres MDF ont été utilisées : fibres vierges, fibres avec résine non réagie, fibres avec résine durcie.

L'étude des propriétés physiques et mécaniques des composites issus des trois formulations étudiées montre que ces propriétés varient en fonction de la proportion et de la nature des fibres. D'autre part, on obtient de meilleurs résultats avec les composites conçus à partir de fibres contenant de la résine non réagie. Dans ce cas, la résine UF non réagie est active et joue un rôle dans l'adhésion entre fibres et polymères alors que la résine UF durcie constitue un agent de renfort et n'intervient pas dans l'adhésion. En plus, nous avons pu modéliser le comportement hygroscopique des composites en fonction du temps d'immersion dans l'eau. L'absorption de l'humidité dans les composites est rapide au début d'immersion (entre 0 et 50 heures) puis elle se stabilise. Il a été conclu que les données expérimentales correspondent assez bien au modèle de Fick pour la diffusion et ceci pour les composites à faible teneur en fibres.

Mot clés : Composites, propriétés physiques et mécaniques, MDF, résine thermodurcissable, polymère thermoplastique, injection, extrusion.

## **REMERCIEMENTS**

Je tiens tout d'abord à exprimer mes remerciements à mon directeur de maîtrise M. Ahmed Koubaa, pour ses conseils judicieux, ses suggestions pertinentes, son support constant qui m'ont énormément aidés à la réalisation de ce travail.

Je tiens à remercier également l'entreprise Uniboard (Canada), l'Institut National de Recherche en Génie Rural, Eau et Forêt (Tunisie) et surtout M. Ali Khouaja pour avoir préparé et envoyé les échantillons de bois, ainsi que le Centre de Technologie Minérale et de Plasturgie de Thetford Mines.

Je désire ensuite remercier Mme Cornelia Krause et M. François Godard pour leurs conseils. J'ai une gratitude spéciale envers mes professeurs M. Nahi Kandil, Mr. Fouad Erchiqui, M. Tikou Bélem pour leurs aides et leurs disponibilités.

Je voudrais remercier les organismes qui ont contribué au financement de ce projet : la chaire de recherche du Canada en valorisation, caractérisation et transformation du bois, le Ministère de développement économique et de l'innovation du Québec (MDEIE), les Caisses populaires Desjardins d'Abitibi-Ouest, Tembec, le fond des diplômés de l'UQAT et la fondation de l'UQAT.

Je voudrais remercier toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont donné le support nécessaire pour la réalisation de ce projet : mes parents, mes frères, toute la famille et tous mes amis au Québec et en Tunisie.

Enfin, j'aimerais dédier ce mémoire à mes parents, pour leur grande patience.

## TABLE DES MATIÈRES

RÉSUMÉ .....	III
REMERCIEMENTS .....	IV
TABLE DES MATIÈRES .....	V
LISTE DES TABLEAUX.....	VIII
LISTE DES FIGURES.....	X
LISTE DES SYMBOLES .....	XIII
LISTE DES ACRONYMES .....	XIV
CHAPITRE I.....	1
INTRODUCTION .....	1
CHAPITRE II .....	4
ÉTAT DE CONNAISSANCE .....	4
2.1. MATIÈRE PREMIÈRE .....	4
2.1.1 Les fibres du bois .....	4
2.1.2 Les polymères synthétiques .....	4
2.1.3 Les adjuvants.....	7
2.2. LES TECHNIQUES DE FABRICATION DES COMPOSITES.....	8
2.2.1 L'extrusion .....	9
2.2.2 L'injection.....	10
2.2.3 L'imprégnation.....	10
2.2.4 La thermo-consolidation .....	10
2.3. INFLUENCE DES CARACTÉRISTIQUES DES CONSTITUANTS SUR LES PROPRIÉTÉS DU COMPOSITE .....	12
2.3.1 Généralités sur les composites bois-plastiques .....	12
2.3.2 Influence de la nature et la quantité des constituants .....	13
2.3.3 Influence de la morphologie des fibres .....	16
2.3.4 Influence de l'humidité et de la température.....	17
2.3.5 Effets de la dispersion et l'orientation des fibres .....	19

2.4. LES COMPOSITES À BASE DE MATIÈRES RECYCLÉES.....	20
2.4.1 Recyclage et situation actuelle .....	20
2.4.2 Récupération et valorisation des résidus du bois .....	21
2.4.3 Industrie des panneaux de fibres de moyenne densité (MDF).....	22
2.4.4 Propriétés des composites à base de matières recyclées .....	25
2.5. OBJECTIFS ET HYPOTHÈSES DE LA RECHERCHE.....	27
CHAPITRE III .....	29
MATÉRIEL ET MÉTHODES .....	29
3.1. MATÉRIEL .....	29
3.1.1 Caractéristiques des fibres .....	29
3.1.1.1 <i>Propriétés anatomiques (FQA)</i> .....	29
3.1.1.2 <i>Analyse TGA</i> .....	31
3.1.2 Caractéristiques du polymère thermoplastique .....	34
3.2. MÉTHODES.....	35
3.2.1 Préparation de la matière première .....	35
3.2.2 Mises en granules.....	36
3.2.3 Élaboration des composites bois plastiques .....	39
3.2.4 Caractérisation des composites bois-plastiques .....	42
3.2.4.1 <i>Échantillonnage et conditionnement</i> .....	42
3.2.4.2 <i>Propriétés physiques</i> .....	42
3.2.4.3 <i>Propriétés mécaniques</i> .....	46
3.3. ANALYSE STATISTIQUE DES DONNÉES .....	50
3.4. MODÉLISATION (THÉORIE ET MODÈLES) .....	51
CHAPITRE IV .....	56
RÉSULTATS ET DISCUSSIONS .....	56
4.1. RÉSULTATS .....	56
4.1.1 Propriétés physiques .....	56
4.1.2 <i>Propriétés mécaniques</i> .....	56
4.1.3 Analyses de variance.....	56
4.2. DISCUSSIONS.....	57
4.2.1 Variation de la stabilité dimensionnelle des CPB en fonction du type et de la proportion des fibres et du temps d'immersion.....	57
4.2.2 Variation de la stabilité dimensionnelle des CPB en fonction du procédé de formation.....	68
4.2.3 Variation de densité des CPB en fonction du type et de la proportion des fibres .....	70
4.2.4 Variation des propriétés mécaniques des CPB en fonction du type et de la proportion des fibres.....	71
4.2.5 Variation des propriétés en flexion en fonction de la teneur en humidité des CBP.....	82

4.2.6	Modélisation de l'absorption d'eau en fonction du temps d'immersion.	86
	.....	86
	CONCLUSIONS.....	92
	LISTE DES RÉFÉRENCES .....	95
	ANNEXE A .....	101
	QUELQUES RÉSULTATS .....	101
	ANNEXE B.....	104
	ESTIMATION DES PARAMÈTRES DE DIFFUSION ET DES COURBES HYGROSCOPIQUES SUIVANT LE MODÈLE 1 (MATLAB) .....	104
	ANNEXE C.....	111
	ESTIMATION DES PARAMÈTRES DE DIFFUSION ET DES COURBES HYGROSCOPIQUES SUIVANT LE MODÈLE 2 (MATLAB) .....	111

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1 : Caractéristiques de quelques thermoplastiques ( <i>Morin, 2000 ; Bailon et Dorlot, 2005</i> ).....	5
Tableau 2.2 : Caractéristiques des résines thermodurcissables ( <i>Berreur, 2002</i> ) .....	7
Tableau 2.3 : Comparaison des propriétés mécaniques des CBP ( <i>Bledzki et al., 1998b</i> ) .....	11
Tableau 2.4 : Propriétés des composites de polyéthylène chargé de fibres de bois ( <i>Julson et al., 2004</i> ).....	14
Tableau 2.5 : Propriétés des composites de polypropylène chargé de fibres de bois ( <i>Julson et al., 2004</i> ).....	14
Tableau 2.6: Propriétés mécaniques des CBP selon le polymère ( <i>Bledzki et al. 1998b</i> ) .....	15
Tableau 2.7 : Émissions lors de la combustion ( <i>Marutzky et Schriever, 1986</i> ) .....	25
Tableau 3.1: Propriétés des fibres .....	30
Tableau 3.2 : Caractéristiques anatomiques des différentes fibres utilisées .....	31
Tableau 3.3 : Caractéristiques physico-chimiques du HDPE .....	34
Tableau 3.4: Caractéristiques de l'agent de couplage fourni par le fabricant.....	34
Tableau 3.5 : Matières premières et dispositif expérimental factoriel 3 <sup>2</sup> .....	35
Tableau 3.6. Profil de température dans l'extrudeuse bis-vis .....	38

Tableau 3.7 : Conditions de mise en granules .....	38
Tableau 3.8 : Propriétés de la presse à injection .....	39
Tableau 3.9 : Paramètres d'injection des CBP .....	41
Tableau 3.10. Essais physiques et mécaniques réalisés et normes utilisées .....	42
Tableau 3.11 : Cycle d'immersion et nombre d'échantillons .....	48
Tableau 4.1 : Moyenne des propriétés de stabilité dimensionnelle des CBP obtenus par injection en fonction du temps .....	58
Tableau 4.2 : Moyenne des propriétés de stabilité dimensionnelle des CBP obtenus par extrusion en fonction du temps .....	59
Tableau 4.3: Moyennes et écart types (entre parenthèses) des propriétés mécaniques des composites obtenus par injection à t = 0 heures .....	60
Tableau 4.4 : Résultats des analyses de variance (ANOVA) pour les tests de gonflement des CBP.....	61
Tableau 4.5 : Résultats des analyses de variance (ANOVA) pour les tests mécaniques des CBP après immersion dans l'eau .....	62
Tableau 4.6 : Résultats des analyses statistiques par variance (ANOVA) des propriétés mécaniques des CBP .....	63
Tableau 4.7 : Proportions effectives en fibres.....	67
Tableau 4.8 : Moyenne et écart types des propriétés mécaniques des composites obtenus par extrusion à t=0h .....	75
Tableau 4.9 : Paramètres de diffusion expérimentaux et modulés.....	88
Tableau 4.10: Les coefficients de diffusion des composites bois-plastiques à 21°C.	88

## LISTE DES FIGURES

Figure 2.1 : Schéma d'une extrudeuse (source inconnue).....	9
Figure 2.2 : Classement des déchets plastiques dans les décharges publiques en Amérique du Nord, ( <i>Selke et Wichman, 2004</i> ) .....	21
Figure 2.3 : Étapes de fabrication du panneau MDF ( <i>adapté de Berglund et Rowell, 2005</i> ) .....	23
Figure 3.1 : Analyseur thermogravimétrique .....	32
Figure 3.2 : Courbe thermogravimétrique des fibres MDF1 (fibres avec résine réagie).....	33
Figure 3.3 : Courbe thermogravimétrique des fibres MDF2 (fibres avec résine non réagie).....	33
Figure 3.4: Étapes de conception des CBP .....	36
Figure 3.5: Produit de l'extrudeuse bis-vis.....	37
Figure 3.6: Composite à partir de fibres MDF1 extrudées .....	40
Figure 3.7: Mesure du gonflement .....	43
Figure 3.8 : Test de flexion à 3 points .....	46
Figure 4.1 : Gain en poids (a) et en volume (b) des CBP à 25% en fibres en fonction du temps .....	64
Figure 4.2 : Gain en poids (a) et en volume (b) des CBP à 35% en fibres en fonction du temps .....	65
Figure 4.3 : Gain en poids (a) et en volume (b) des CBP à 45% en fibres en fonction du temps .....	66

Figure 4.4 : Gain en volume des CBP extrudés en fonction du temps ..... 69

Figure 4.5 : Gain en poids des CBP extrudés en fonction du temps ..... 69

Figure 4.6 : Densité des CBP obtenus par injection et extrusion ..... 70

Figure 4.7: Comparaison des modules d'élasticité (MOE) en flexion pour les 3 CBP et à 3 différents taux de charge en fibres à t=0 heures ..... 72

Figure 4.8: Comparaison des modules d'élasticité (MOE) en traction pour les 3 CBP et à 3 différents taux de charge en fibres à t=0 heures ..... 72

Figure 4.9 : Comparaison des modules de rupture en flexion en fonction de la nature des fibres à t=0 heures..... 73

Figure 4.10 : Comparaison des modules de rupture en traction en fonction de la nature des fibres à t=0 heures..... 73

Figure 4.11 : Micrographes électroniques avec un agrandissement de 45 fois pris sur la surface des échantillons I) CMDF1, II) CMDF2 A= surface lisse et III) CMDF3. .... 78

Figure 4.12: Micrographes électroniques avec un agrandissement de 200 fois pris sur la surface des échantillons I) CMDF1, II) CMDF2 B, C, D, E = résine et III) CMDF3 ..... 79

Figure 4.13 : Micrographes électroniques avec un agrandissement de 600 fois pris sur la surface des échantillons I) CMDF1 et II) CMDF2 ..... 80

Figure 4.14 : Micrographe électronique avec un agrandissement de 800 fois pris sur la surface des échantillons CMDF2, A= résine fondue ..... 80

Figure 4.15 : Énergie de rupture pour les composites obtenus par extrusion et injection..... 81

Figure 4.16: Variation du MOE (a) et du travail (b) des 3 CBP à 25% en fonction du temps d'immersion..... 83

Figure 4.17: Variation du MOR des 3 CBP à 35% en fonction du temps d'immersion ..... 83

Figure 4.18 : Variation du MOR des composites fabriqués par extrusion en fonction du temps d'immersion..... 85

Figure 4.19 : Allongement maximal en fonction du temps et à différentes proportions en fibres .....	86
Figure 4.20 : Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques suivant le modèle1 .....	87
Figure 4.21: Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques suivant le modèle (2) pour les composites fabriqués avec les fibres MDF1 .....	90
Figure 4.22 : Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques suivant le modèle (2) pour les composites fabriqués avec les fibres MDF2 .....	90
Figure 4.23: Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques suivant le modèle (2) pour les composites fabriqués avec les fibres MDF3 .....	91
Figure A.1 : Variation du MOE des 3 CBP à 35% en fonction du temps d'immersion .....	101
Figure A.2 : Variation du MOE des 3 CBP à 45% en fonction du temps d'immersion .....	101
Figure A.3 : #Variation du travail des 3 CBP à 35% en fonction du temps d'immersion .....	102
Figure A.4 : Variation du MOR des 3 CBP à 25% en fonction du temps d'immersion .....	102
Figure A.5 : Déformations maximales des CMDF2 en fonction du temps et a différentes proportions en fibres .....	103
Figure A.6 : Déformations maximales des CMDF3 en fonction du temps et a différentes proportions en fibres .....	103

## LISTE DES SYMBOLES

h	Heures
$p$	Probabilité (valeur comprise entre 0 et 1, sans unité)
t	Temps (h)
A	Allongement à la rupture
E	Module d'élasticité (MPa)
F	Valeur de F (statistique, sans unité)
MOE	Module d'élasticité (GPa)
MOR	Module de rupture (MPa)
$R_{(IZOD)}$	Résistance au choc (IZOD)
T	Température (°C)
$T_{fle}$	Température de fléchissement sous charge (1,8 N/mm <sup>2</sup> )
$\alpha$	Niveau de confiance (statistique, sans unité)
$\rho$	Densité (sans unité)
$\sigma$	Contrainte (MPa)
$\sigma_{traction}$	Résistance à la traction (MPa)
$\sigma_{flexion}$	Contrainte en flexion (MPa)

## LISTE DES ACRONYMES

CO	Monoxyde de carbone
COV	Composés organiques volatiles
DF	Fibres de bois issues de la démolition
HDPE	Polyéthylène haute densité
LDPE	Polyéthylène basse densité
LLDPE	Polyéthylène linéaire basse densité
MAHDPE	polyéthylène haute densité greffé d'anhydride maléique
MAPE	Polyéthylène modifié à l'anhydride maléique
MAPP	Polypropylène maléaté ou polypropylène modifié à l'anhydride
MDF	Panneaux de fibres de densité moyenne
NO <sub>x</sub>	Oxydes d'azote
PET	Polyéthylène Téréphtalate (Polyester)
PF	Phénol formaldéhyde
PMMA	Poly méthacrylate de méthyle à l'état amorphe
PP	Polypropylène
PR	Résine phénolique
PS	Polystyrène
PVC	Chlorure de polyvinyle rigide

RMD	Règlement sur les matières dangereuses
RPET	Polyéthylène téréphtalique recyclé
TGA	Analyse thermogravimétrique
UF	Urée formaldéhyde
WA	Absorption d'eau après 24h d'immersion
WF	Fibres de bois

## CHAPITRE I

### INTRODUCTION

Les composites fabriqués à partir de fibres (végétales, de verre, de carbone, etc..) et de différents types de matrices polymériques constituent une importante classe de bio produits se caractérisant par de nombreuses possibilités d'applications. Les fibres de bois ont été les premières fibres utilisées comme renfort dans des résines thermoplastiques ou thermodurcissables puisqu'elles présentent plusieurs avantages tels que de bonnes propriétés de résistance et de dureté (*Gamstedt et al., 2007*). Cette nouvelle classe de composites bois- plastiques offrent des opportunités intéressantes autant au niveau des propriétés physiques et mécaniques qu'au niveau du faible coût de production. Ces composites se caractérisent par rapport aux panneaux de bois (panneaux de particules, OSB, MDF, etc.) par une meilleure stabilité dimensionnelle et une meilleure résistance à l'humidité, à la pourriture et aux insectes, favorisées par l'incorporation du plastique (*Falk et al., 1999*). De plus, ils sont écologiques et recyclables.

Généralement, les composites bois -plastiques (CBP) sont formés grâce à la polymérisation d'un monomère dans les pores vides du bois solide. La matrice polymère a pour rôle de répartir la charge entre les fibres et d'assurer l'assemblage et l'adhésion entre ces dernières (*Haque, 1997*).

L'utilisation des composites bois/ plastiques se résume présentement à quatre marchés cibles : articles pour la construction, l'infrastructure, le jardinage, ainsi que la finition (*Koubaa, 2005*).

Depuis plusieurs années, le recyclage est devenu indispensable dans notre société et fait partie de notre mode de vie. D'abord, on recyclait des matières telles que le papier, le plastique et le verre, ensuite on a commencé à s'intéresser à de nouveaux matériaux comme les résidus de l'industrie des panneaux de bois, en particulier le panneau de moyenne densité (MDF).

Ce panneau occupe une place très importante dans l'industrie de l'ameublement. Cependant, le plus grand obstacle auquel cette industrie fait face est la contamination de ses résidus, puisque la résine urée-formaldéhyde (ou phénol-formaldéhyde) est l'un des deux principaux éléments constituant le panneau avec les fibres de bois (*Gilbert, 2005*). La présence de formaldéhyde dans la résine, produit toxique pour la santé peut nuire aussi bien au potentiel de récupération de ces résidus qu'à l'environnement.

Les nouvelles réglementations pour la gestion des résidus dangereux de l'industrie des panneaux de bois ont été mises en place afin de réduire les émissions de composés organiques volatiles (COV) des industries du bois lors de la disposition de ses déchets par incinération ou leur utilisation pour la génération d'énergie. De plus, les coûts économiques et les risques environnementaux dus à ces pratiques ont amené l'industrie du bois et les chercheurs à faire les meilleurs choix et à identifier de nouvelles possibilités pour valoriser les résidus des panneaux.

Une solution de récupération de ces résidus est leur utilisation dans la conception de composites bois-plastiques. En effet, les CBP sont couramment constitués de matériaux recyclés ou résiduels, et répondent bien aux exigences écologiques.

C'est dans ce cadre qu'on peut situer notre travail dont l'objectif principal consiste à évaluer le potentiel des résidus des panneaux de moyenne densité (MDF) pour la production de composites bois-plastiques. Trois fibres MDF ont été étudiées : fibres vierges, fibres avec résine non réagie, fibres avec résine durcie. Nous avons étudié l'effet de type de fibres sur les propriétés des CBP et le rôle de la résine dans le développement de ces propriétés.

## CHAPITRE II

### ÉTAT DE CONNAISSANCE

#### 2.1. Matière première

##### 2.1.1 Les fibres du bois

Le bois est constitué de plusieurs cellules comme les fibres. Ces fibres sont composées de matières organiques: cellulose, hémicellulose et lignine et d'une proportion d'extractibles généralement faible (gommes, résines, protéines, etc.). La composition des fibres du bois dépendent de la classe de l'arbre (résineux ou feuillus), de l'espèce et des individus de la même espèce (i.e. aubier, bois de cœur).

Depuis plusieurs années, bien que les fibres de bois présente plusieurs avantages lorsqu'elles sont employées comme charges pour la fabrication de composites bois-plastiques, il existe toutefois, des inconvénients majeurs notamment leur forte rétention d'humidité, leur photo-dégradation, ainsi que la forte incompatibilité de l'interface bois/polymère (*Clemons, 2002; Michaud, 2003*).

##### 2.1.2 Les polymères synthétiques

Selon leur comportement vis-à-vis de la chaleur, les polymères peuvent être divisés en deux grandes classes: les thermoplastiques et les thermodurcissables. Les thermoplastiques, peuvent se ramollir chaque fois qu'ils sont portés à une température déterminée après leur mise en forme (Polypropylène PP, Polyéthylène PE, Chlorure de polyvinyle PVC, etc.).

L'autre groupe est celui des matériaux polymères thermodurcissables (Époxy, Polyuréthane, colles phénoliques, etc.). Ces polymères ont des structures réticulées, formant un réseau 3D et caractérisés par des liaisons covalentes qui assurent les pontages entre les chaînes. Chaque polymère de ces deux groupes possède un ensemble de propriétés et de procédés de fabrication spécifiques. Cependant, l'incorporation de charges (ou renforts) peut modifier leurs caractéristiques physiques et mécaniques (*Trotignon et al., 1996; Nabi Saheb et Jog, 1999*).

### ▪ Les thermoplastiques

Ce sont des matériaux synthétiques constitués de polymères linéaires ou ramifiés. Le matériau thermoplastique est fusible sous l'effet de la chaleur et se solidifie par refroidissement et ceci plusieurs fois. Le tableau 2.1 montre quelques caractéristiques des polymères thermoplastiques les plus utilisés.

Tableau 2.1 : Caractéristiques de quelques thermoplastiques (*Morin, 2000 ; Bailon et Dorlot, 2005*)

Polymère	Densité	$\sigma_{\text{traction}}$ (N/mm <sup>2</sup> )	MOE (N/mm <sup>2</sup> )	A (%)	$R_{(IZOD)}$ (KJ/m <sup>2</sup> )	$T_{\text{fle}}$ (°C)
PVC	1,5	50	2400	10 - 50	-	60
PS	1,05	40	2800 - 3500	4	-	90
HDPE	0,95	30 - 35	1000	700 - 1000	5	77
PET	1,39	2,5	3400	90	3	80
PMMA	1,19	65	3300	4	15	95
PP	0,91	20 - 40	1100 - 1600	200 - 1000	-	100

$\sigma_{\text{traction}}$  : Résistance à la traction ; MOE : Module d'élasticité en flexion; A : Allongement à la rupture ;  $R_{(IZOD)}$  : Résistance au choc (IZOD) ;  $T_{\text{fle}}$  : Température de fléchissement sous charge (1,8 N/mm<sup>2</sup>)

PVC : Chlorure de polyvinyle rigide ; PS : Polystyrène à l'état cristal

HDPE : Polyéthylène à haute densité ; PET : Polyéthylène Téréphtalate cristallin

PMMA : Poly méthacrylate de méthyle à l'état amorphe ;

PP : Polypropylène à l'état semi cristallin

Les thermoplastiques sont utilisés comme éléments structuraux et décoratifs dans diverses applications (le bâtiment, la construction, etc.). Dans l'industrie, ces matières sont transformées essentiellement par extrusion en matériaux fonctionnels. Elles peuvent être recyclées après utilisation. Les thermoplastiques sont généralement des matériaux ductiles.

#### ▪ Les thermodurcissables

Les thermodurcissables sont des plastiques à base de polymères qui, ayant subi une réaction chimique (amorcée par la chaleur, par les catalyseurs ou par la lumière UV), se transforment en un produit relativement infusible et insoluble. Il se trouve à l'état réticulé. Ces polymères se comportent donc comme le béton: après la réticulation, on ne peut plus les fondre ou les mouler à nouveau.

Les plastiques thermodurcissables typiques sont les phénoliques, les polyuréthanes, les mélamines, les urées formaldéhydes (urée-formols) et ceux à base de résines époxydes. Les colles, ou polymères thermodurcissables, sont largement utilisés pour le collage du bois ou dans la fabrication de composites à base de bois, en particulier ceux à base de fibres cellulosiques (*Koubaa, 2005*).

Les thermodurcissables sont utilisés comme adhésifs pour le bois et les fibres de bois. Les adhésifs (résines) les plus couramment employées par l'industrie des panneaux de bois sont l'urée formaldéhyde (UF) (*Xing, 2003*), le phénol formaldéhyde (PF) et les colles isocyanates (*Rosthauser et al., 1997*). L'adhésion résine-bois est très importante pour améliorer la qualité des produits finis. Les bois les plus difficiles à coller sont les bois riches en résines, gommés ou matières huileuses (pin maritime, teck). D'autre part, la teneur en humidité du bois a des effets sur l'adhésion puisqu'un excès d'eau dans le bois risque de diluer la résine. D'autre

part, un manque d'humidité peut provoquer une prise trop rapide (Xing, 2003 ; 2006). Le tableau 2.2 montre les principales caractéristiques des résines thermodurcissables.

Dans l'industrie du bois, les panneaux sont traditionnellement fabriqués à partir de l'urée formaldéhyde (UF) qui est à bon marché et son traitement de surface est plus rapide par rapport à d'autres résines. Les inconvénients de l'utilisation de cette résine pour les panneaux incluant ceux de moyenne densité (MDF) sont les émissions du formaldéhyde et la faible durabilité dans les conditions environnementales humides qui causent la dégradation des liaisons adhésives formées par la résine (Park et al., 2001). C'est pourquoi les panneaux MDF encollés avec cette résine sont limités à des applications intérieures.

La résine phénol formaldéhyde (PF) est connue comme étant un adhésif à usage structural et extérieur. Elle est moins utilisée que la résine UF dans l'industrie du MDF car elle est plus chère et son degré de prise est plus lent (Riedl, 2007).

Tableau 2.2 : .Caractéristiques des résines thermodurcissables (Berreur, 2002)

Résine	$\rho$	$\sigma_{\text{traction}}$ (GPa)	MOE (GPa)	Tc (°C)
Polyester	1,2	50 - 65	3	120
Phénol Formaldéhyde	1,2	40 - 50	3	120 - 150
Époxyde	1,1 - 1,4	50 - 90	3	120 - 200
Polyuréthane	1,1 - 1,5	20 - 50	1	100 - 120
Vinyl-ester	1,15	70 - 80	3,5	140

$\rho$  : densité ; MOE : Module d'élasticité (en flexion) ;  $\sigma_{\text{traction}}$  : Résistance à la traction ; Tc : Tenue à la chaleur continue

### 2.1.3 Les adjuvants

Les deux constituants principaux d'un composite qui sont : le renfort et la matrice peuvent être mélangés avec des additifs nécessaires pour assurer de bonnes

liaisons et améliorer l'adhésion entre les éléments du produit final. Les adjuvants ou additifs ajoutés permettent également de modifier l'aspect ou de perfectionner les caractéristiques de la matière à laquelle ils sont ajoutés. Ils se présentent sous forme d'agents de couplage, de lubrifiants, de pigments de coloration et d'agents anti-UV, etc. Les lubrifiants sont incorporés aux polymères plastiques afin d'assurer une lubrification externe et interne. D'une part, ils réduisent le frottement externe entre le polymère et la surface métallique de l'équipement de mise en forme; d'autre part, ils améliorent les caractéristiques d'écoulement interne du polymère, tout en augmentant les propriétés de mouillage des composants.

Dans l'industrie des CBP, on emploie les additifs (sous forme de lubrifiants et d'agents de couplage) qui favorisent l'adhésion des fibres de bois (hydrophiles) et plastiques (hydrophobes). C'est souvent le couplage des agents chimiques (traitement à l'anhydride maléique, etc.) (*Garcia, 2006; Lu, 2000*) qui est utilisé pour améliorer l'affinité et l'adhésion fibres-matrice. Lors de leur étude sur les agents de couplage dans les composites bois-plastiques, *Lu et al. (2000)* ont mis en évidence le fait que les agents organiques génèrent une meilleure adhésion que les agents inorganiques. D'une manière générale, il est possible d'améliorer la résistance à l'impact grâce à une grande quantité d'additif (10%).

## **2.2. Les techniques de fabrication des composites**

Il existe deux grandes techniques de fabrication des CBP : les techniques plasturgistes et les techniques industrielles. Les techniques plasturgistes ont pour point commun la réalisation du mélange des matières premières à une température correspondant à une phase liquéfiée des plastiques. Ce dispositif permet de réaliser un mélange homogénéisé de fibres cellulosiques et d'un thermoplastique à haute température. Une fois le mélange réalisé, il est possible de fabriquer le produit par extrusion, compression ou injection, etc.



### **2.2.2 L'injection**

L'injection est un procédé semi-continu dans lequel un polymère fondu est injecté d'abord, dans un moule tempéré et retenu sous pression. Puis, on le retire lorsqu'il est solidifié. En fait, une presse à injection peut être représentée comme un hybride entre une extrudeuse et une presse à compression. Comme l'extrusion, la résine est incorporée dans une trémie et plastifiée par une vis d'accumulation. À la différence de l'extrusion, la vis de la presse recule à mesure que s'effectue la plastification. Le polymère fondu et homogénéisé, s'entasse à l'avant de la vis dans la zone d'accumulation. Lorsqu'une quantité prédéterminée de polymère a été plastifiée, la vis agit comme un piston et injecte la résine à haute pression vers le moule tempéré. Avec ce procédé, on peut fabriquer une large variété de produits pour différentes applications. En particulier, les CBP fabriqués par injection ont l'avantage d'avoir des performances supérieures à ceux fabriqués par extrusion puisque les fibres de bois dans ce cas sont mieux orientées dans la matrice plastique (*Beg, 2007; Stark et al., 2004*). De plus, leur conception est simple et ils ont une excellente finition.

### **2.2.3 L'imprégnation**

L'imprégnation est un type de traitement agissant par pénétration d'un produit dans le bois. Suivant le procédé de mise en œuvre, la nature du bois et la formule du produit, l'imprégnation peut être profonde, ou n'intéresser que l'épaisseur ou la périphérie des pièces traitées.

### **2.2.4 La thermo-consolidation**

Il s'agit de la fabrication de composites à base de bois par compression d'un matelas de fibres, de copeaux ou particules liées par un adhésif. Une large variété de fibres de bois ou synthétiques peut être assemblée en un matelas aléatoire ou orienté

(Michaud, 2003). Les produits fabriqués par cette technique ont de bonnes propriétés mécaniques permettant ainsi d'obtenir à la fois des matériaux rigides et légers.

Les composites bois/plastiques conçus par formation d'un matelas fibreux selon *Bledzki et al. (1998b)* présentent des propriétés supérieures à celles du MDF. Dans cette étude, il a été prouvé que la nature du bois et du polymère plastique, leur proportion ainsi que les liaisons internes entre fibres et matrice sont les plus importants paramètres qui contrôlent les propriétés physico-mécaniques des composites.

La comparaison des résultats (Tableau 2.3) montrent que les composites formés par un matelas fibreux avec une quantité en bois 55%, présente approximativement des propriétés mécaniques similaires à celles du MDF, dû à la structure des fibres, mais toutefois très inférieure au bois naturel.

Tableau 2.3 : Comparaison des propriétés mécaniques des CBP (*Bledzki et al., 1998b*)

Composites	Proportions (%)	$E_{flexion}$ (GPa)	$\sigma_{flexion}$ (MPa)	$E_{traction}$ (GPa)	$\sigma_{traction}$ (MPa)
Bois / PP	55/45	2,3	41,2	2,6	21,4
Bois naturel (pin)	100	9,4	87,9	10,1	43,6
MDF (10% UF)	100	3,9	36,7	3,1	17

$E_{flexion}$  : module d'élasticité en flexion

$\sigma_{flexion}$  : contrainte en flexion

$E_{traction}$  : module de d'élasticité (en traction)

$\sigma_{traction}$  : résistance à la traction

Les composites formés par thermo consolidation sont beaucoup moins étudiés et moins nombreux que les composites issus des techniques plasturgistes. L'étude de *Youngquist et al. (1992)* souligne l'importance du rôle de la densité du matériau sur ses propriétés puisqu'il existe une importante corrélation entre ces deux paramètres. La formulation de 80% de bois avec 10% de polyéthylène et 10% de résine

phénolique constitue la meilleure formulation de point de vue propriétés mécaniques. Dans ce cas, l'adhésion entre les fibres de bois et le thermoplastique augmente par l'ajout de la résine phénolique.

## **2.3. Influence des caractéristiques des constituants sur les propriétés du composite**

### **2.3.1 Généralités sur les composites bois-plastiques**

Généralement, un matériau composite à base de bois est constitué par :

- Une matrice organique (polymère)
- Une structure de renfort constituée de fibres

On distinguera deux groupes de composites:

- Le premier groupe comprend l'ensemble des composites bois/thermoplastiques.
- Le second groupe sera celui des composites utilisant une résine thermodurcissable comme adhésif (en faible proportion). Ce sont surtout les panneaux à base de bois : les panneaux de particules, OSB, MDF, etc.

De nombreux auteurs ont étudié les composites bois/polymères. Chaque produit présente une constitution propre, lui permettant d'être utilisé dans une application bien spécifique. Dans notre projet, on s'est intéressé surtout au premier groupe, celui des CBP avec une résine thermoplastique (HDPE) comme matrice en présence d'une matrice thermodurcissable (UF).

La plupart du temps, ces composites sont fabriqués à partir de polyéthylène (vierge et/ou recyclé) pour des utilisations dans les composantes extérieures des bâtiments. Les CBP fabriqués à partir de polypropylène sont utilisés dans les applications pour l'industrie de l'automobile et les produits de consommation ainsi que l'industrie du bâtiment (*Clemons, 2002*). Ceux à base de PVC sont utilisés dans

l'industrie des fenêtres et les plateformes. Vu la stabilité thermique limitée du bois, sa modification chimique débute à partir de 160°C. Généralement dans les CBP, on utilise les fibres à des températures au dessous de 225°C (température de dégradation des fibres de bois). Il est important de mentionner que la performance d'un composite renforcé par des fibres dépend en grande partie de l'adhésion entre les fibres et la matrice thermoplastique.

### **2.3.2 Influence de la nature et la quantité des constituants**

La charge ou le renfort d'un matériau composite est une substance relativement inerte ajoutée à certains plastiques en proportion variant de 5 à 60%, en vue d'améliorer ses caractéristiques, par exemple la dureté, la résistance à l'abrasion, la résistance aux chocs, la résistance aux solvants ou d'en modifier les caractéristiques électriques. Certains renforts sont ajoutés aux plastiques surtout dans le but d'en réduire le coût.

L'un des facteurs les plus significatifs qui affecte les propriétés mécaniques des composites est le contenu en renfort. D'une façon générale, lorsqu'on augmente le pourcentage de renforts (fibres de bois), les propriétés mécaniques et physiques sont améliorées. Dans l'étude de *Julson et al. (2004)*, les modules d'élasticité (MOE) et de rupture (MOR) en flexion et en traction augmentent en passant de 20% à 30% de contenu en fibres. Par exemple, les MOE en flexion passent de 753 MPa à 1037 MPa pour les composites à base de polyéthylène et de fibres de bois de 40 mesh (Tableau 2.4). Ceci peut être expliqué par l'augmentation de la fraction volumique des fibres se caractérisant par un module d'élasticité élevé. D'autre part, la même étude a montré que les particules ou les fibres de faibles dimensions peuvent être considérées comme charges et améliorent ainsi la résistance en traction surtout pour les composites à base de polypropylène et de fibres de bois (Tableau 2.5).

Tableau 2.4 : Propriétés des composites de polyéthylène chargé de fibres de bois  
(*Julson et al., 2004*)

Type de charge	Granulométrie	Flexion		Traction		Résilience IZOD
		MOE (MPa)	MOR (MPa)	MOE (MPa)	MOR (MPa)	(non entaillé) (J/m)
20% pins	40 Mesh	753	29,12	699	21,36	94,51
	60 Mesh	832	30,67	707	22,39	110,13
	80 Mesh	741	28,44	711	21,1	116,03
30% pins	40 Mesh	1037	31,59	854	20,59	46,07
	60 Mesh	1201	33,81	977	22,75	55,41
	80 Mesh	1023	31,45	903	20,64	64,57

Tableau 2.5 : Propriétés des composites de polypropylène chargé de fibres de bois  
(*Julson et al., 2004*)

Type de charge	Granulométrie	Flexion		Traction		Résilience IZOD
		MOE (MPa)	MOR (MPa)	MOE (MPa)	MOR (MPa)	(non entaillé) (J/m)
20% pins	40 Mesh	1528	51,95	1052	33,05	135,09
	60 Mesh	1704	54,71	1096	33,15	142,91
	80 Mesh	1730	53,64	1037	29,09	126,11
30% pins	40 Mesh	1959	52,5	1302	31,62	87,95
	60 Mesh	2128	54,3	1307	32,42	101,55
	80 Mesh	2283	53,52	1328	28,67	76,4

D'autre part, à de très hautes teneurs en fibres, la rigidité des composites commence à diminuer en raison de la grande variation de concentration, ce qui engendre une différence de répartition des contraintes (*Bibo et Hogg, 1996*). Depuis plusieurs décennies, il existe des matériaux contenant jusqu'à 95% de bois et qui ont de bonnes performances comme le cas des matelas consolidés (*Bledzki et al., 1998a*).

L'augmentation de la proportion de fibres ligno-cellulosiques a aussi pour conséquence directe la multiplication des problèmes liés à l'usage d'un matériau biologique hygroscopique et putrescible. Les propriétés d'élongation, la résistance à l'impact sont diminuées par l'accroissement de la quantité de bois (*Bledzki et al., 1998a*). D'autre part, la proportion de plastique joue aussi un rôle au même titre que la proportion de bois, ces quantités étant toutefois complémentaires. En effet, les propriétés de chaque polymère sont variables, et par conséquent la matrice n'apporte pas les mêmes performances, qu'il s'agisse de polyéthylène haute densité, basse densité, de polypropylène rigide ou souple ou de PVC, etc. Le tableau 2.6 extrait des travaux de *Bledzki et al. (1998b)* donne une idée des variations des propriétés mécaniques dues à la matrice.

Tableau 2.6: Propriétés mécaniques des CBP selon le polymère (*Bledzki et al. 1998b*)

Composites	Proportions (%)	$E_{flexion}$ (GPa)	$\sigma_{flexion}$ (MPa)	$E_{traction}$ (GPa)	$\sigma_{traction}$ (MPa)
Bois / PP	55/45	2,3	41,2	2,6	21,4
Bois / PE	55/45	2,3	28,4	2,4	16,2
Bois / PVC souple	50/50	0,5	14,5	0,5	7,1
Bois/ PVC-souple/PVC-rigide	50/25/25	2,7	40	2,6	21,9

$E_{flexion}$  : module d'élasticité en flexion

$\sigma_{flexion}$  : contrainte en flexion

$E_{traction}$  : module de d'élasticité (en traction)

$\sigma_{traction}$  : résistance à la traction

Les problèmes liés à l'humidité sont améliorés grâce au thermoplastique et par conséquent on assiste à une augmentation des propriétés mécaniques du composite sous conditions humides. Les résultats de *Bledzki et al. (1998a)* montrent bien cette tendance. La comparaison que les auteurs ont effectuée entre le CBP et le panneau MDF est très intéressante. En effet, la résistance à la flexion après 28 jours dans l'eau

est réduite de 95% pour le MDF alors que les CBP n'ont subi qu'une baisse de 8 à 35% pour ceux à base de polypropylène et de PVC, respectivement. Le choix du polymère est important car il influe aussi sur les modifications d'interface.

Plusieurs essais sur les propriétés mécaniques des polymères vierges et mélangés avec de la fibre de bois ont été réalisés en changeant les proportions du thermoplastique (*Mehrabzedah et Farahmand, 2000; Julson et al., 2004; Stark, 1999*). D'autres classes de composites ont été conçues avec des matières recyclées seront développées dans les sections qui suivent.

### **2.3.3 Influence de la morphologie des fibres**

Le facteur de forme de la fibre (longueur / diamètre) est un paramètre critique pour les propriétés mécaniques du composite bois-plastique. Lors de nombreux travaux, la comparaison entre les différentes formes de bois utilisées dans l'industrie (farines, particules, fibres) a montré que les fibres se comportent comme des charges pour des facteurs de forme faibles, alors que les fibres à fort facteur de forme permettent un meilleur usage de leurs bonnes caractéristiques mécaniques (*Michaud, 2003*).

De plus, *Yam et al. (1990)* ont remarqué qu'il y a des relations entre le procédé d'extrusion et la longueur des fibres puisque la longueur finale des fibres dans le CBP dépend des paramètres d'extrusion. Un temps de mélangeage prolongé et une vitesse élevée des vis de l'extrudeuse augmentent la dispersion des fibres dans la matrice, mais les brisent.

Dans les composites bois plastiques, les fibres de petites dimensions sont plus faciles à disperser dans la matrice plastique que les fibres longues (*Migneault, 2007, Migneault et al., 2008a*). Selon *Gamstedt et al. (2007)*, l'utilisation des fibres à la place de la farine de bois a plusieurs avantages comme :

- Un renforcement et une rigidité plus efficaces.
- Un matériau plus résistant avec un taux de fluage plus réduit.

La plupart des fibres qui ont l'avantage spécifique d'être longues et minces (telles que les fibres à papier) agissent comme un renfort et permettent une augmentation des MOE si elles sont adéquatement orientées. De plus, la résistance et la rigidité sont améliorées en augmentant la longueur des fibres sous certaines conditions (*Wolcott et Englund, 1999; Gamstedt et al., 2007*):

- Il y a une bonne adhésion entre les fibres de bois et la matrice plastique
- Les fibres sont uniformément dispersées dans la matrice
- Les fibres sont adéquatement orientées

Les particules de bois de petites dimensions sont typiquement utilisées comme fibres de remplissage et causent souvent une concentration des contraintes avec une diminution de la résistance du matériau obtenu. Par ailleurs, des études ont montré que de petites particules bien dispersées augmentent généralement les propriétés de résistance (*Oksman et Clemons, 1998*).

### **2.3.4 Influence de l'humidité et de la température**

L'humidité est un paramètre important pour les fibres de bois utilisées comme renforts dans les composites à base de bois. Ces fibres présentent un caractère hydrophile et subissent ainsi des déformations importantes lorsqu'elles se trouvent dans une atmosphère humide. Ceci a plusieurs effets sur l'adhésion ainsi que sur les caractéristiques mécaniques et physiques du produit. Cet inconvénient joue donc un rôle sur leur emploi ultérieur. De plus, le gonflement, la résistance à l'eau ou au feu sont fortement dépendants du renfort (*Takatanil et al., 2000*).

Dans la littérature, on retrouve deux résultats contradictoires. En général, l'absorption d'humidité provoque la diminution des propriétés mécaniques d'un matériau à base d'une matrice thermoplastique consolidée par des fibres naturelles.

L'humidité peut aussi migrer le long de l'interface fibre-matrice et influence l'adhésion entre ces dernières causant ainsi la perte de rigidité et parfois la dégradation des fibres. L'absorption d'eau des composites formés par du polypropylène et des fibres naturelles a été examinée par *Espert et al. (2004)*. Il a été montré qu'il y a diminution des propriétés mécaniques notamment le module d'Young et le module de rupture sous conditions humides.

*Balatinecz et Park (1997)* ont étudié les effets de l'humidité sur les propriétés mécaniques des CBP et ont constaté que l'absorption d'eau cause la diminution de la résistance à la traction et en flexion avec une augmentation de la résistance aux chocs. *Stark et Rowlands (2003)* ont examiné l'influence des différents taux d'humidité relative (30%, 56% et 90%) sur les propriétés mécaniques (résistance en traction, résistance en flexion et résistance d'impact) des composites fabriqués à partir de PP avec 20% et 40% de farine de bois. Il a été conclu que l'augmentation du contenu en bois favorise l'absorption d'humidité et pourrait causer plus de diminution des propriétés mécaniques. Ce résultat est confirmé par celui de *Lin et al. (2002)* qui ont examiné l'influence de l'absorption de l'humidité sur les propriétés mécaniques des composites formés par des fibres de bois et du PP.

Cependant, dans certains cas, l'eau peut agir comme un plastifiant lorsqu'elle est absorbée par une matrice thermoplastique consolidée par des fibres naturelles. D'après l'étude de *Karmaker et al. (1994)*, le gonflement des composites fabriqués avec du polypropylène et de fibre de jute a des effets positifs sur les propriétés mécaniques. Donc, l'amélioration de l'interface fibre-matrice peut améliorer la résistance à l'eau des composites.

Selon *Stark (1999)*, les composites bois- plastiques conçus par différents procédés de fabrication absorbent moins l'humidité et moins rapidement que le bois massif. Ils ont une meilleure résistance à la pourriture et aux attaques de

champignons. En comparaison avec les panneaux de bois tels que les panneaux de MDF, les composites présentent un meilleur comportement hygroscopique (*Bledzki et al., 1998a*). Les composites fabriqués par injection ont une meilleure stabilité dimensionnelle que ceux extrudés (*Stark, 1999; Migneault et al., 2008b*).

La solution la plus courante pour stabiliser les matériaux à base de bois est le traitement chimique et thermique des fibres. Pour les composites avec un contenu élevé en fibres de bois, certains fabricants incorporent des additifs pour diminuer les effets de l'humidité. D'une façon générale, il y a une différence notable entre les fibres traitées et non traitées. D'après *Garcia (2005)*, les fibres de bois traitées avec le polypropylène maléaté (MAPP) peuvent changer les caractéristiques du panneau à base de bois en particulier le MDF. En effet, la comparaison de l'absorption d'eau par capillarité a montré que les panneaux MDF produits par des fibres traitées absorbent moins d'humidité que les fibres non traitées et ceci pour toutes les teneurs en MAPP.

Une autre méthode qu'on trouve dans la littérature est l'utilisation du bois rétifé dans la conception de composites bois-plastiques (*May et al., 1990*). Cette étude montre bien que l'utilisation des fibres de pin traitées thermiquement à une température de 260°C en atmosphère inerte permet une faible reprise d'humidité des composites obtenus par compression. Le bois rétifé présente de faibles variations dimensionnelles lorsqu'il est soumis à l'eau ou à l'humidité. Toutefois pour garder des propriétés mécaniques et une bonne stabilité dimensionnelle de ces composites, il est nécessaire de se situer aux environs de 60% de contenu en charges.

### **2.3.5 Effets de la dispersion et l'orientation des fibres**

Les fibres doivent être orientées dans le sens de l'extrusion ou de l'écoulement pour permettre d'obtenir de bonnes propriétés mécaniques et une augmentation de la rigidité (*Gamstedt et al., 2007*). Si les fibres sont orientées transversalement par rapport à la direction de l'écoulement, les contraintes sont

augmentées. Par la suite, les fibres réparties aléatoirement ou mal réparties contribuent à la diminution de la rigidité des composites (*Wolcott et Englund, 1999*). Dans ce cas, les produits obtenus se dégradent plus facilement à cause de la grande concentration des contraintes à des endroits différents du matériau.

## **2.4. Les composites à base de matières recyclées**

### **2.4.1 Recyclage et situation actuelle**

De nos jours, les matières ligneuses et plastiques, sous toutes ses formes, sont les matériaux où un maximum d'effort est déployé pour en optimiser l'utilisation. Pour les matières plastiques, *Selke et Wichman (2004)* ont classé les quantités de plastiques dans les décharges publiques aux Canada et aux États Unis (Figure 2.2).

Pour la gestion et le recyclage de ces résidus industriels, un questionnaire a été distribué aux industriels de fabrication de panneaux composites (140 usines actives) en Amérique du nord, afin d'étudier le volume des résidus générés et les pratiques utilisées. Il a été démontré que le polyéthylène basse densité (LDPE) possède le pourcentage le plus important, suivi dans l'ordre décroissant par le polyéthylène haute densité (HDPE), le polypropylène (PP), le polyester (PET) et le polystyrène (PS), (*Selke et Wichman, 2004*).

L'autre aspect du recyclage est la réutilisation des matériaux à base de bois. *Smith (2002)* a démontré que les usines des panneaux à base de bois de l'Amérique du nord génèrent environ 100 tonnes par jour de résidus provenant de l'industrie des panneaux de particules, de MDF, etc. Les différentes utilisations et valorisations de ces résidus font l'objet de la partie suivante.

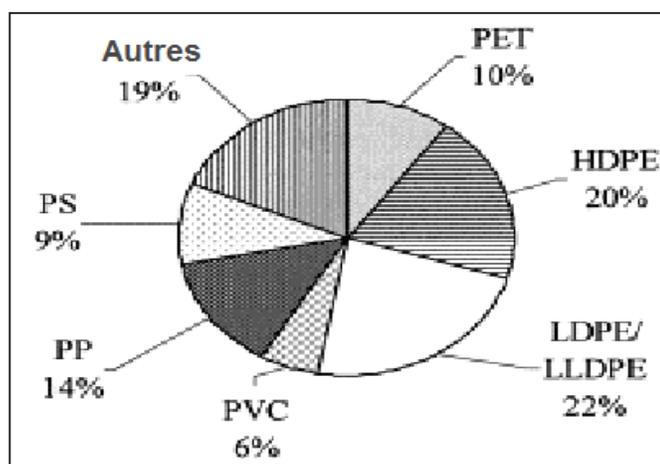


Figure 2.2 : Classement des déchets plastiques dans les décharges publiques en Amérique du Nord, (*Selke et Wichman, 2004*)

#### 2.4.2 Récupération et valorisation des résidus du bois

L'industrie des produits à base de bois joue un rôle important dans l'économie nationale et régionale du Québec. La transformation de la matière ligneuse représente une part considérable des activités de l'industrie forestière. Cette quantité a été évaluée à 160 000 tonnes/année pour l'ensemble des régions du Québec (*Gilbert, 2005*).

Les résidus de l'industrie du bois proviennent essentiellement de la première et de la seconde transformation. Les panneaux sont initialement fabriqués par l'industrie de la transformation primaire. Par la suite, ils sont achetés par les entreprises de la seconde transformation pour être convertis en biens commerciaux (meubles, accessoires, moulures, ébénisterie architecturale et autres). Cette deuxième étape mène à la production de sciures, poussières et retailles de panneaux contenant de la résine.

L'ajout de résidus dans les produits fabriqués ou dans le procédé de fabrication semble être la solution la plus intéressante et la plus utilisée dans

l'industrie des panneaux. Toutefois, d'autres voies de valorisation doivent être considérées afin de trouver la meilleure. Selon *Smith (2002)*, dans l'industrie, 90% du volume de la matière première (bois) est convertie en produits finis et commercialisables. La grande partie des 10% restante est incinérée et jetée dans les décharges, ou transformée en carburant, sinon utilisée pour produire de l'énergie. Quelques résidus de panneaux sont utilisés pour la fabrication d'articles d'emballage.

D'autre part, les résidus générés par l'industrie des panneaux peuvent être convertis en produits valorisés et commerciaux (meubles et autres produits finis). Quelques usines sont capables de gérer leurs résidus et d'économiser les frais liés au transport. Mais le taux global des résidus réels générés est important (en moyenne 3 tonnes/jour/usine) (*Smith, 2002*).

Il faut noter que de nouvelles technologies dans le procédé de fabrication des panneaux lui même, sont mises en place par les industriels pour bien gérer l'utilisation de leur production et minimiser la génération des résidus, en particulier les presses continues, les outils de contrôle, les systèmes centralisés et intégrés. Dans notre projet, on s'est intéressé surtout aux possibilités de recyclage et de valorisation de l'un des résidus de l'industrie du bois à savoir le panneau de moyenne densité (MDF). Ceci requiert avant tout une connaissance de cette industrie.

### **2.4.3 Industrie des panneaux de fibres de moyenne densité (MDF)**

Le panneau de fibres de moyenne densité est un panneau non structural fabriqué à partir de fibres de bois agglomérées à l'aide d'une résine sous l'effet de la chaleur et de la pression. Sa masse volumique est comprise entre 600 et 800 kg/m<sup>3</sup> (*Berglund et Rowell, 2005*). Il possède une structure essentiellement homogène. Ce qui facilite les opérations d'application de peinture ou de revêtements décoratifs. C'est cette qualité qui a permis au MDF d'occuper une place importante dans l'industrie de l'ameublement. On l'utilise dans la fabrication de tablettes, meubles,

moulures plaquées, tables, accessoires, etc. Au Québec, les principales essences utilisées pour la production du MDF sont l'épinette et le sapin. On utilise aussi les résidus des usines de scierie et de placage de feuillus (Koubaa, 2005). La figure 2.3 illustre les étapes de fabrication du panneau MDF.

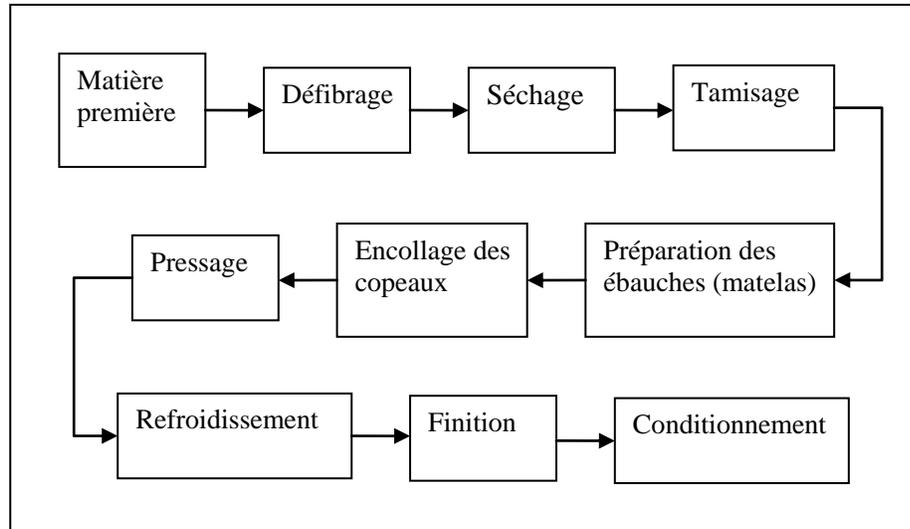


Figure 2.3 : Étapes de fabrication du panneau MDF (adapté de Berglund et Rowell, 2005)

Pour la fabrication du panneau MDF, on procède tout d'abord au défibrage où la bille de bois brut est introduite entre deux disques profilés qui séparent les fibres sous l'effet combiné de forces de cisaillement. Ensuite, on fait sécher les fibres dans un séchoir maintenu à très haute température (180°C). Le tamisage dans des tamis rotatifs ou circulaires sert à classer les fibres.

Pour assurer la qualité du panneau, il faut éliminer à la fois les particules très grosses et celles qui sont très fines, ainsi que les débris et les sables, car ils usent les machines. Par la suite, on procède à l'injection de la résine à l'aide d'une buse. Les fibres sèches et encollées se déposent sur une toile métallique, formant le matelas.

Les particules sont ensuite introduites dans la presse, d'une part pour polymériser la résine et lier les fibres et d'autre part, pour compacter et stabiliser le panneau sous l'effet de la chaleur pour qu'il conserve l'épaisseur et la densité voulues dans les conditions d'emploi normal. Finalement, on effectue le découpage des panneaux soit avant soit après leur refroidissement suivi du ponçage qui est réalisé à froid afin d'éviter l'arrachement des fibres superficielles.

Selon *Xing et al. (2006)*, plusieurs facteurs ont des influences directes sur les propriétés des panneaux incluant le type de la résine, les conditions de chauffage et de pressage ainsi que les caractéristiques des fibres. De plus, l'acidité du bois joue un rôle direct sur le temps de prise et le comportement de la résine.

Dans la fabrication du MDF, on utilise le plus souvent des résines urée-formaldéhyde (UF) ou phénol formaldéhyde (PF). La présence du formaldéhyde dans la résine constitue un problème pour la santé (cancérogène probable) et l'environnement. Ceci influence le potentiel de récupération des résidus. Le ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec a mis en application, en décembre 1997, le *Règlement sur les matières dangereuses (RMD)*. La réglementation considère les résidus de bois encollés de résine susceptibles d'être des matières dangereuses résiduelles toxiques, car ils contiennent du formaldéhyde (*Gilbert, 2005*). La concentration limite pour ce contaminant est de 0,1% (1000 mg/kg). Au-delà de cette concentration, les résidus sont considérés matières dangereuses et doivent être gérés suivant le RMD.

Des études ont été menées pour déterminer les émissions provenant de la combustion due à l'incinération des résidus de l'industrie du bois. *Marutzky et Schriever (1986, 1988)* ont comparé les émissions de quelques combustibles. Le tableau 2.7 présente les résultats qu'ils ont obtenus.

Tableau 2.7 : Émissions lors de la combustion (*Marutzky et Schriever, 1986*)

Combustible	Émissions (mg/ MJ)		
	CO	Hydrocarbures	NO <sub>x</sub>
<i>Pin</i>	800	45	55
<i>Hêtre</i>	780	55	105
Panneau <sup>1</sup> + résine UF <sup>2</sup>	800	40	200
Panneau + résine UF + placage	1000	60	220
Panneau + résine UF + papier de résine mélamine	900	50	230
Panneau + résine UF + film de PVC	1500	100	170

1. Panneau : Panneau de particules
2. UF : Urée formaldéhyde

La présence de panneaux sans revêtement au sein des résidus est moins néfaste, mais la combustion des panneaux encollés provoque de fortes émissions de monoxyde de carbone (CO), d'hydrocarbures ou d'oxydes d'azote (NO<sub>x</sub>) dépendamment du type de résine utilisée.

#### 2.4.4 Propriétés des composites à base de matières recyclées

Les plastiques constituent une grande fraction des déchets municipaux à travers le monde. Leur contamination avec le papier provenant des contenants, saletés et autres déchets est très commune. Si ces plastiques sont combinés avec du bois ou autres fibres naturelles dans une structure composite, la rigidité et la résistance peuvent être augmentées (*Selke et Wichman, 2004 ; Youngquist et al., 1995*). Il existe deux types de recyclage : le recyclage des matières ligno-cellulosiques et celui des matières plastiques.

- Composites avec plastiques recyclés

Les polymères synthétiques ne sont pas tous recyclables mais les thermoplastiques le sont en général. Leurs propriétés peuvent, cependant, être modifiées de façon plus ou moins importante. C'est ce qu'ont observé *Selke et*

*Wichman (2004)* en comparant les propriétés mécaniques des composites à base de fibres de bois et de mélanges de polyoléfines recyclées. Les composites sont fabriqués par extrusion, à partir de fibres d'épinette et une matrice de HDPE vierge et recyclée (bouteilles de lait ayant subi un traitement et un nettoyage préliminaires).

Les études réalisées sur les CBP constitués de matériaux recyclés montrent qu'il n'y a pas de diminution significative des propriétés mécaniques avec la résistance à la traction. Les résultats sont comparables pour les composites avec ou sans matières recyclées (*Selke et Wichman, 2004*).

Pour les composites fabriqués par consolidation d'un matelas fibreux, *Youngquist et al. (1995)* ont même observé de légères améliorations en ajoutant un polymère plastique recyclé. Dans le cas des mélanges, le produit est assez stable, avec une légère baisse lorsque le composite est recyclé plusieurs fois. Il est important de noter que les thermoplastiques sélectionnés pour la fabrication des CBP doivent fondre aux alentours de 200°C et 220°C (température de dégradation des composantes ligno-cellulosiques) (*Bledzki et al., 1998b*).

Par ailleurs, dans l'étude de *Selke et Wichman (2004)*, l'ajout d'un additif tel que le polypropylène maléaté (MAPP) aux différents composites à base de polymère plastique recyclé améliore leurs performances mécaniques en terme de MOE et MOR en traction surtout pour les composites contenant 30% de fibres de bois et des pourcentages entre 2% et 5% en MAPP.

- Composites avec fibres recyclées

Les composites recyclés peuvent également être conçus à partir de différentes matières recyclées. Un choix évident pour un composite à base de bois est le recyclage de la fibre de bois. *Selke et Wichman (2004)* ont montré que les propriétés en traction des composites conçus avec du polyéthylène haute densité et 35% en

fibres de papier recyclé, sont semblables à celles de composites fabriqués à partir de fibres de bois vierges. L'ajout de polyéthylène haute densité greffé d'anhydride maléique (MAHDPE) a abouti à l'amélioration de l'adhérence entre les fibres et la matrice. Avec les formulations 2 et 6% en agent de couplage MAHDPE, on obtient de bien meilleurs résultats pour la résistance.

Dans la littérature, on ne trouve pas beaucoup de travaux qui traitent les propriétés de composites conçus à partir de thermoplastiques avec des fibres de MDF comme renfort. Par ailleurs, des études sur l'effet de la résine thermodurcissable et des fibres recyclées sur les propriétés des panneaux sont nombreux (*Xing, 2003; Garcia, 2006 ; Xing et al., 2006 ; Wan et Wang, 2002*).

Le type de résine retrouvée dans les panneaux recyclés et la technique de recyclage peuvent avoir un impact sur les propriétés des matériaux recyclés et des panneaux à base de tels matériaux. *Wan et Wang (2002)* ont évalué l'effet de trois techniques de recyclage, soit le broyage au broyeur à marteau, l'explosion par détente de vapeur et l'imprégnation chimique. Les deux dernières techniques augmentent le pH et le pouvoir tampon des particules provenant de panneaux MDF et de panneaux de particules encollées avec l'UF, ce qui nuit au procédé de fabrication de nouveaux panneaux.

## **2.5. Objectifs et hypothèses de la recherche**

L'analyse des travaux antérieurs a mis en évidence le fait que la récupération des résidus des panneaux de fibres de moyenne densité (MDF) nécessite des solutions urgentes vu les effets néfastes sur l'environnement et l'économie. Ceci est dû aux problèmes liés à la contamination par la résine urée formaldéhyde (UF) ou phénol formaldéhyde (PF) et les émissions de composés organiques volatiles tels que le formaldéhyde, lors de leur disposition par incinération ou utilisation pour la

génération d'énergie. Ainsi, il est important de trouver de nouvelles alternatives de valorisation de ces résidus. D'un autre côté, les résidus présentant un taux de contamination plus élevé soulèvent toujours des interrogations quant à la façon dont ils pourraient être récupérés.

Les objectifs de notre travail consistent alors à :

- Étudier le potentiel de valorisation des résidus du panneau de fibres de moyenne densité (MDF) ;
- Déterminer les paramètres de mise en forme des composites bois-plastiques en fonction de la nature et de la proportion des fibres MDF;
- Évaluer l'effet de type de fibres sur les propriétés des composites bois-plastiques;
- Vérifier si la résine thermodurcissable « durcie ou non » joue un rôle important dans le développement des propriétés des CBP.

Les hypothèses du présent travail sont les suivantes :

- Les fibres vierges et issues des résidus des panneaux MDF sont propices à la conception des CBP ;
- Les paramètres de mise en forme des CBP varient en fonction de la nature et des proportions des fibres ;
- Les propriétés des CBP varient en fonction de la nature et des proportions des fibres ;
- La résine thermodurcissable non réagie joue un rôle important dans le développement des propriétés des CBP;
- La résine thermodurcissable durcie agit comme agent de renfort et non comme agent de réticulation dans le CBP.

## CHAPITRE III

### MATÉRIEL ET MÉTHODES

#### 3.1. Matériel

Cette partie a pour but de définir la démarche expérimentale et les caractéristiques des matériaux employés dans notre étude. Pour cela, on définira les caractéristiques des différents produits (fibre, polyéthylène, agent de couplage) afin d'étudier leurs effets sur les propriétés des produits obtenus. On présentera par la suite, la méthode de fabrication des CBP suivi de leur caractérisation.

##### 3.1.1 Caractéristiques des fibres

###### 3.1.1.1 Propriétés anatomiques (FQA)

Les fibres utilisées dans nos polymères sont des fibres de panneaux de moyenne densité (MDF) sous forme de sciures de bois (fibres ou farine) issus d'usines de panneaux. En général, ces panneaux sont constitués par des mélanges de résineux principalement (épinette, sapin, pin) et de feuillus. Dans notre étude, les fibres proviennent de deux usines différentes (Tableau 3.1).

Elles ont été obtenues suite à un défibrage et ont subies les étapes initiales du procédé de fabrication du panneau MDF :

- Les fibres MDF1 sont les résidus de ponçage et de rabotage. Elles ont été reçues sous forme de farine de bois. La résine est donc réagie et déjà durcie après l'étape de pressage. Elle n'est plus active d'après *Xing (2003)*.
- Les fibres notées MDF2 ont été encollées avec de la résine UF et contiennent les autres additifs utilisés pour la fabrication des panneaux (paraffine, etc..). Elles ont été recueillies avant pressage à l'entrée de la presse.
- Les fibres MDF3 désignent les fibres longues, ne contenant aucun additif et sont constituées majoritairement de résineux.

Les teneurs en humidité de ces fibres varient de 6%, 9% et 10% respectivement pour les fibres MDF1, MDF2 et MDF3. Toutes ces fibres ont été entreposées et conditionnées dans des sacs en plastiques, bien fermés dans les conditions ambiantes.

Tableau 3.1: Propriétés des fibres

Type	Nature de la fibre	Description	Provenance
MDF1	Farine de bois avec 12% de résine UF réagie et autres additifs	Sciures du panneau obtenues suite au ponçage et rabotage (après pressage)	Usine1, essentiellement des feuillus
MDF2	Fibres avec 12% de résine UF (non réagie) et autres additifs	Contient tous les additifs avant pressage	Usine1, essentiellement des feuillus
MDF3	Fibres vierges (sans additifs)	Provenant du raffineur avant pressage	Usine 2, essentiellement des résineux

Pour déterminer les caractéristiques de fibres issues de panneaux de MDF, avant la conception de composites, un analyseur optique de la qualité des fibres (FQA) de type OPSET LDA02 est utilisé. Il mesure avec précision la longueur, la largeur et la masse linéique ainsi que la rectitude des fibres caractérisée par la courbure, les angles et le nombre des coudes par fibre. Dans notre cas, nous avons

utilisé une moyenne de 3 échantillons par type de fibres et nous avons gardé seulement les résultats pour la longueur et la largeur. Le tableau 3.2 présente les résultats des analyses de la qualité des fibres étudiées. On y présente la longueur (L), le diamètre (D) et le facteur de forme (L/D). Les fibres MDF2 et MDF3 se caractérisent par un facteur de forme élevé.

Tableau 3.2 : Caractéristiques anatomiques des différentes fibres utilisées

Type	Longueur de la fibre (mm)	Diamètre ( $\mu\text{m}$ )	Facteur de forme L/D
MDF1	0,18	24,17	7,40
MDF2	0,38	29,44	13,14
MDF3	0,52	29,27	17,66

### 3.1.1.2 Analyse TGA

L'analyse par thermogravimétrie TGA permet de mesurer les variations de masse d'un matériau soumis à des variations de température sous une atmosphère contrôlée. Cette méthode d'analyse est souvent employée pour déterminer les caractéristiques de matériaux tels que la cinétique d'oxydation, l'absorption, l'hydratation, etc. Pour nos essais, nous avons utilisé un analyseur thermogravimétrique de type Mettler Toledo SDTA851 qui mesure les variations de masse des échantillons (Figure 3.1). On a effectué le chauffage entre 25 °C et 1000 °C en fixant durant l'analyse, un taux thermique de 10°C/min. Le gaz vecteur utilisé est l'azote.

Nous avons réalisé les analyses TGA des fibres contenant de la résine UF (non réagie et durcie) afin de prévoir et de valider le comportement de ces fibres par rapport à leur exposition à la chaleur lors du procédé de fabrication (Figures 3.2 et 3.3). D'après les courbes de thermogravimétrie, on remarque en premier lieu une perte de masse pour les différentes fibres qui correspond à la perte d'eau. À partir de

200°C, il y a un début de variation de masse avec un changement de l'allure de la courbe. C'est la température de début de dégradation des fibres.

Les comportements thermiques des fibres MDF1 (fibres avec résine UF durcie) et MDF2 (fibres avec résine UF non réagie) sont très proches puisque pour les deux cas il y a une dégradation thermique importante au delà de 200 °C. Ces résultats sont confirmés par ceux de la littérature (*Michaud, 2003; Beg, 2007*). Donc, il faudrait utiliser les fibres à des températures aux alentours de 200 °C pour éviter leur dégradation lors des procédés de fabrication (extrusion, injection).

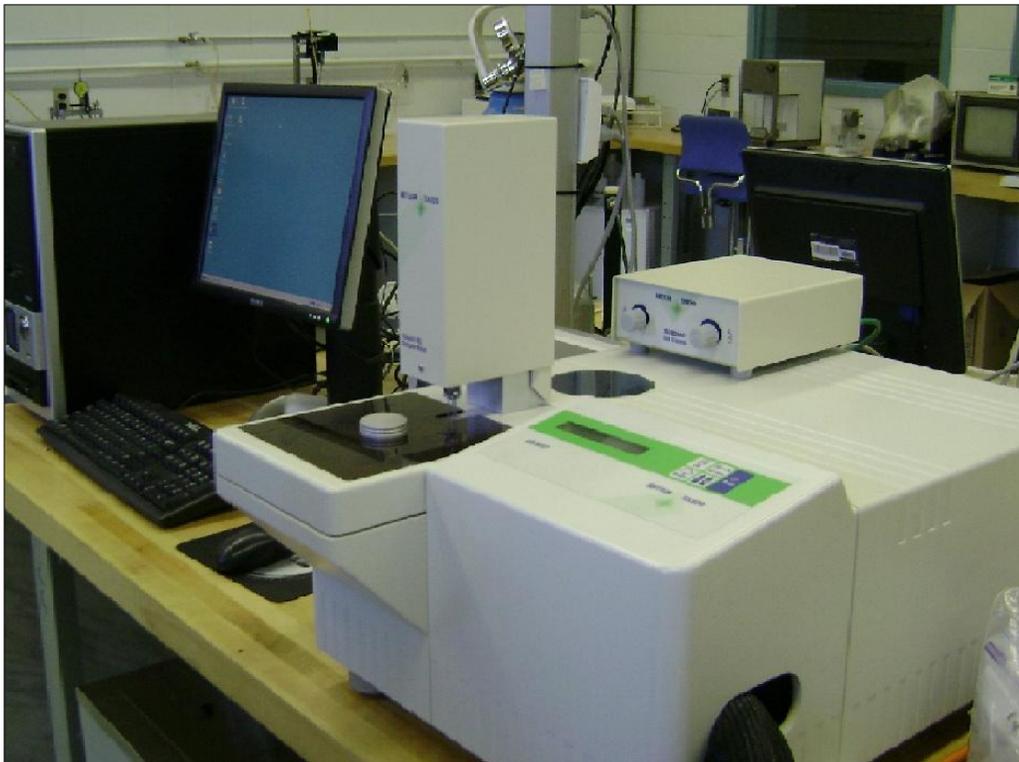


Figure 3.1 : Analyseur thermogravimétrique

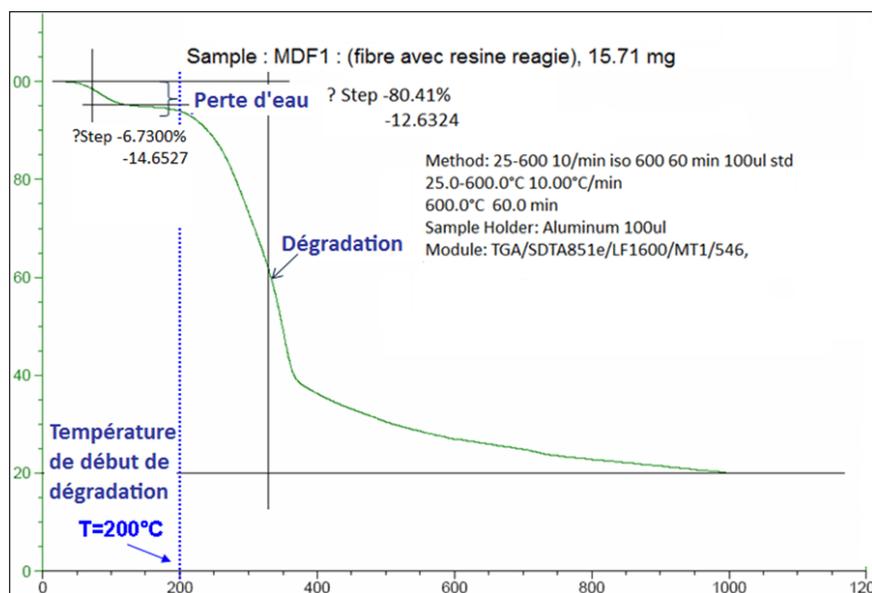


Figure 3.2 : Courbe thermogravimétrique des fibres MDF1 (fibres avec résine réagie)

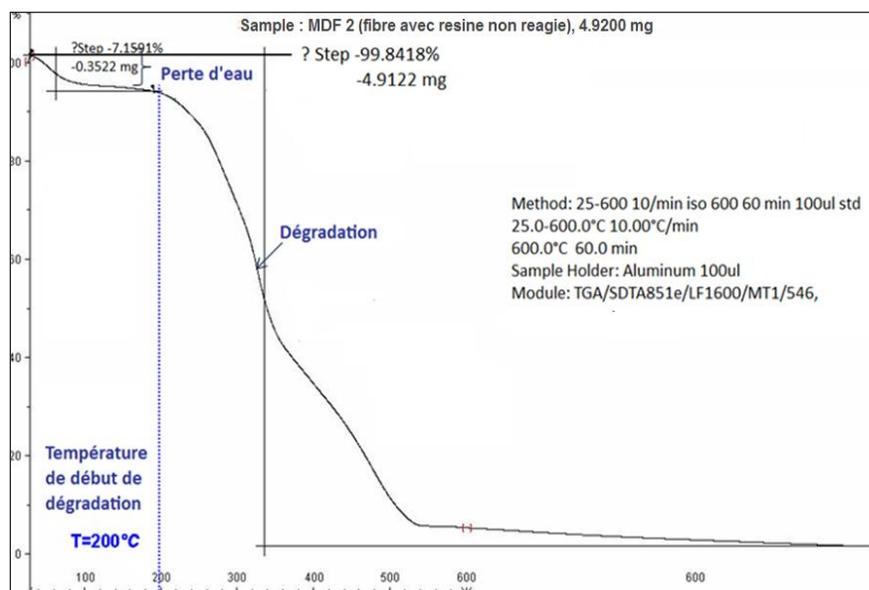


Figure 3.3 : Courbe thermogravimétrique des fibres MDF2 (fibres avec résine non réagie)

### 3.1.2 Caractéristiques du polymère thermoplastique

Le polymère thermoplastique utilisé dans notre étude est le polyéthylène haute densité (HDPE) fourni par la compagnie NOVA Chemicals® et dont le nom commercial est HDPE SCLAIR® 2907. Il se présente sous forme de granulés. Sa masse volumique est 0,96 g/cm<sup>3</sup> et son indice de fluidité est 4,9 g/10 min. Quelques propriétés du polymère thermoplastique se trouvent dans le tableau 3.3.

Tableau 3.3 : Caractéristiques physico-chimiques du HDPE

Type du thermoplastique	HDPE SCLAIR290(*)	HDPE (**)
Température de thermoformage (°C)	170 - 215	-
Température de fusion (°C)	-	128 -135
Densité	0,960	0,945- 0,960
MOE en flexion (MPa)	1280	1150 - 1500

(\*) Résultats fournis par le fabricant (\*\*) Résultats tirés de *Trotignon et al. (1996)*

On a utilisé un pourcentage de 4% d'agent de couplage, le polyéthylène modifié à l'anhydride maléique (MAPE) (Tableau 3.4). Il est fourni, en granulés de couleur blanc cassé, sous le nom commercial de MAPE 575 de la compagnie A-C® et joue à la fois le rôle de lubrifiant et d'agent de couplage. Il est ajouté aux composites pour avoir un bon effet de surface et une meilleure adhésion entre les fibres de bois et le HDPE.

Tableau 3.4: Caractéristiques de l'agent de couplage fourni par le fabricant

Propriétés	Valeurs
Viscosité (140°C) (centipoises cps)	> 1000
Taille de la particule > 12 mesh	au minimum 98%
Densité	0,92
Point de fusion (°C)	106

## 3.2. Méthodes

### 3.2.1 Préparation de la matière première

La conception des composites bois- plastiques comporte deux étapes (figure 3.4) :

- La mise en granules
- La conception de composites par injection et par extrusion

Un plan expérimental complet a été mis en place afin de décrire le mode de fabrication des produits finaux (Tableau 3.5).

Avant leur transformation en panneaux de composites, les fibres n'ont pas subies un séchage particulier. Le matériel fourni doit idéalement avoir un taux d'humidité le plus bas possible afin de minimiser le dégagement d'eau et de produits volatiles. Cependant, nous avons employé une configuration particulière de la vis d'extrusion qui a permis de dégazer un taux élevé d'humidité afin d'obtenir des panneaux de bonne qualité et exempts de porosité. Les fibres sont introduites dans des sacs et bien fermés pour assurer que leur contenu en humidité ne change pas avec les conditions environnantes.

Tableau 3.5 : Matières premières et dispositif expérimental factoriel 3<sup>2</sup>

Matière première	Polymère plastique	Additifs	Formulations	
			% MDF/HDPE	Échantillon
Sciure ou Farine de:				
MDF1	HDPE	MAPE (4%)	25/71	CMDF= MDF+ HDPE+ MAPE
MDF2			35/61	
MDF3			45/51	

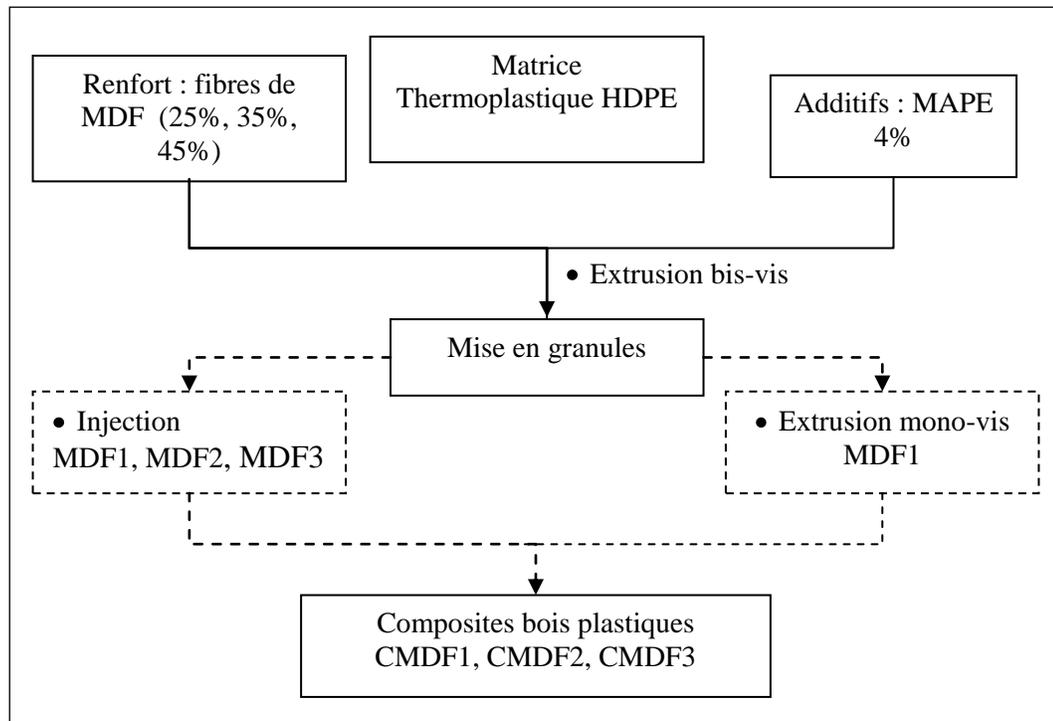


Figure 3.4: Étapes de conception des CBP

### 3.2.2 Mises en granules

Les mélanges des fibres et de polymères sont réalisés en utilisant une extrudeuse bis-vis co-rotative (Coperion ZSK25WLE). D'abord, les polymères (HDPE et MAPE) sont incorporés dans la première trémie afin de les fondre avant l'introduction des fibres de MDF dans la seconde trémie. Cette étape s'effectue à l'aide d'une alimentation volumétrique assistée et le mélange se fait avec un malaxeur interne en réglant la température selon le profil présenté au tableau 3.6.

On a choisi le profil de température dans la vis de manière à minimiser la dégradation thermique de la fibre de bois tout en assurant une bonne fluidité du composé. La température augmente de 180 à 190°C pendant la plastification du

polymère puis demeure stable à 190°C jusqu'à la filière. Ce réglage de température est nécessaire pour éviter la dégradation des fibres qui commence à partir de 200°C comme on l'a remarqué selon les résultats de la TGA. L'extrudé se profile à l'aide d'un convoyeur. Le refroidissement se fait à l'aide d'un ventilateur. On procède ensuite à la granulation de l'extrudé par une machine Scheer Bay BT25 Stand Pelletizer. Les granules sont refroidies avec un système de ventilation intégré dans la machine (Figure 3.5).

La mesure du couple en fonction du temps pour une vitesse de rotation déterminée a permis de fixer la durée optimale de malaxage pour obtenir des mélanges homogènes (couple constant). Les conditions de mise en granules (extrusion bis-vis) sont rassemblées dans le tableau 3.7.



Figure 3.5: Produit de l'extrudeuse bis-vis (gauche) et mise en granules (droite)

Tableau 3.6. Profil de température dans l'extrudeuse bis-vis

Zone	1	2	3	4	5	6
Température (°C)	180	180	180	180	180	190

Tableau 3.7 : Conditions de mise en granules

Type	% fibres	% HDPE	Vitesse (RPM)	Débit (kg/h)	Couple (Nm)	Pression (psi)	T fondu (°C)
CMDf 1	25	71	250	15	116,44	183	200
	35	61	250	15	121,36	204	202
	45	51	250	15	131,2	310	206
CMDf 2	25	71	180	12	101,68	100	197
	35	61	180	8,5	90,2	80	196
	45	51	180	6,5	65,6	100	202
CMDf 3	25	71	160	6	86,92	127	193
	35	61	160	4	75,44	175	197
	45	51	160	3	70,52	280	203

En général, pour les trois types de fibres MDF, on observe que plus on augmente la proportion des fibres, plus le débit diminue. La température du fondu est fixée entre 193°C et 206 °C pour CMDf1.

On remarque que la quantité de charge lignocellulosique n'a pas d'influence significative sur la valeur du couple résistant lorsque les mélanges sont à base de MDF1, les valeurs du couple varient peu. Le couple décroît sensiblement lorsque le taux de charge (MDF2 et MDF3) augmente. C'est pour les fibres MDF2 qu'on note une décroissance plus remarquable du couple de 101,68 Nm pour la formulation en 25% de fibres à 65,6 Nm pour la formulation en 45% en fibres. Il semble donc qu'il

existe une meilleure compatibilité entre les fibres de MDF2 (contenants de la résine non réagie) et le HDPE.

### 3.2.3 Élaboration des composites bois plastiques

#### ▪ Injection

La presse à injection utilisée dans cette étude est de marque Toshiba ISE60P avec un diamètre de vis de 32 mm dont les caractéristiques sont présentées au tableau 3.8. Les granules constituées de HDPE et de fibres de MDF sont mélangés dans la presse à injection selon le profil de température présenté au même tableau.

Tableau 3.8 : Propriétés de la presse à injection

Paramètres	Valeurs
Diamètre de vis	32 mm
Vitesse de rotation de la vis	135 RPM
Course de dosage	110 mm
Température par zone (°C)	
• Buse	193,3
• Cylindre avant	193,3
• Cylindre du milieu	193,3
• Cylindre arrière	160

Les échantillons injectés correspondent à des éprouvettes d'essai d'épaisseurs 3,2 mm pour les tests mécaniques et physiques selon les normes ASTM correspondantes:

- Éprouvette de traction ASTM D638, type I.
- Éprouvette de dimensions 12,7 mm \* 127 mm pour le test de flexion à 3 points

Les fibres MDF1 sont les plus faciles à extruder et à disperser (tableaux 3.7 et 3.9) car la vitesse et le débit sont plus importants. Ceci peut être expliqué par leur structure puisqu'elles se trouvent sous forme de farine de bois de faibles dimensions. Les fibres MDF2 et MDF3 recueillies ont un aspect de mousse légère c'est ce qui rend leur injection plus compliquée et plus lente (Tableau 3.7).

- Extrusion

L'extrusion est effectuée à l'aide d'une extrudeuse mono-vis de marque Amut EA48, de longueur équivalente ( $L/D$ ) de 24, avec un diamètre de vis de 48 mm (Figure 3.6). On maintient une vitesse de rotation de 80 RPM. À la fin de l'extrusion, on refroidit l'extrudé avec de l'eau à 15 °C. On a choisit d'effectuer l'extrusion pour un seul type de fibres (MDF1) pour la facilité de son extrusion.

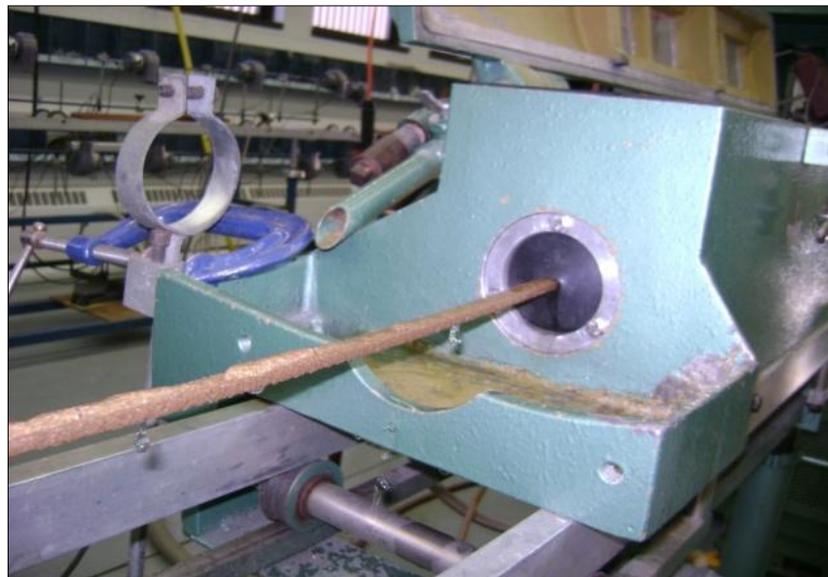


Figure 3.6: Composite à partir de fibres MDF1 extrudées



## 3.2.4 Caractérisation des composites bois-plastiques

### 3.2.4.1 Échantillonnage et conditionnement

Les échantillons ont été entreposés dans une chambre à environnement contrôlé à  $23^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$  et une humidité relative de  $50 \pm 5\%$ , au moins 40 heures avant les essais. Les tests physiques et mécaniques ont été réalisés selon les normes ASTM en vigueur. Le tableau 3.10 montre les propriétés mesurées ainsi que les normes utilisées.

Tableau 3.10. Essais physiques et mécaniques réalisés et normes utilisées

Essai	Norme	Domaine
Immersion dans l'eau	ASTM D 1037 (1999)	Matériaux à base de bois
Flexion trois points	ASTM D 790 (2003)	Plastiques - plastiques renforcés
Traction simple	ASTM D 638 (2003)	Plastiques - plastiques renforcés
Ténacité	ASTM D 638 (2003)	Plastiques - plastiques renforcés

D'autre part, nous avons analysé la surface de quelques échantillons représentatifs de nos composites. Pour cela, nous avons utilisé un microscope électronique à balayage (MEB) de type Hitachi SN-3500 à pression variable. Les paramètres de travail sont : une tension de 15 kV, une intensité de courant d'environ  $80 \mu\text{A}$  et une distance de travail de 13 mm.

### 3.2.4.2 Propriétés physiques

- Stabilité dimensionnelle (Absorption, Gonflement dans les trois directions)

On a utilisé la norme D7031 « *Évaluation des propriétés physiques et mécaniques de produits composites bois et plastiques* ». Cette dernière nous réfère à la norme D1037 pour les fibres de bois et les panneaux de particules qui nous permet de mesurer l'absorption d'eau et le gonflement dans les trois directions.

Selon cette norme, le test consiste à submerger les échantillons dans de l'eau à  $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ . À la fin du test, on attend 10 minutes pour le séchage de ces derniers. Puis, on les pèse et on mesure leurs longueurs, leurs largeurs et leurs hauteurs.

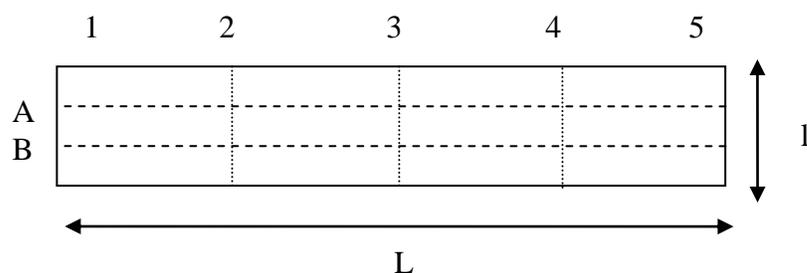


Figure 3.7: Mesure du gonflement

La longueur ( $L$ ) et l'épaisseur ( $e$ ) ont été mesurées à 5 points différents (notés de 1 à 5) et la largeur ( $l$ ) à deux points différents (notés de A et B) en respectant un même espacement entre les points (Figure 3.7)

À partir de ces données, on a calculé les propriétés suivantes :

- La teneur en humidité
- Le gonflement dans les trois directions
- Le gonflement volumique
- L'absorption d'eau

Ces propriétés furent mesurées suite à différents temps d'immersion de deux heures à deux mois.

La teneur en humidité d'un composite bois- plastique est la quantité d'eau contenue dans celui-ci. Elle est généralement exprimée selon la formule suivante (Équation 3.1):

$$H\% = \frac{M_{H_2O}}{M_o} \times 100 = \frac{M_h - M_o}{M_o} \times 100 \quad (3.1)$$

$H\%$  : Teneur en humidité

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

$M_o$  : Masse du CBP anhydre (obtenue après 24h de séchage dans l'étuve à 103°C).

$M_h$  : Masse du CBP dû à la teneur en humidité

Le retrait et le gonflement sont les propriétés que possèdent un échantillon de changer de dimensions lorsque son taux d'humidité varie. Ce changement est mesuré suivant les 3 directions.

Dans notre projet, on s'est intéressé au gonflement à une teneur en humidité exprimé par la relation suivante :

$$\text{Gonflement}(\%) = \frac{\text{Augmentation - de - la - dimension}}{\text{Dimension - a - l'état - initial}} \times 100 \quad (3.2)$$

Nous avons calculé le gonflement de nos composites en longueur, en largeur et en épaisseur, ainsi que le gonflement volumique.

L'absorption d'eau à une teneur en humidité est donnée par la formule suivante :

$$A\% = \frac{M_{H_2O}}{M_i} \times 100 = \frac{M_h - M_i}{M_i} \times 100 \quad (3.3)$$

$A$  : Absorption

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

$M_i$  : Masse du CBP à l'état initial

$M_h$  : Masse du CBP dû à la teneur en humidité

La densité est une propriété physique très importante pour les matériaux à base de bois. Il existe en effet, une étroite corrélation entre la majorité des propriétés physico-mécaniques, d'une part et la densité et la masse volumique d'autre part. La résistance et la rigidité du matériau à base de bois augmentent généralement en fonction de la densité (*Bledzki et al., 1998b; Xing, 2003*). Elle est définie comme le rapport de la masse d'un corps à la masse d'un même volume d'eau. La densité anhydre est déterminée selon l'équation (3.4). La densité humide est calculée selon l'équation (3.5).

$$D_o = \frac{M_o}{\frac{V_o}{m_e}} \quad (3.4)$$

$D_o$  : Densité anhydre

$M_o$  : Masse du composite à l'état anhydre obtenue en séchant l'échantillon à 103°C pendant 24 heures

$V_o$  : Volume du composite à l'état anhydre

$m_e$  : Masse volumique de l'eau = 1g/cm<sup>3</sup> à 4°C

$$D_h = \frac{M_o}{\frac{V_h}{m_e}} \quad (3.5)$$

$D_h$  : Densité humide

$M_o$  : Masse du composite à l'état anhydre

$V_h$  : Volume du composite à une teneur en humidité

$m_e$  : Masse volumique de l'eau = 1g/cm<sup>3</sup> à 4°C

### 3.4.2.3 Propriétés mécaniques

La résistance et la ténacité constituent les propriétés les plus importantes pour un matériau, notamment pour un matériau composite à base de bois et de plastique. En effet, la résistance caractérise le comportement d'un matériau lorsqu'il est soumis à des contraintes. D'après *Bowyer (2005)*, la ténacité renvoie aux contraintes maximales qu'un matériau peut supporter sous l'effet d'une charge sans qu'il y ait rupture.

Les tests de flexion sont réalisés selon la norme ASTM D790. Pour cela, on effectue les tests avec une machine pour essais statiques de type Zwick Z020 en utilisant des éprouvettes de dimensions 12,7 mm \* 127 mm avec une épaisseur de 3,2 mm (Figure 3.8). On maintient la vitesse constante à 1,35 mm/min avec un espacement entre les appuis de 90 mm, tel qu'indiqué dans la norme.



Figure 3.8 : Test de flexion à 3 points

Deux caractéristiques essentielles sont mesurées grâce au test de flexion : le module d'élasticité (MOE) et le module à la rupture en flexion (MOR). Le module d'élasticité est défini comme étant le rapport entre une charge ( $\sigma$ ) dans la zone élastique et la déformation correspondante ( $\gamma$ ) dont l'expression est donnée par

l'équation (3.6). En pratique, on calcule les MOE et MOR par les équations (3.7) et (3.8), respectivement.

$$MOE = \frac{\sigma}{\gamma} \quad (3.6)$$

$$MOE = \frac{P_{pl} \times L^3}{4 \times \delta_{pl} \times b \times d^3} \quad (3.7)$$

$$MOR = \frac{3 \times P_m \times L}{2 \times b \times d^2} \quad (3.8)$$

Avec  $\sigma$  : charge ou contrainte (Pa)

$\gamma$  : Déformation (%)

$P_{pl}$  : Force mesurée à la limite de proportionnalité, N

$P_m$  : Force maximale mesurée, N

$\delta_{pl}$  : Déformation mesurée à la limite proportionnelle, m

$b$  : Largeur de l'échantillon, m

$d$  : Épaisseur de l'échantillon, m

$L$  : Distance entre les appuis, m

Les essais de flexion ont été réalisés après conditionnement aux conditions ci-haut décrites et suite à divers cycles d'immersion dans l'eau. Le tableau 3.11 présente les séquences et le nombre d'échantillons utilisés pour la détermination des modules d'élasticité, rupture et les déformations totales après rupture. Dans ce test, le module d'élasticité a été déterminé sur l'échantillon avant immersion en appliquant une faible charge (8 MPa) dans la zone de déformation élastique. Cette valeur est une moyenne observée après plusieurs essais préliminaires sur des éprouvettes, réalisés pour déterminer avec précision la charge optimale qu'on devrait appliquer tout en restant dans la zone élastique. Après chaque cycle d'immersion, la même mesure a été

appliquée sur tous les échantillons. Le test de flexion jusqu'à la rupture a été effectué sur trois échantillons par condition expérimentale.

Tableau 3.11 : Cycle d'immersion et nombre d'échantillons

Cycle	t (h)	CMDf1		CMDf2		CMDf3	
		N (éch) (MOE)	N(éch) (MOR, $\epsilon$ )	N (éch) (MOE)	N(éch) (MOR, $\epsilon$ )	N (éch) (MOE)	N(éch) (MOR, $\epsilon$ )
1	0	21	3	21	3	21	3
2	2	18	3	18	3	18	3
3	4	15	3	15	3	15	3
4	24	12	3	12	3	12	3
5	168	9	3	9	3	9	3
6	720	6	3	6	3	6	3
7	1440		3		3		3

Cycle : Cycle d'immersion dans l'eau ; t: Temps d'immersion dans l'eau

N (éch) (MOE): Nombre d'échantillons pour la détermination du MOE (pour chaque formulation) ;

N (éch) (MOR,  $\epsilon$ ) : Nombre d'échantillons pour la détermination du MOR et la déformation maximale  $\epsilon$  (pour chaque formulation).

Le test de traction est effectué par déformation d'une éprouvette à vitesse constante. Il permet de déterminer plusieurs caractéristiques : le module d'élasticité (MOE), la résistance à la rupture exprimée par le module de rupture (MOR). La déformation générée sous l'action d'une sollicitation et qui disparaît lorsque la charge est retirée est une déformation élastique. L'appareil d'essai universel Zwick Z020 et la norme ASTM D638 sont utilisés pour ce test. La vitesse des essais a été maintenue constante à 5 mm/min. Des éprouvettes de traction de type I, ont été employées selon les spécifications de la norme ASTM D638. Les équations 3.9, 3.10 et 3.11

permettent de calculer l'allongement ou la déformation ( $\varepsilon$ ), le module d'élasticité en traction (MOE) et le module de rupture en traction (MOR), respectivement.

$$\varepsilon(\%) = \frac{L_1 - L_0}{L_0} \times 100 \quad (3.9)$$

$L_0$  : longueur initiale de l'échantillon, m

$L_1$  : longueur pendant le test, m

$$MOE = \frac{P_{pl}}{b \times d} \quad (3.10)$$

$$MOR = \frac{P_m}{b \times d} \quad (3.11)$$

Avec :

$P_{pl}$  : Force mesurée à la limite de proportionnalité, N

$P_m$  : Force maximale mesurée, N

$b$  : Largeur de l'échantillon, m

$d$  : Épaisseur de l'échantillon, m

La ténacité des matériaux caractérise leur résistance à la propagation brutale de fissures. On peut l'évaluer de trois manières différentes (*Bailon et Dorlot, 2005*) :

1. Test d'impacts : Résilience IZOD
2. Test de Charpy
3. Calcul de l'énergie de rupture pour un test de traction

Dans notre cas, nous avons calculé l'énergie pour entraîner la rupture de l'éprouvette lors d'un essai de traction qui est représentée par l'aire sous la courbe de traction selon l'équation 3.12.

$$E = \int_{L_0}^{L} P \times dx \quad (3.12)$$

E : Énergie de rupture, J

P : Force mesurée, N

L : Longueur de l'échantillon, m

### 3.3. Analyse statistique des données

L'analyse statistique des données permet l'interprétation des résultats expérimentaux et de discuter correctement de leur signification selon des méthodes bien précises. L'analyse choisie dans notre travail est une analyse statistique de type analyse de variance (ANOVA) (*Joseph et al., 2002 ; Espert et al., 2004*) effectuée à l'aide du logiciel SPSS.

Nous avons utilisé deux types de dispositifs :

- Dispositif factoriel  $3^2$  dont les variables sont :
  - Le type de fibres : MDF1, MDF2, MDF3
  - La proportion de fibres : 25%, 35% et 45%
- Dispositif factoriel dont les variables sont :
  - Le temps d'immersion : 0h, 2h, 4h, 24h, 168h, 720h, 1440h
  - Le type de fibres : MDF1, MDF2, MDF3
  - La proportion de fibres : 25%, 35% et 45%

Nous avons essayé de décrire les liens qui existent entre les différentes propriétés physiques et mécaniques des composites bois-plastiques (MOE, MOR, etc.) en fonction de la proportion et le type de fibres. De plus, on a procédé à une analyse statistique de nos résultats de gonflement pour déterminer les effets du temps d'immersion, de la proportion et la nature des fibres sur les mêmes propriétés.

En utilisant le test de F, nous avons pu déterminer si les différences observées sont significatives ou non au niveau de confiance  $\alpha$  choisi (dans notre cas  $\alpha = 0,05$ ). Ce niveau indique que l'on accepte de considérer une différence comme

statistiquement significative s'il y a 95% de chances qu'elle soit réelle. Toute valeur  $p$  inférieure au niveau  $\alpha$  est synonyme d'une différence significative ( $<0,05$ ) ou hautement significative ( $<0,01$ ).

### 3.4. Modélisation (Théorie et modèles)

Généralement, l'absorption d'eau conduit à la diminution de l'adhésion fibre-matrice, ce qui peut causer une perte des performances mécaniques. Par conséquent, il est important d'étudier en détail le comportement et la cinétique de l'absorption d'eau de nos composites bois-plastiques afin d'estimer les conséquences de la prise d'humidité. L'objectif de cette partie est d'établir un lien entre la cinétique d'absorption et les caractéristiques des composites conçus à partir de fibres du panneau MDF consolidées par le polyéthylène. Dans la littérature, on trouve des descriptions de la diffusion de l'eau à travers des composites fibres de bois – polypropylène (*Joseph et al., 2002 ; Espert et al., 2004*) et des modélisations du comportement hygroscopique de ces matériaux (*Neagu et Gamstedt, 2007 ; Gamstedt et al., 2007*).

La diffusion constitue la migration de molécules chimiques dans un milieu. Elle se définit comme un phénomène de transport moléculaire dû à l'existence d'un gradient de concentration du solvant dans le matériau. La diffusion et le transport d'eau dans les matériaux polymères à l'état vitreux sont classés généralement suivant la mobilité du pénétrant et celles des parties du polymère (*Marom, 1985*). Il existe ainsi trois types de comportement :

- Type 1 : diffusion fickéenne. La diffusion est plus lente que la mobilité des segments des polymères. L'équilibre est donc atteint rapidement et les conditions aux limites ne dépendent ni du temps ni de la cinétique du gonflement.

- Type 2 : pour lequel la diffusion et la mobilité du pénétrant sont grandes par rapport aux autres phénomènes de relaxation. Les processus de sorption (absorption, adsorption ou désorption) sont alors reliés à la cinétique du gonflement.
- Type 3 : diffusion non fickéenne ou anormale qui correspond à un cas intermédiaire : la mobilité du polymère et celle du pénétrant sont du même ordre de grandeur.

La distinction entre les différents cas s'effectue à l'aide de la courbe de sorption en fonction du temps représentée par l'équation (3.13).

$$\frac{M_t}{M_\infty} = k.t^n \quad (3.13)$$

Où :  $M_t$  est la teneur en eau au temps  $t$

$M_\infty$  est la teneur en eau à l'équilibre

$k$  et  $n$  sont des constantes.

La valeur du coefficient  $n$  montre différents comportements. Ainsi pour les systèmes fickéens  $n=1/2$ . Pour le deuxième cas,  $n=1$ .

La diffusion non fickéenne ou anormale est caractérisée par  $1/2 < n < 1$ . Ces considérations restent valables uniquement pour le cas de la diffusion des matériaux. En plus de celle-ci, lors de l'absorption d'humidité par les composites, deux autres mécanismes mineurs sont actifs. En effet, la rétention d'eau par capillarité est caractérisée par le flux de molécules d'eau se trouvant dans l'interface entre fibres et matrice. Elle est particulièrement importante lorsque l'adhérence sur les faces est faible et la dégradation des liaisons fibres - matrice ait lieu.

D'autre part, le transport par microfissures comprend le flux et le stockage de l'eau dans les fissures du composite. L'absorption d'humidité des fibres naturelles

renforcées par des matières plastiques suit la diffusion de type 1. C'est pourquoi nous n'avons développé que les lois de diffusion fickéenne.

▪ Lois de Fick

Considérons un flux de particules  $J$  mis en mouvement par une force thermodynamique ou motrice  $F$  résultant d'un gradient de concentration  $dC/dx$ . La manière la plus simple pour décrire le phénomène est de considérer que le flux est proportionnel au gradient correspondant. Nous obtenons la première loi de Fick :

$$J = -D \times \frac{\partial C}{\partial x} \quad (3.14)$$

Où  $J$  : le flux

$D$  : le coefficient de diffusion (ou de diffusivité)

$C$  : la concentration.

En utilisant l'équation de continuité (3.15) (conservation de masse) dans le cas d'un régime non permanent (flux variant avec le temps) :

$$\frac{\partial J}{\partial x} = -\frac{\partial C}{\partial t} \quad (3.15)$$

On obtient la 2<sup>ème</sup> loi de Fick (équation 3.16):

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \times \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (3.16)$$

▪ Résolution de l'équation de Fick pour une plaque plane mince

La plaque de polymère doit être suffisamment fine pour que tout le fluide qui diffuse entre ou sorte par les faces parallèles de la plaque, de manière à négliger la diffusion à travers les arrêtes. La diffusion est considérée constante. Le flux de

particules se propage le long d'un axe  $x$  entre 0 et  $h$ , qui représente l'épaisseur de la plaque.

À l'état initial, la concentration est uniforme ( $C_0$ ). Les deux faces sont portées instantanément à la concentration  $C_s$  à  $t=0$ .  $C_s$  est supposée constante et correspond à la concentration uniforme atteinte à l'équilibre par la plaque. Les conditions aux limites appliquées à l'équation (3.16) sont les suivantes :

– Pour  $t=0$  et  $-h/2 < x < h/2$  ;  $C = C_0$

– Pour  $t>0$  et  $x = \pm h/2$  ;  $C = C_s$

À partir de la solution de l'équation (Cranck, 1975), on peut calculer la masse d'eau  $M_t$  absorbée à l'instant  $t$  qui est donnée par la formule suivante:

$$\frac{M_t}{M_\infty} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp\left[-\frac{D(2n+1)^2 \pi^2 t}{h^2}\right] \quad (3.17)$$

$M_\infty$ : la masse d'eau absorbée à l'équilibre

$M_t$  : la masse d'eau absorbée au temps  $t$

$D$  : le coefficient de diffusion

$h$  : l'épaisseur de l'échantillon

$t$  : le temps d'immersion dans l'eau

Nous pouvons également simplifier la 1<sup>ère</sup> loi de Fick pour des temps petits (équation 3.18).

$$\frac{M_t}{M_\infty} = \frac{4}{h} \sqrt{\frac{D \times t}{\pi}} \quad (3.18)$$

Ce qui nous permet de déterminer le coefficient de diffusion qui nécessite la connaissance du contenu en humidité à l'équilibre ( $t$  grand) et de la pente de la partie initiale des courbes de  $M_t$  en fonction de  $t^{1/2}$ .

Le coefficient de diffusion  $D$  dépend essentiellement de la température. C'est pourquoi on suppose que la température de l'eau dans laquelle on effectue l'immersion de nos échantillons est constante et égale à  $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  selon la norme ASTM D1037 pour le test d'humidité.

▪ Modèles utilisés pour la diffusion

Nous avons simulé les processus de diffusion en utilisant le modèle de Fick basé sur la connaissance expérimentale des phénomènes d'absorption d'eau. Les paramètres de diffusion, tels que les teneurs en humidité en fonction du temps, la dimension des échantillons (épaisseur) doivent être connus pour permettre la modélisation. Nous avons utilisé deux modèles :

- Le modèle général de la loi de Fick représenté par l'équation (3.13)
- Le modèle simplifié de la loi de Fick pour une plaque mince représenté par l'équation (3.17) (temps de contact court).

À partir des formules analytiques des modèles de Fick ainsi que des valeurs expérimentales d'absorption d'eau au cours du temps, les coefficients de diffusion ont pu être déterminés. Par la suite, nous avons comparé pour les deux modèles, les valeurs expérimentales et théoriques pour nos trois composites fabriqués avec les fibres MDF1, MDF2 et MDF3, à différents taux de fibres et conçus par injection.

Le logiciel Matlab® nous a permis de réaliser les calculs d'optimisation basés sur la méthode de résolution des moindres carrés et visant à déterminer les caractéristiques de diffusion d'eau des différents matériaux testés ( $k$ ,  $n$  et  $D$ ). Les calculs analytiques ainsi que les programmes sur Matlab des deux modèles sont donnés en Annexes B et C.

## CHAPITRE IV

### RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

#### 4.1. Résultats

##### 4.1.1 Propriétés physiques

Les propriétés physiques des composites fabriqués dans le cadre de la présente étude sont présentées aux tableaux 4.1 et 4.2. On y présente, les moyennes de la densité, le gonflement en volume et l'absorption d'eau après divers cycles d'immersion dans l'eau respectivement pour les échantillons injectés et extrudés.

##### 4.1.2 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des composites fabriqués dans le cadre de cette étude sont présentées au tableau 4.3. On y présente les moyennes et les écart-types du module d'élasticité, du module de rupture, de la déformation maximale et à la rupture et du travail en flexion et en traction.

##### 4.1.3 Analyses de variance

Les résultats de l'analyse de variance sur les effets de la nature, de la proportion des fibres et du temps d'immersion sur les propriétés de stabilité dimensionnelle et les propriétés mécaniques en flexion sont résumés respectivement

aux tableaux 4.4 et 4.5. De la même façon, les résultats des analyses de variance sur les effets de la nature et la proportion des fibres et sur les propriétés mécaniques en flexion et en traction sont présentés au tableau 4.6.

## **4.2. Discussions**

### **4.2.1 Variation de la stabilité dimensionnelle des CPB en fonction du type et de la proportion des fibres et du temps d'immersion**

Les résultats des analyses de variance (Tableau 4.4) indiquent des effets hautement significatifs du type, de la proportion des fibres et du temps d'immersion ainsi que des interactions entre les divers facteurs. En effet, les composites contenant des fibres de bois avec résine réagie (MDF1) présentent de faibles variations dimensionnelles et absorbent peu d'eau lorsqu'ils se trouvent dans l'eau ou dans une atmosphère humide (Figures 4.1, 4.2 et 4.3). Ceci est dû à la structure de la charge (farine de bois) qui permet d'absorber moins d'humidité qu'une fibre de grande dimension avec la même composition soit 12% de résine UF incorporée dans la fibre de bois (MDF2). Ce résultat est attendu puisque *Takatanil et al. (2000)* ont constaté que les farines de bois (120 mesh) ont fourni une meilleure résistance à l'eau que des particules plus grosses (20 mesh). *Steckel et al. (2006)* et *Migneault (2007)* ont également constaté que les fibres les plus courtes donnent des composites bois-plastiques avec une meilleure stabilité dimensionnelle. De plus, l'absorption massique d'eau des fibres longues est de 72% plus grande que celle des fibres courtes (*Migneault, 2007, Migneault et al, 2008a*).

Tableau 4.1 : Moyenne des propriétés de stabilité dimensionnelle des CBP obtenus par injection en fonction du temps

Échantillon	%		Gain en poids (%)						Gain en volume (%)					
	Fibres	Densité	2h	4h	24h	168h	720h	1440h	2h	4h	24h	168h	720h	1440h
CMDF1		0,97	0,07	0,21	0,28	0,34	0,69	0,76	0,20	0,31	0,30	0,38	0,68	0,86
CMDF2	25%	1,02	0,12	0,31	0,38	0,56	1,00	1,07	0,57	0,80	0,81	1,01	1,32	1,90
CMDF3		0,98	0,14	0,27	0,34	0,61	1,35	1,49	0,20	0,52	0,93	1,16	1,70	1,80
CMDF1		1,02	0,06	0,13	0,19	0,39	0,97	1,03	0,26	0,30	0,31	0,37	1,16	1,26
CMDF2	35%	1,07	0,43	0,55	0,61	0,98	2,93	2,93	0,39	0,60	0,69	1,19	2,65	2,74
CMDF3		1,01	0,07	0,20	1,30	1,50	3,71	3,65	0,25	0,61	1,24	1,65	3,00	3,25
CMDF1		0,94	0,12	0,12	0,36	0,91	1,64	2,12	0,38	0,51	0,62	0,96	1,48	2,18
CMDF2	45%	1,11	0,64	1,11	1,52	1,81	3,44	3,85	0,35	0,91	1,23	1,74	3,36	3,53
CMDF3		1,06	0,54	0,86	2,31	2,66	6,34	7,00	0,25	0,43	0,92	1,23	7,11	7,72

Tableau 4.2 : Moyenne des propriétés de stabilité dimensionnelle des CBP obtenus par extrusion en fonction du temps

Échantillon	%Fibres	Densité	Gain en poids (%)						Gain en volume (%)					
			2h	4h	24h	168h	720h	1440h	2h	4h	24h	168h	720h	1440h
CMDf1	25 %	0,74	0,07	0,21	0,28	1,14	1,56	1,70	0,15	0,39	0,52	0,76	1,09	1,30
	35 %	0,65	0,31	0,79	1,50	2,03	2,26	2,61	0,30	0,69	0,8	1,44	1,64	1,77
	45 %	0,71	0,22	0,51	2,38	7,38	11,52	13,32	0,53	0,62	1,07	2,31	3,54	3,66

Tableau 4.3: ..Moyennes et écart types (entre parenthèses) des propriétés mécaniques des composites obtenus par injection  
à t = 0 heures

Fibre	Proportion	L/D	Flexion					Traction				
			MOE (GPa)	MOR (MPa)	A <sub>Fmax</sub> (%)	A <sub>R</sub> (%)	Travail (kJ/m <sup>2</sup> )*	MOE (GPa)	MOR (MPa)	A <sub>Fmax</sub> (%)	A <sub>R</sub> (%)	
CMDF1	25%	7,40	0,83 (0,0)	22,8 (0,8)	5,0 (0,0)	–	4,1 (0,1)	0,6 (0,0)	20,6 (0,6)	5,4 (0,1)	10,9 (1,8)	
CMDF2		13,14	1,61 (0,1)	30,8 (0,5)	4,5 (0,2)	–	5,3 (1,7)	1,0 (0,1)	25,4 (0,4)	3,5 (0,1)	3,8 (0,2)	
CMDF3		17,66	0,9 (0,0)	20,2 (0,3)	5,0 (0,0)	–	4,0 (0,1)	1 (0,02)	20,0 (0,6)	2,6 (0,1)	2,6 (0,1)	
CMDF1	35%	7,40	1,0 (0,0)	24,9 (0,2)	5,1 (0,0)	–	4,7 (0,3)	0,8 (0,1)	23,2 (0,7)	4,2 (0,1)	5,4 (0,2)	
CMDF2		13,14	2,2 (0,0)	32,3 (0,3)	2,9 (0,1)	4,5 (0,4)	3,5 (0,2)	1,1 (0,1)	27,6 (0,5)	2,9 (0,1)	2,8 (0,1)	
CMDF3		17,66	1,5 (0,1)	23,1 (1,1)	3,4 (0,1)	–	3,0 (0,2)	0,9 (0,1)	20,0 (0,7)	3,7 (0,6)	4,4 (1,3)	
CMDF1	45%	7,40	1,94 (0,1)	34,5 (0,5)	3,5 (0,1)	4,4 (0,2)	4,5 (0,2)	1,0 (0,0)	26,0 (0,7)	3,2 (0,0)	3,1 (0,1)	
CMDF2		13,14	3,4 (0,1)	38,1 (0,3)	2,0 (0,0)	2,3 (0,1)	–	1,3 (0,1)	28,1 (1,1)	2,3 (0,1)	2,2 (0,1)	
CMDF3		17,66	2,3 (0,1)	26,4 (0,7)	2,2 (0,0)	3,8 (0,3)	2,2 (0,5)	0,9 (0,1)	25,0 (0,4)	3,3 (0,1)	3,9 (0,2)	

A (Fmax) : Allongement maximal

A(R) : Allongement à la rupture

\*à la force maximale

Tableau 4.4 : Résultats des analyses de variance (ANOVA) pour les tests de gonflement des CBP

Source de variation	ddl	Propriétés physiques					
		Densité	Absorption	Gonflement en			
				longueur	largeur	épaisseur	volume
Modèle corrigé	53	1555,4**	74,9**	5,6**	69,3**	45,7**	56,6**
Constante	1	4055003**	2479,5**	2,6**	2769,1**	2530,7**	3044,7**
Type de fibre (F)	2	2184,7**	203,7**	7,6**	316,4**	178,6**	229,4**
Proportion (P)	2	567,5**	266,4**	2,1 n.s	185,7**	203,2**	201,8**
Temps d immersion (T)	5	62,7**	332,6**	5*	274,1**	211,6**	254,5**
F × P	4	560,1**	35,7**	7,3**	60,6**	20,4**	39,6**
F × T	10	6,5**	44,3**	2,3*	43,9**	18,5**	26,6**
P × T	10	7,4**	47,9**	2,5**	34,3**	24,6**	29,3**
F × P × T	20	1,8*	15,1**	2,4**	13,7**	4,3**	7,5**

\* : Significatif à 0,05; \*\* : Significatif à 0,01; n.s : Non significatif

Tableau 4.5 : Résultats des analyses de variance (ANOVA) pour les tests mécaniques des CBP après immersion dans l'eau

Source de variation	ddl	Flexion			
		MOR	MOE	Travail	A <sub>Fmax</sub>
Modèle corrigé	53	58,6**	33,4**	15,3**	22,9**
Constante	1	100477,4**	10183,3**	16393,6**	16340,6**
Type de fibre (F)	2	737,6**	282,9**	43,5**	142,2**
Proportion (P)	2	148,3**	192,5**	102,1**	186,6**
Temps d immersion (T)	5	69,8**	48,3**	2,7*	19,2**
F × P	4	85,2**	7,3**	37,3**	8,7**
F × T	10	11,1**	9,9**	4,5**	6,8**
P × T	10	5,1**	6,9**	8,7**	6,4**
F × P × T	20	2,8**	4,5**	6,6**	4,9**

\* : Significatif à 0,05; \*\* : Significatif à 0,01; n.s : Non significatif

MOE: Module d'élasticité

MOR : Module de rupture

A<sub>Fmax</sub> : Allongement maximal

Travail : Travail à la rupture

Tableau 4.6 : Résultats des analyses statistiques par variance (ANOVA) des propriétés mécaniques des CBP

Source de variation	ddl	Flexion				Traction				Énergie rupture
		MOR	MOE	Travail	A <sub>max</sub>	MOR	MOE	A <sub>Fmax</sub>	A <sub>R</sub> (%)	
Modèle corrigé	8	465,7**	96,1**	22,6**	21,5**	168,7**	69,4**	125,5**	87,9**	14,2**
Constante	1	695639**	3409**	26138**	1896**	862935**	17847**	15944**	2098**	2397**
Type de fibre (T)	2	903,1**	143,1**	35,1**	28,6**	380,5**	152,1**	152,9**	127,3**	39,9**
Proportion (P)	2	568,5**	186,8**	22,3**	52,2**	239,1**	60,1**	62,8**	65,8**	1,7*
T × P	4	29,5**	5,5**	18,2**	2,8*	25,8**	29,8**	138,1**	74,8**	7,2**

\* : Significatif à 0,05; \*\* : Significatif à 0,01; n.s : Non significatif

MOE: Module d'élasticité

MOR : Module de rupture

A<sub>Fmax</sub> (%) : Allongement à la force maximale

A<sub>R</sub> (%) : Allongement à la rupture

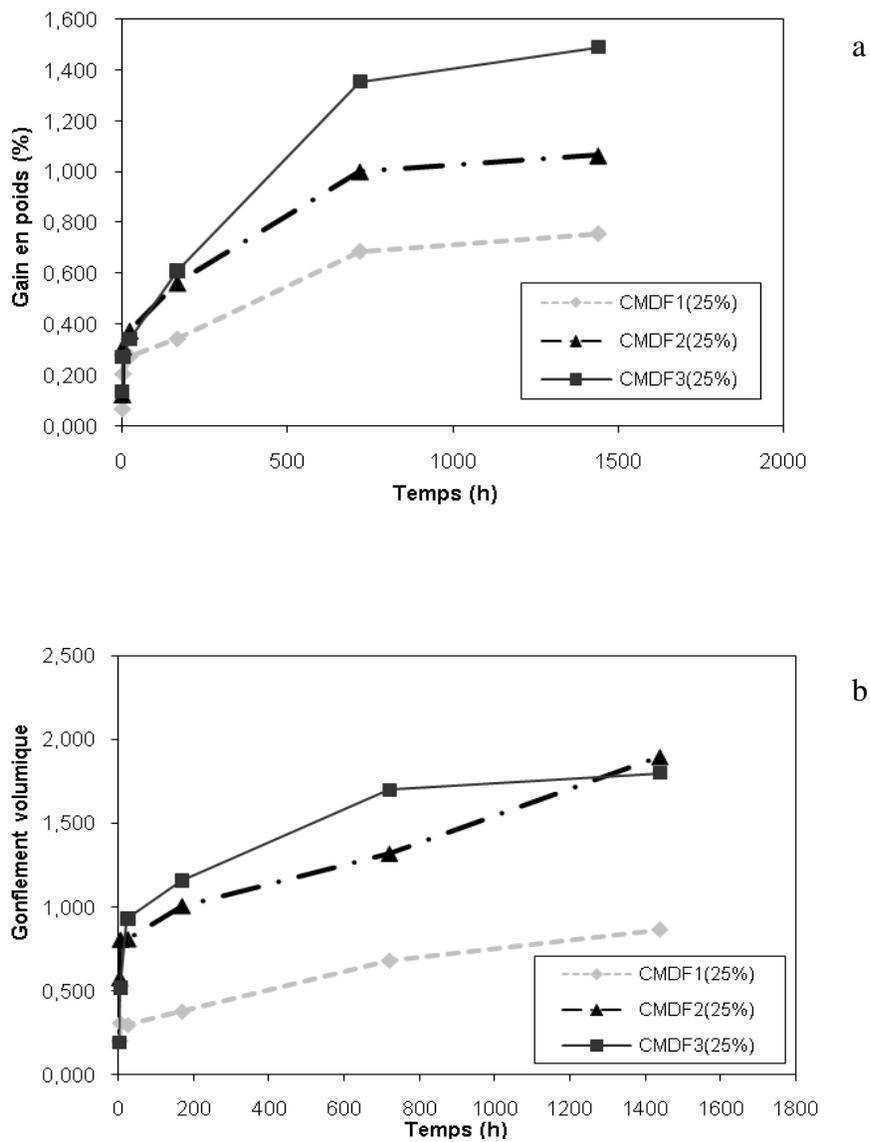


Figure 4.1 : Gain en poids (a) et en volume (b) des CBP à 25% en fibres en fonction du temps

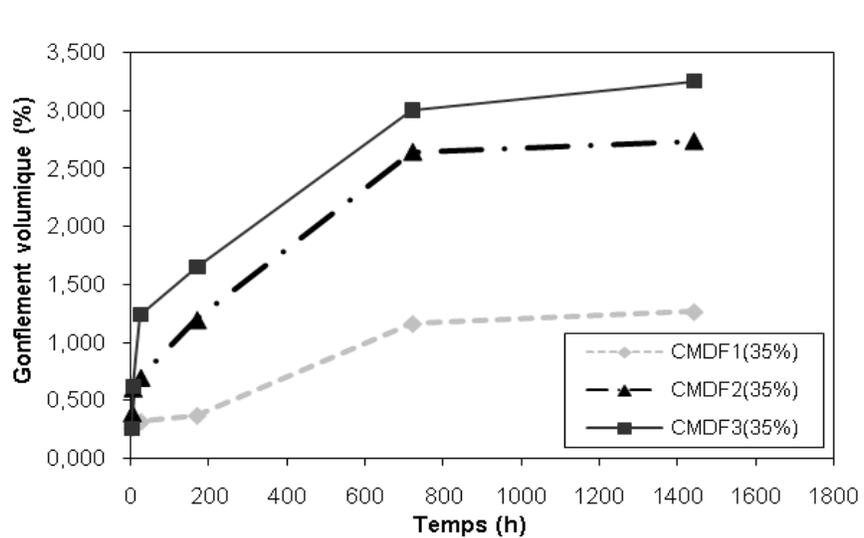
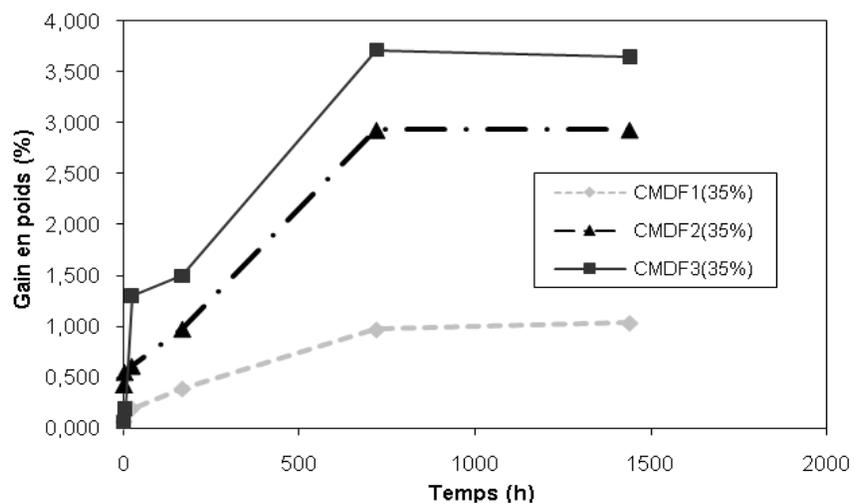


Figure 4.2 : Gain en poids (a) et en volume (b) des CBP à 35% en fibres en fonction du temps

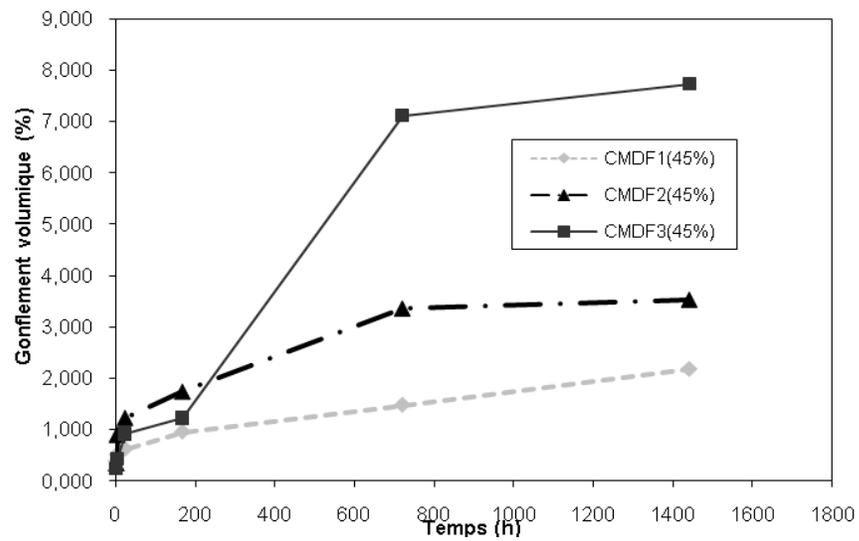
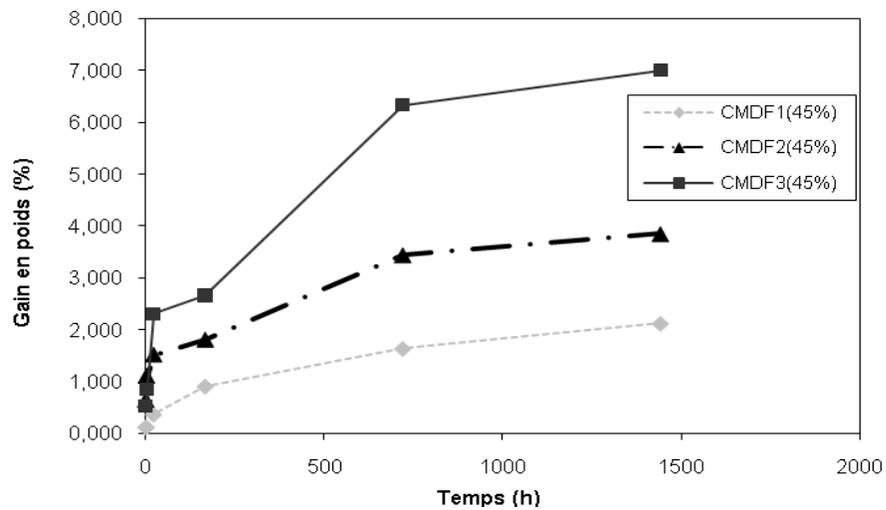


Figure 4.3 : Gain en poids (a) et en volume (b) des CBP à 45% en fibres en fonction du temps

En comparaison avec les CMDF3 (conçus avec des fibres vierges), les composites contenant des fibres MDF1 et MDF2 ne favorisent pas l'absorption de l'eau et permettent une faible reprise d'humidité. En effet, la proportion en fibres de bois dans les panneaux de moyenne densité MDF1 et MDF2 est inférieure à la proportion de MDF mis dans les CBP correspondants. Nous avons calculé les proportions effectives pour chaque composite pour toutes les proportions en fibres (Tableau 4.7).

Tableau 4.7 : Proportions effectives en fibres

CBP	% fibres	% résine UF	% additifs	% fibres effectifs
CMDF1	25	12	1	21,8
CMDF2	35	12	1	30,5
	45	12	1	39,2
CMDF3	25	-	-	25
	35	-	-	35
	45	-	-	45

Par ailleurs, les fibres MDF2 et MDF3 ont des caractéristiques anatomiques comparables (Tableau 3.2). Cependant, les CBP fabriqués à l'aide des fibres MDF2 absorbent moins d'eau et gonflent moins que ceux avec les fibres MDF3. Ce résultat s'explique en partie par le fait que la proportion réelle de fibres de bois dans les CBP issus des fibres MDF2 est inférieure à celle dans les composites CMDF3. Ce résultat est en accord avec les résultats observés par *Espert et al. (2004)* et *Joseph et al. (2002)* qui ont constaté que le caractère hydrophile des fibres est responsable de l'absorption de l'eau. Pour une proportion de MDF donnée, il y a moins de fibres de bois donc moins de composantes hydrophiles.

De plus, la résine thermodurcissable est hydrophobe. Sa présence dans le CBP pourrait se traduire par une réduction de l'absorption d'eau et des changements dimensionnels. D'autre part, la disposition de la résine sur la fibre de bois (imprégnation ou encapsulation), augmente la résistance de la fibre vis-à-vis de l'humidité. On remarque que l'augmentation de la proportion des fibres de 25%, 35% jusqu'à 45% favorise l'absorption et le gain en volume des trois composites, en particulier pour les composites contenant des fibres MDF3. Dans ce cas, le gain en volume et en poids est de 2 à 6 fois plus grand en passant de 25% à 45% en fibres (figures 4.1, 4.2 et 4.3).

#### **4.2.2 Variation de la stabilité dimensionnelle des CPB en fonction du procédé de formation**

Les composites fabriqués par le procédé d'injection sont plus résistants à l'humidité et possèdent une meilleure stabilité dimensionnelle que ceux fabriqués par extrusion. En effet, pour le même type de fibres (MDF1) et pour les mêmes proportions en fibres (25%), les gains en volume sont respectivement de 0,38% et 0,76 % pour les composites fabriqués par injection et par extrusion après une semaine dans l'eau (Tableaux 4.1 et 4.2). Ce résultat est en accord avec celui de *Stark (1999) et Migneault et al. (2008b)* qui ont montré que les composites injectés ont une meilleure stabilité dimensionnelle que ceux extrudés.

De plus, pour les échantillons extrudés, on remarque que pour les fortes proportions en fibres (45%), les composites absorbent beaucoup d'humidité surtout après un séjour de plus d'une semaine dans l'eau et qui peut atteindre jusqu'à 13,34% après 2 mois. Cependant, le gain en volume n'est pas aussi grand (3,67%) pour la même durée (Figures 4.4 et 4.5). Ceci peut être expliqué par la présence de parties creuses dans les composites extrudés puisqu'avec de grandes proportions en fibres, il

y a apparition de quelques problèmes et défauts liées aux paramètres d'extrusion (contenu en fibres, leurs orientations, l'adhésion entre fibres et matrice...). Ce résultat est en accord avec celui de *Stark (1999; 2004)*. En conclusion, la nature et la quantité des composants dans des matériaux étudiés ainsi que l'adhésion entre fibres et matrice et le type du procédé peuvent avoir une influence sur la prise d'eau et la stabilité dimensionnelle des composites bois-plastiques.

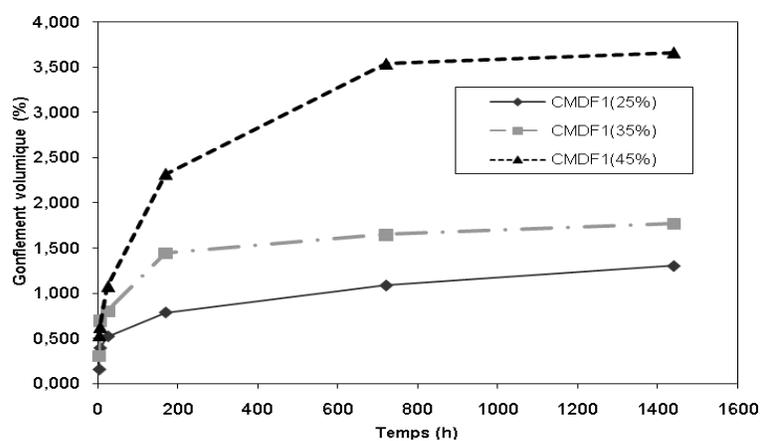


Figure 4.4 : Gain en volume des CBP extrudés en fonction du temps

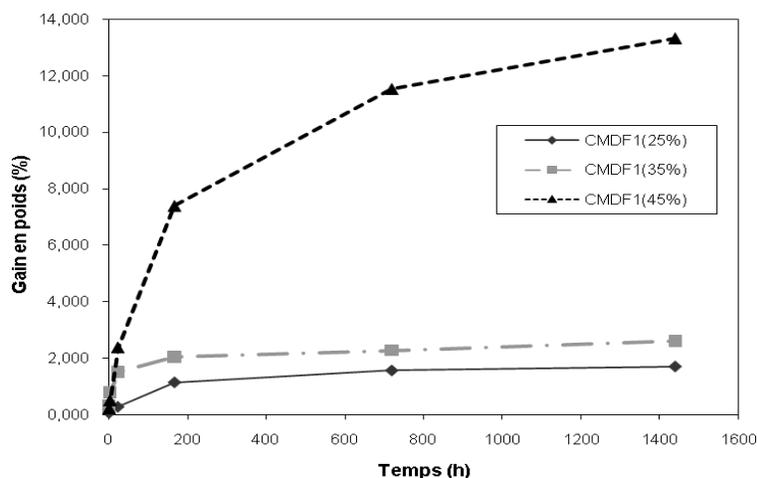


Figure 4.5 : Gain en poids des CBP extrudés en fonction du temps

### 4.2.3 Variation de densité des CPB en fonction du type et de la proportion des fibres

La densité de nos composites varie peu avec la proportion des fibres (Figure 4.6). Les composites CMDF2 possèdent les valeurs de densité les plus élevées pour les trois proportions de charge 25%, 35% et 45% qui sont respectivement 1,02, 1,07 et 1,11. Les densités de CMDF1 et CMDF3 sont très proches surtout pour de faibles contenus en fibres, mais restent néanmoins inférieures à celles de CMDF2 pour les échantillons fabriqués par injection (Tableaux 4.1, et 4.2 et Figure 4.6).

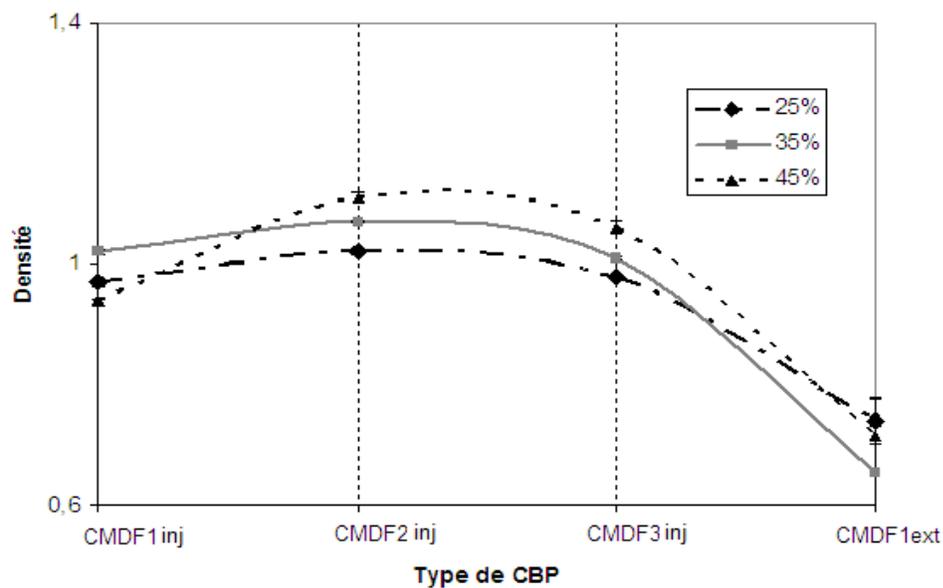


Figure 4.6 : Densité des CPB obtenus par injection et extrusion

#### **4.2.4 Variation des propriétés mécaniques des CPB en fonction du type et de la proportion des fibres**

Les résultats des analyses de variance indiquent des effets significatifs du type et de la proportion des fibres ainsi que l'interaction entre ces deux facteurs (Tableau 4.6). En général, l'augmentation de la proportion des fibres améliore les performances mécaniques des CPB surtout les modules d'élasticité (MOE) et de rupture (MOR) tel que le montrent les données du tableau 4.3. En effet, lorsqu'on augmente la proportion des fibres en allant de 25%, 35% jusqu'à 45% pour un même type de fibres, les MOE et MOR en flexion et en traction augmentent (Figures 4.7, 4.8, 4.9 et 4.10). Par exemple, pour les composites à base de fibres MDF3 obtenus par injection, les valeurs moyennes du MOE en flexion sont de 0,9 GPa, 1,5 GPa et 2,3 GPa pour des proportions en fibres respectivement de 25, 35 et 45 % (voir Figure 4.7).

De la même façon, en augmentant le pourcentage de la charge ligno cellulosique de 25% à 45% pour les mêmes types de composites et avec le même procédé de fabrication, les MOR en traction passent de 20,2 à 26,4 MPa (Figure 4.10).

Ces résultats permettent de faire un parallèle avec les résultats rapportés dans la littérature. D'après *Beg (2007)*, la résistance en flexion et le module d'élasticité en flexion des composites bois -plastiques sont améliorés en augmentant la proportion des fibres de MDF de 10% jusqu'à 60%. Ces composites ont été conçus à partir de la même méthode que nous avons utilisée soit une mise en granules suivie d'injection. Ils sont formés à partir de polypropylène et de fibres de MDF en utilisant le polypropylène maléique (MAPP) à 3% comme agent de couplage.

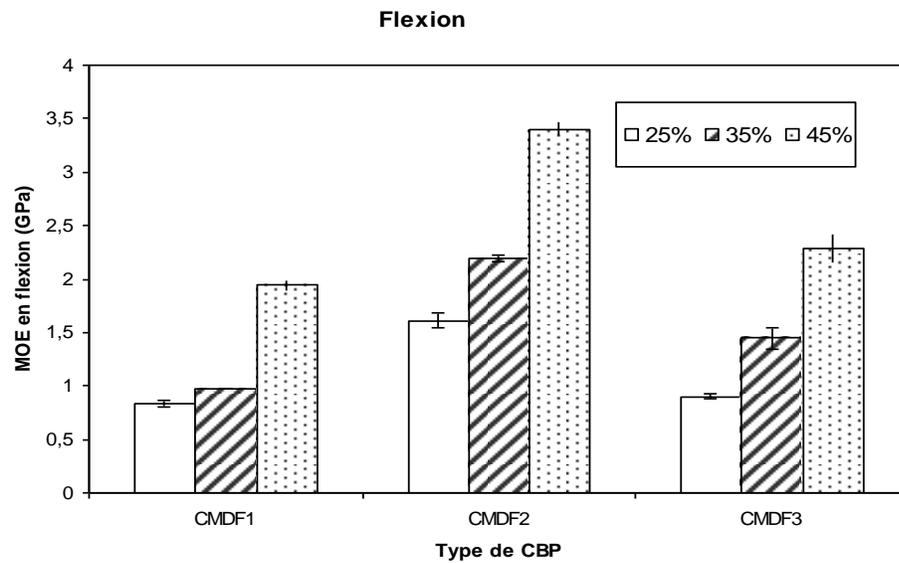


Figure 4.7: Comparaison des modules d'élasticité (MOE) en flexion pour les 3 CBP et à 3 différents taux de charge en fibres à t=0 heures

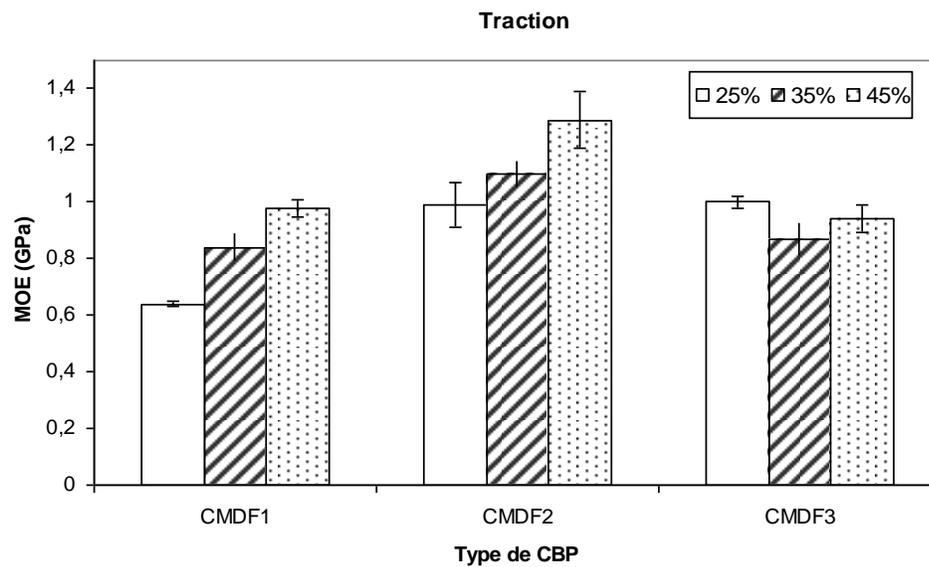


Figure 4.8: Comparaison des modules d'élasticité (MOE) en traction pour les 3 CBP et à 3 différents taux de charge en fibres à t=0 heures

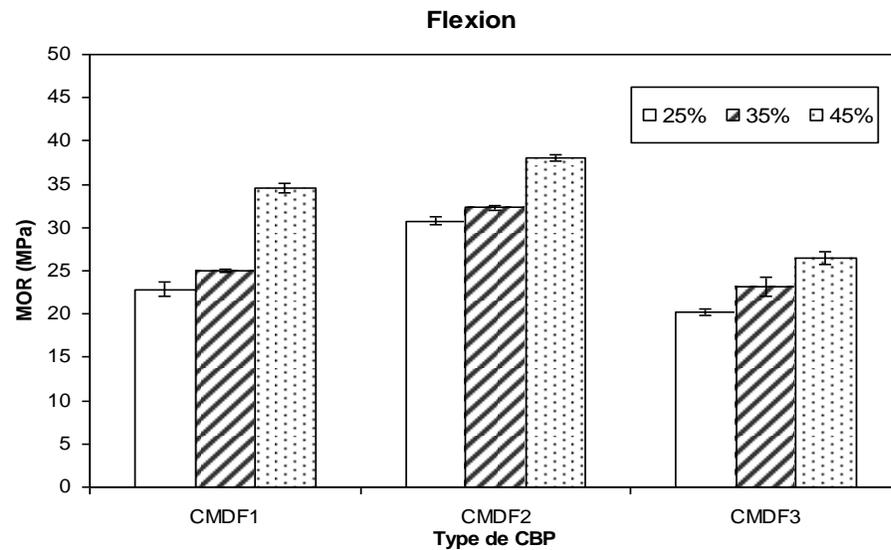


Figure 4.9 : Comparaison des modules de rupture en flexion en fonction de la nature des fibres à t=0 heures

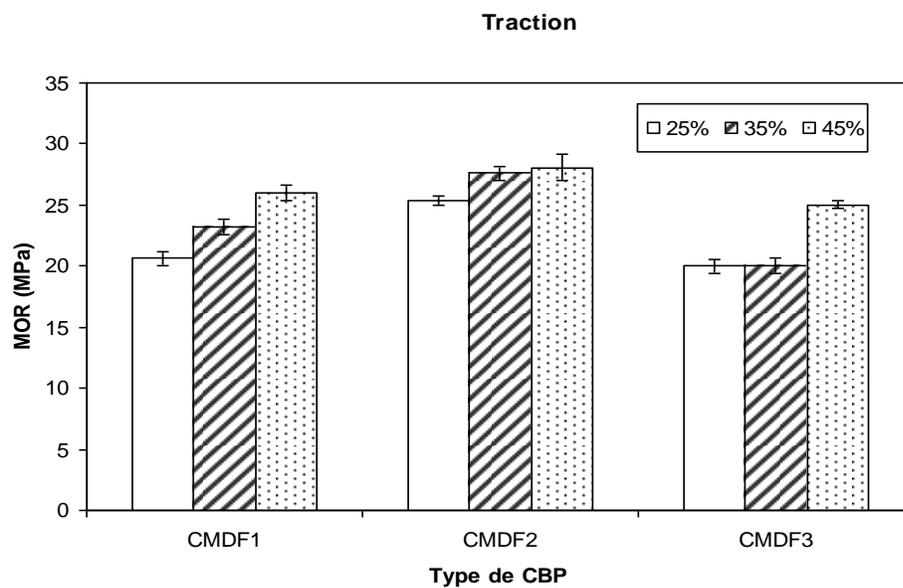


Figure 4.10 : Comparaison des modules de rupture en traction en fonction de la nature des fibres à t=0 heures

D'autre part, les fibres MDF2 et MDF3 se caractérisent par un facteur de forme élevé, ce qui a une influence sur les propriétés mécaniques des composites fabriqués notamment les modules d'élasticité (MOE) en traction et en flexion. Ces fibres ont l'avantage d'être longues, ce qui permet une augmentation de la résistance du produit final surtout si elles sont adéquatement orientées. Les fibres MDF3 ont le facteur de forme le plus élevé donc on peut s'attendre à ce que les composites correspondants aient les propriétés les plus élevées, ce qui n'est pas le cas puisque les composites fabriqués avec les fibres MDF2 ont les meilleures performances. Donc, avec l'effet du facteur de forme, la résine thermodurcissable joue un rôle pour l'amélioration de ces propriétés, qu'on développera plus loin.

Les fibres MDF1 se trouvent sous forme de farine de bois. Les CBP correspondants possèdent des MOE en flexion et en traction inférieurs aux deux autres types de fibres. Ces dernières permettent une concentration des contraintes, ce qui a pour conséquence, la diminution des modules d'élasticité des produits finis. C'est ce qu'ont remarqué *Stark et Rowlands (2003)*, qui ont examiné les effets de tailles des particules de bois (35, 70, 120 et 235 mesh) sur les propriétés mécaniques des matériaux composites conçus avec du polypropylène. Ils ont constaté que le facteur de forme, indépendamment de la taille des particules de bois, a une grande influence sur la résistance mécanique et la rigidité des composites. Cependant, les MOR en flexion et en traction des CMDF1 sont très proches de ceux de CMDF2. Ce résultat est comparable à celui trouvé dans plusieurs travaux (*Oksman et Clemons, 1998; Gamstedt et al., 2007*) qui ont montré que de petites particules bien dispersées augmentent généralement les propriétés de résistance. *Myers et al. (1990)* ont constaté que les fines particules de bois (40 mesh) ont fourni des résistances en flexion et en traction plus élevées que les particules plus grosses (20 mesh). Le rapport surface/volume élevé des particules fines assure un grand nombre de liens

chimiques par unité de volume avec la matrice par l'intermédiaire de l'agent couplant. Ainsi, les fibres MDF1 se comportent comme des renforts pour les CBP puisqu'elles permettent d'améliorer leurs résistances. De plus, les propriétés des CBP correspondants sont améliorées en augmentant les proportions en fibres MDF1.

Il est important de noter que la plupart des procédés de l'industrie pour les matériaux à base de fibres de bois et de plastique peuvent causer une dégradation des fibres de bois. Ce phénomène est observé surtout pour le procédé d'extrusion où les fibres sont fragmentées ou réduites en particules (*Gamstedt, 2007 ; Migneault, 2007*). Cela peut causer une diminution des propriétés mécaniques (Tableau 4.8).

Tableau 4.8 : .Moyenne et écart types des propriétés mécaniques des composites obtenus par extrusion à t=0h

Échan- tillon	% Fibre	Flexion					Traction			
		MOE GPa	MOR MPa	A (F <sub>max</sub> ) (%)	A(R) (%)	Travail (J/m <sup>2</sup> )*	MOE (GPa)	MOR (MPa)	A (F <sub>max</sub> ) (%)	A(R) (%)
CMDF1 injection	25%	0,83 (0,03)	22,82 (0,82)	5,04 (0,01)	-	4123,1 (132,1)	0,64 (0,01)	20,64 (0,6)	5,35 (0,14)	10,92 (1,75)
CMDF1 extrusion		0,77 (0,03)	18,66 (0,78)	5,05 (0,01)	-	3521,6 (157,58)	0,05 (0,01)	13,24 (0,64)	50,94 (7,44)	66,47 (15,03)
CMDF1 injection	35%	0,97 (0,00)	24,94 (0,17)	5,05 (0,00)	-	4682,4 (27,11)	0,84 (0,05)	23,2 (0,65)	4,2 (0,08)	5,38 (0,22)
CMDF1 extrusion		0,45 (0,22)	12,37 (3,59)	5,14 (0,08)	-	2397,6 (729,29)	0,06 (0,02)	11,66 (0,63)	30,36 (11,04)	31,46 (12,72)
CMDF1 injection	45%	1,94 (0,05)	34,51 (0,54)	3,53 (0,11)	4,4 (0,15)	4490,3 (230,87)	0,98 (0,03)	25,98 (0,66)	3,19 (0,03)	3,14 (0,08)
CMDF1 extrusion		0,91 (0,23)	14,77 (2,12)	3,41 (0,7)	4,42 (0,45)	1897,7 (400,95)	0,08 (0,03)	11,98 (0,41)	20,32 (6,72)	19,09 (6,59)

( ) : Écart type (\* à la force maximale)

A (F<sub>max</sub>) : Allongement maximal

A(R) : Allongement à la rupture

Les variations entre les types de fibres utilisées peuvent s'expliquer par divers facteurs notamment la taille et/ou le facteur de forme et le rôle que peut jouer les résines UF dans le composite. En fait, nous avons constaté que les composites contenant des fibres de bois avec résine non active (MDF2) présentent de meilleures propriétés mécaniques en termes de MOE et MOR en traction et en flexion que celles de composites à base de fibres vierges (MDF3) et fibres avec résine réactive (MDF1). À titre d'exemple, le MOE en flexion de CMDF2 est de 3,4 GPa dans le cas de 45% en fibres, alors que les MOE pour les fibres CMDF1 et CMDF3 sont respectivement de 1,94 et 2,3 GPa pour la même proportion en fibres (Tableau 4.3). En général, les MOE sont de 1,5 à 2,5 fois supérieures à ceux des deux autres types de CBP. Les valeurs des déformations maximales en flexion et en traction sont très comparables pour les trois composites. Ainsi, l'effet de la nature de la fibre est différent puisque les propriétés mécaniques sont supérieures. A priori, la résine dans ce cas joue un rôle important dans le développement des propriétés des composites obtenus et peut influencer sur l'adhésion entre fibres de bois et polymère plastique.

Quelques hypothèses pourront expliquer les propriétés élevées des CBP fabriqués avec les fibres MDF2 :

- La résine UF agit comme agent de réticulation entre les fibres de bois qui pourrait solidifier la structure du CBP et donc améliorer sa solidité.
- La résine UF agit comme agent de réticulation entre les fibres de bois et la matrice (HDPE) améliorant ainsi l'adhésion dans le composite et par conséquent ses propriétés mécaniques.
- La résine UF imprègne les fibres du bois. Dans le procédé de formation, la résine UF durcit dans la fibre et par conséquent la solidifie. Ainsi, les fibres du bois sont plus rigides, ce qui se traduit par de meilleures propriétés mécaniques du CBP.

- La résine UF durcit dans le procédé de fabrication et agit comme renfort dans le CBP.

La validation de l'une ou l'autre de ces hypothèses ne fait pas partie de l'objet de ce projet et pourrait faire l'objet d'autres études. Cependant, pour comprendre les variations des propriétés mécaniques, les composites contenant des fibres avec résine réagie (CMDF1), non réagie (CMDF2) et vierges (CMDF3) ont été observés par microscopie électronique à balayage. Les résultats ont montré que les composites CMDF2 présentent des surfaces lisses et plus uniformes et que celles des composites CMDF1 (contenant des fibres avec de la résine durcie) et CMDF3 (avec fibres vierges) (Figures 4.11 et 4.12). En effet, l'analyse des structures internes révèle que les fibres sont mieux dispersées et alignées dans la matrice plastique (Figures 4.12).

D'autre part, on remarque que pour les CMDF2, les fibres sont encollées les unes sur les autres à l'aide de la résine fondue suivant une direction préférentielle (Figure 4.12 et 4.13). La structure est plus compacte et continue. Dans certains endroits, on remarque que la résine, sous forme de paquets avec un aspect mousseux, imprègne les fibres de bois. Elle commence à réagir et fondre sous l'effet de la température (Figures 4.13(II) et 4.14). Alors que pour les CMDF1, la résine se trouve sous forme de paquets solides isolés (Figure 4.13 (I)).

Les analyses des micrographes électroniques permettent de déduire que la résine non réagie joue un rôle dans l'adhésion entre fibres de bois et matrice HDPE et imprègne les fibres de bois pour les rendre plus solides.

L'examen des figures précédentes (Figures 4.7, 4.8, 4.9 et 4.10) montre que les propriétés mécaniques des composites formés avec les fibres MDF1 augmentent considérablement quand la teneur en fibres augmente. Cette augmentation est prévue puisque les fibres contenant de la résine réagie sont des fibres de renfort et la résine dans ce cas agit comme agent de renfort. Cependant, les valeurs des MOE et MOR en traction et en flexion restent très inférieures qu'à ceux des composites à base de fibres

MDF2. D'après *Xing (2003)* et *Loxton (1996)*, la résine (UF) n'est plus active lors de son usage après quelques jours qui suit son encollage et sa conservation. Ceci est dû au fait que la résine est soumise à des températures élevées dans les conditions de pressage, de séchage et de stockage. Ces conditions favorisent les réactions de condensation et de cuisson de la résine et résulte ainsi à sa perte d'efficacité. Ce qui peut influencer de très près les propriétés mécaniques de nos composites.

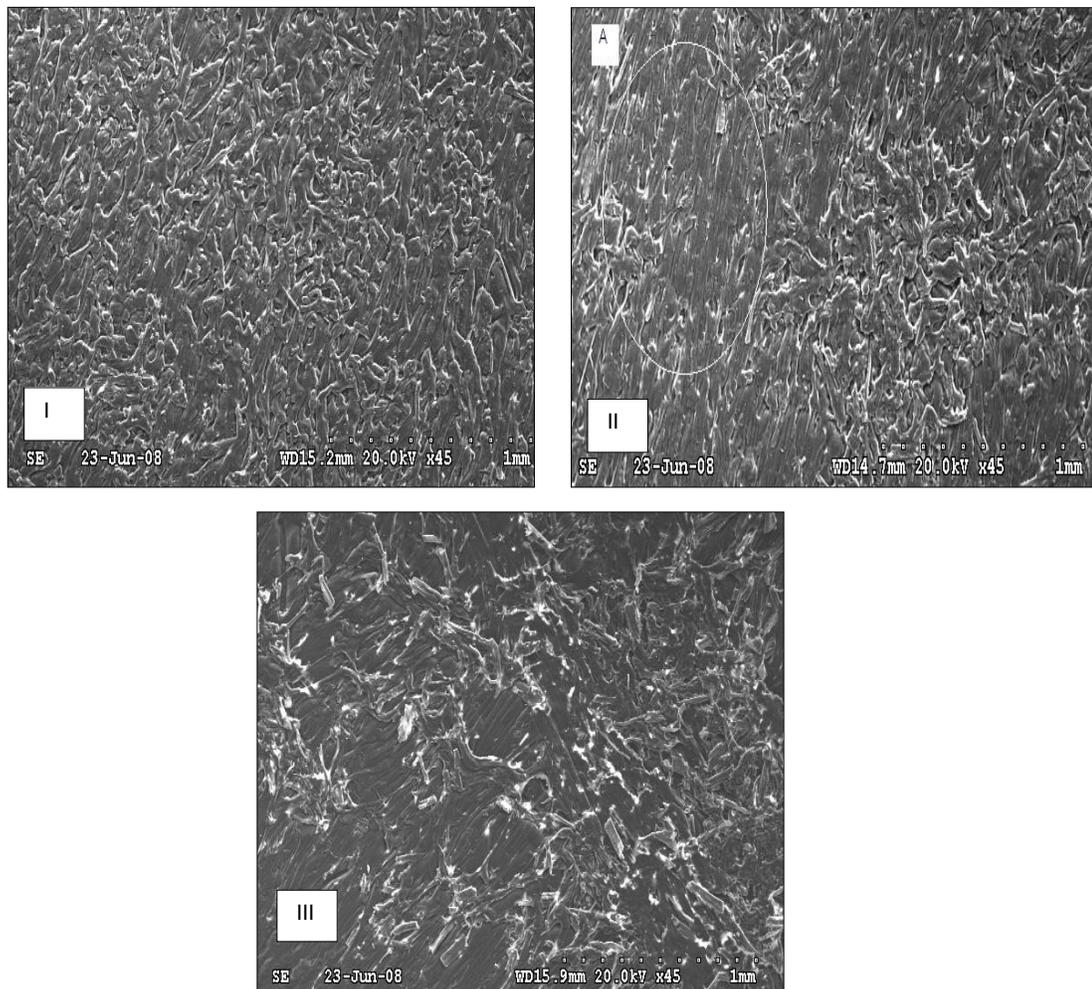


Figure 4.11 : Micrographes électroniques avec un agrandissement de 45 fois pris sur la surface des échantillons I) CMDF1, II) CMDF2 A= surface lisse et III) CMDF3.

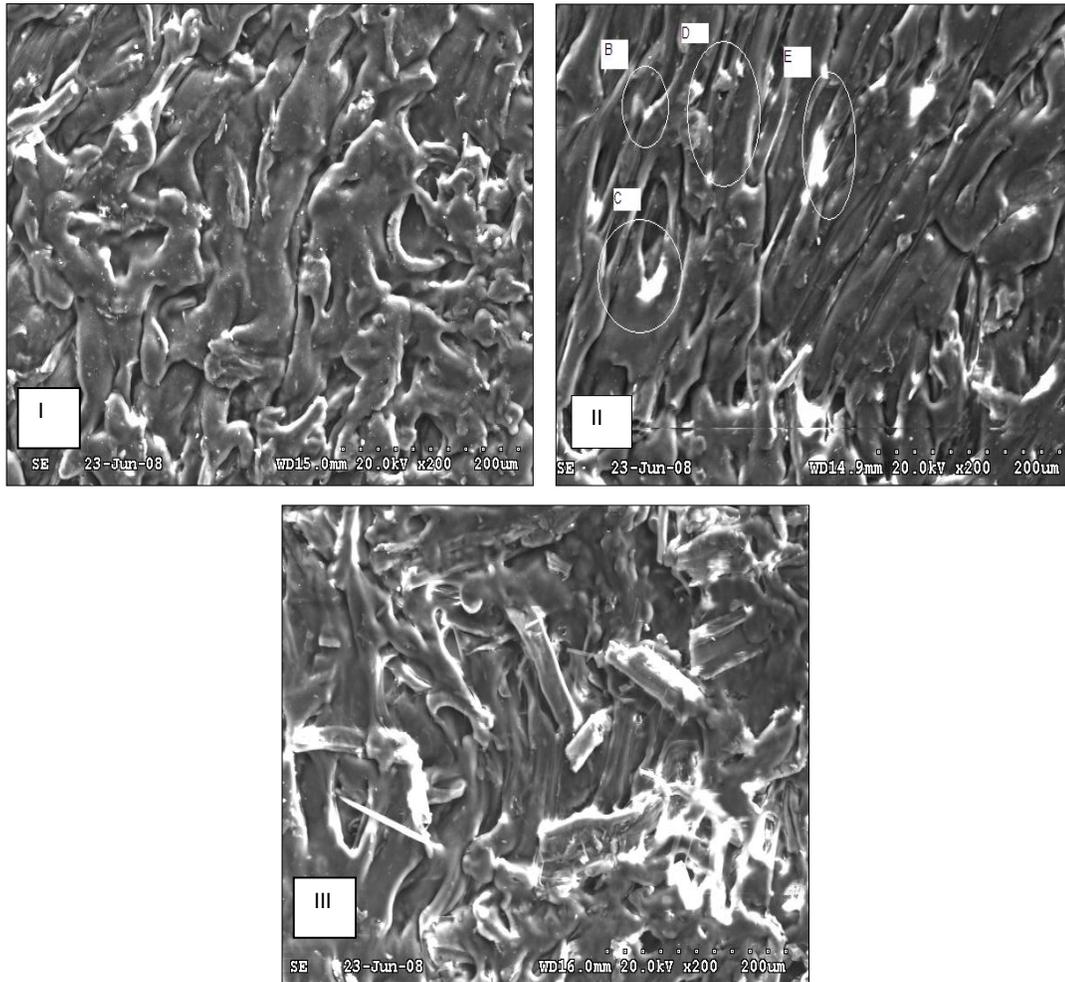


Figure 4.12: Micrographes électroniques avec un agrandissement de 200 fois pris sur la surface des échantillons I) CMDF1, II) CMDF2 B, C, D, E = résine et III) CMDF3

D'un autre côté, les énergies nécessaires pour rompre les éprouvettes de composites formés par 25% de fibres MDF1 et MDF2 sont les plus importantes. Donc, ces composites sont les plus tenaces (Figure 4.15). Par ailleurs, pour la plupart des échantillons conçus par injection et par extrusion, on observe que la ténacité caractérisée par l'énergie de rupture diminue en augmentant la teneur en fibres. Ce résultat est attendu compte tenu que le HDPE est connu par une très forte ténacité.

L'addition de fibres diminue toujours la déformation maximale. Même si la charge maximale augmente, l'énergie de rupture pourra diminuer ou encore augmenter dépendamment des amplitudes de déformation. Cependant, la résistance à la propagation de fissures atteint un optimum dans le cas des composites formés avec les fibres MDF3. L'énergie de rupture est de  $2,7 \text{ kJ/m}^2$  pour les composites avec 25% en fibres, puis elle augmente pour atteindre  $4,0 \text{ kJ/m}^2$ , pour diminuer encore une fois jusqu'à  $3,3 \text{ kJ/m}^2$  dans le cas d'échantillons avec 45% en fibres.

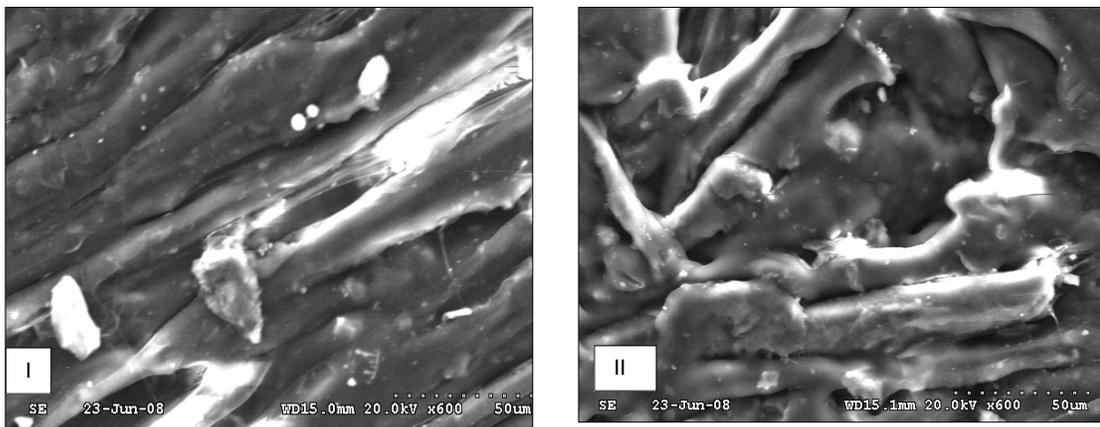


Figure 4.13 : Micrographes électroniques avec un agrandissement de 600 fois pris sur la surface des échantillons I) CMDF1 et II) CMDF2



Figure 4.14 : Micrographe électronique avec un agrandissement de 800 fois pris sur la surface des échantillons CMDF2, A= résine fondue

Donc, on ne peut pas avoir une conclusion claire quant à l'effet de la proportion des fibres sur la ténacité, seulement on peut noter le rôle que joue la résine sur ce paramètre. Les CBP formés avec des fibres MDF1 (avec résine réagie) et MDF2 (avec résine non réagie) sont plus tenaces que ceux à base de MDF3 (fibres vierges). C'est ce qu'ont montré *Selke et Wichman (2004)* qui notent que la force des liaisons fibres-matrice améliore la résistance à l'impact des composites conçus avec des résines recyclées.

Les analyses statistiques confirment ces résultats puisque l'effet de la proportion des fibres est non significatif sur l'énergie de rupture en traction alors que l'effet du type de fibres est très significatif (Tableau 4.6).

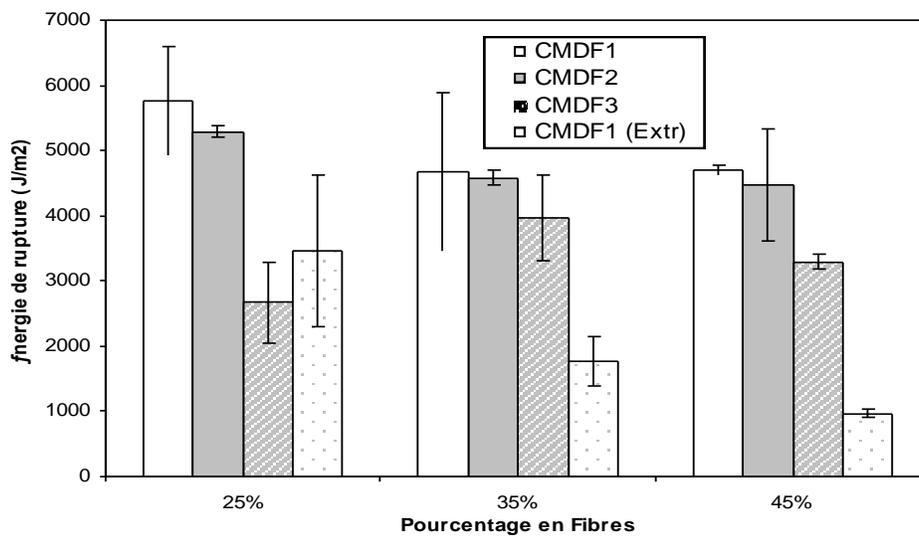


Figure 4.15 : Énergie de rupture pour les composites obtenus par extrusion et injection

#### **4.2.5 Variation des propriétés en flexion en fonction de la teneur en humidité des CBP**

Les résultats de l'analyse de variance (Tableau 4.5) sont révélateurs du rôle des différents facteurs (type et proportion des fibres, temps d'immersion et leur interaction). Ce qui confirme l'hypothèse que plus le temps d'immersion augmente et plus il y a diminution des différentes propriétés mécaniques (en particulier les MOE et MOR). De plus, il y a un rôle significatif de la proportion et de la nature des fibres utilisées sur les MOE, MOR, les déformations maximales et à la rupture de CBP.

Généralement, les échantillons qui ont passé un long séjour dans l'eau montrent des propriétés mécaniques (MOE, MOR, énergie en flexion, etc.) inférieures à ceux qui ont été immergés pour une courte période. Ils ont tendance à gonfler et leur structure matricielle peut également être affectée par l'eau suite à la réorientation des chaînes. Ces phénomènes sont d'autant plus importants que le contenu en fibres augmente de 25% à 45% (Figures 4.16, 4.17, 4.18 et Annexe A). Par exemple, les valeurs du MOR pour CMDF2 (35%) passent de 30,8 MPa à 21,4 MPa et ceux du MOE pour CMDF2 (25%) diminuent de 1,61 GPa à 0,89 GPa après 2 mois d'immersion dans l'eau (Figure 4.16 a).

De même, les valeurs des énergies à la rupture diminuent en fonction du temps d'immersion (Figure 4.16 b). L'absorption d'humidité peut donc causer la perte d'adhésion entre fibres et matrice par l'effet des molécules d'eau, qui changent la structure et les propriétés de l'interface après un long séjour dans l'eau, ce qui entraîne la diminution des propriétés mécaniques.

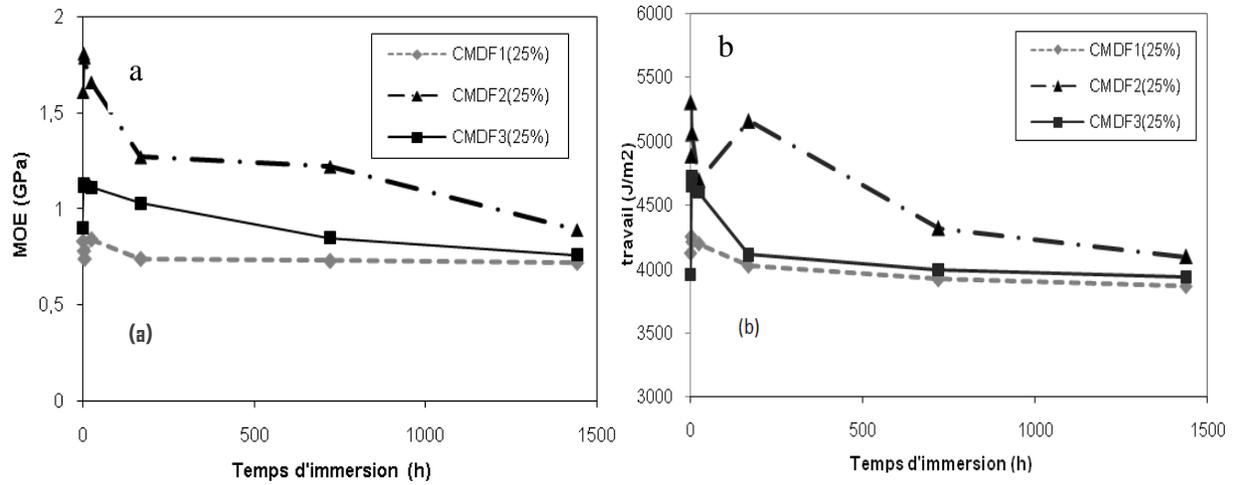


Figure 4.16: Variation du MOE (a) et du travail (b) des 3 CBP à 25% en fonction du temps d'immersion

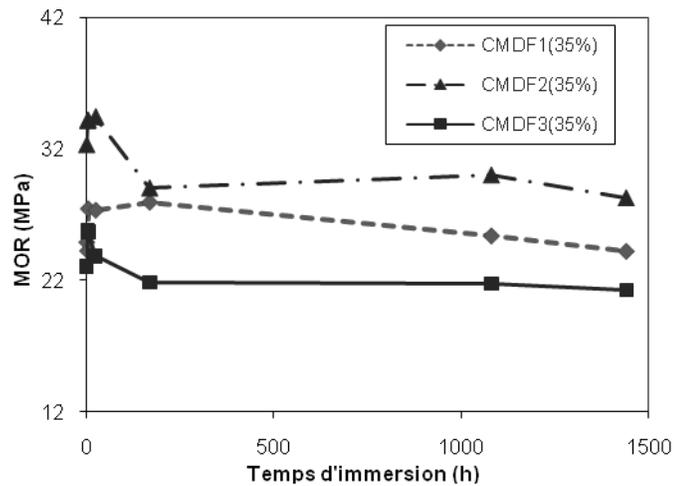


Figure 4.17: Variation du MOR des 3 CBP à 35% en fonction du temps d'immersion

D'autre part, on remarque au début de la prise d'humidité, une légère augmentation du MOR et MOE (Figures 4.16 et 4.17) pour certains composites en particulier ceux contenant des fibres avec de la résine non réagie (CMDF2) à différents taux de charges (25%, 35%, 45%) surtout à des temps d'immersion ne dépassant pas 24 heures. En effet, au début de l'absorption d'humidité, l'eau agit comme un plastifiant ce qui peut améliorer l'adhésion entre la résine urée formaldéhyde non réagie d'une part et les fibres de bois et le polyéthylène, d'autre part. Ce résultat est en accord avec celui trouvé par *Karmaker et al.*, (1994) qui ont montré que le gonflement des composites fabriqués avec du polypropylène et de fibre de jute a des effets positifs sur les propriétés mécaniques. De plus, l'amélioration de l'interface fibre – matrice peut améliorer la résistance à l'eau.

De plus, les CBP fabriqués avec les fibres MDF2 possèdent des propriétés plus élevées que ceux de CMDF1 (avec résine réagie) et CMDF3 (avec fibres vierges). Ce résultat est attendu puisque dans les conditions initiales, c'est à dire avant prise d'humidité, ces composites offrent de meilleures caractéristiques mécaniques. Les composites CMDF1 montrent une bonne résistance à l'humidité puisqu'elles présentent des propriétés comparables à celles de CMDF2.

En général, les composites obtenus par injection possèdent des propriétés supérieures à ceux obtenus par extrusion. Ils sont plus rigides et plus résistants (Figure 4.18 et Annexe A). Ceci est dû à leurs densités importantes et au fait qu'avec le procédé d'injection, les fibres sont alignés dans une direction préférentielle tandis qu'avec le procédé d'extrusion, les fibres sont orientées de façon plus aléatoire (*Migneault et al.*, 2008b; *Stark et al.*, 2004). D'autre part, les CMDF1 (35%) en ce qui concerne le module de rupture possèdent les propriétés les plus faibles et subissent des variations importantes sous l'effet de l'humidité.

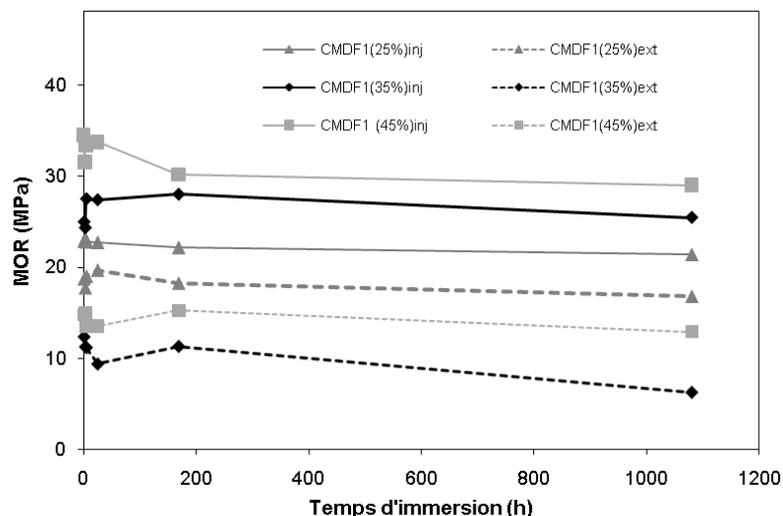


Figure 4.18 : Variation du MOR des composites fabriqués par extrusion en fonction du temps d'immersion

La Figure 4.19 représente la déformation maximale à l'état initial (sans absorption d'eau) et après 45 jours d'immersion dans l'eau où nos échantillons sont saturés. On remarque qu'en général, il n'y a pas de variation importante de ce paramètre pour les composites à faible pourcentage en fibres de bois (c'est le cas de CMDF1, CMDF2, CMDF3 et CMDF1 (extrudés) avec 25% en fibres) entre le début de prise d'humidité et la saturation des échantillons puisque pour ces échantillons, on retrouve une grande proportion de polymère. Cependant, il existe une légère augmentation de l'allongement, qui ait lieu surtout pour les composites avec un important contenu en fibres (voir Annexe A). Ce résultat concorde avec celui d'*Espert et al. (2004)* pour un composite à base de polypropylène et de fibres de cellulose immergées dans l'eau à la température de 23°C. Ceci peut être expliqué par le rôle plastifiant que joue l'eau surtout à faible température (*Joseph et al., 2002; Espert et al., 2004*).

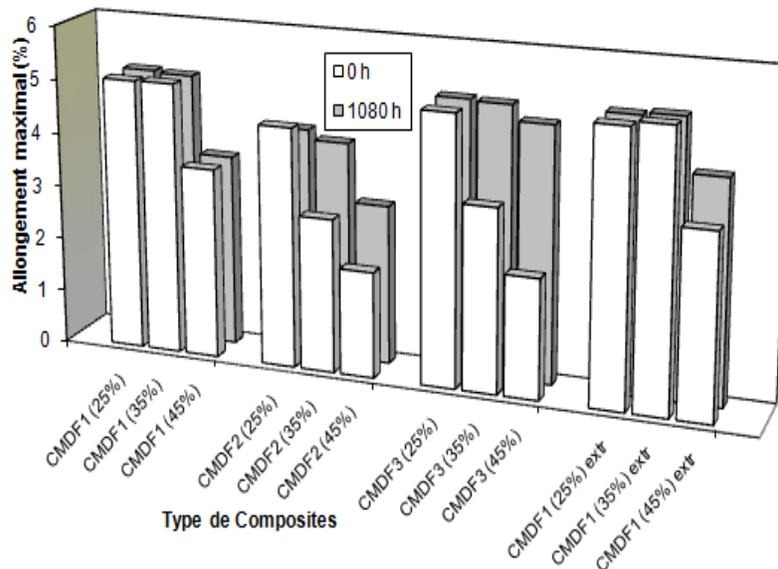


Figure 4.19 : Allongement maximal en fonction du temps et à différentes proportions en fibres

#### 4.2.6 Modélisation de l'absorption d'eau en fonction du temps d'immersion

Dans cette partie, pour alléger l'écriture nous avons désigné les composites fabriqués avec les différentes fibres par : MDF1, MDF2 et MDF3 sur les figures obtenues par le logiciel Matlab.

##### ▪ Modèle (1) généralisé

En représentant les variations de l'humidité en fonction du temps et les valeurs modulées suivant le modèle de la loi de diffusion Fickéenne représentée par l'équation (3.13), nous constatons que plus le contenu en fibres augmente, plus la quantité d'eau absorbée dans nos composites est grande.

Au début de l'immersion des échantillons (i.e. à des temps entre 0 et 50 heures), la diffusion est très rapide, c'est ce qu'on remarque d'après l'allure de la courbe avec une pente importante. À partir de 50 heures, l'humidité est absorbée moins rapidement et on observe un palier. D'autre part, pour la grande partie des échantillons, les modèles théoriques sont très similaires aux valeurs expérimentales (Figure 4.20).

Nous avons calculé, par la suite, les paramètres de l'équation (3.13) ainsi que les coefficients de diffusion de nos CBP en utilisant Matlab (Annexe B). La comparaison des valeurs expérimentales et théoriques de  $n$  et  $k$  ont permis de dresser le tableau 4.9.

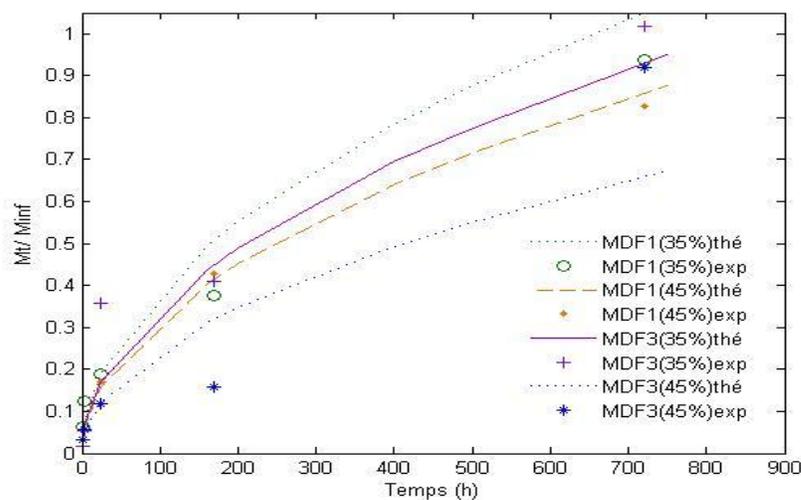


Figure 4.20 : Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques suivant le modèle1

Pour la plupart de nos composites conçus à différents taux de fibres ligno cellulosiques, les valeurs expérimentales de  $n$  sont comparables à la valeur théorique  $n = 0,5$ . Donc, l'absorption d'eau dans nos échantillons suit la loi de diffusion de Fick.

Nous avons alors déterminé le coefficient de diffusion pour chaque CBP (Tableau 4.10) en calculant la pente de la partie linéaire de la courbe représentant  $\frac{M_t}{M_\infty} = f(\sqrt{t})$ .

Tableau 4.9 : Paramètres de diffusion expérimentaux et modulés

Type de composites	% fibres	Expérimental		Modulé	
		n	k	n	K
CMDF1	25%	0,3033	0,1157	0,5	0,0617
	35%	0,4047	0,0553	0,5	0,0392
	45%	0,4615	0,0370	0,5	0,0320
CMDF2	25%	0,2824	0,1365	0,5	0,0674
	35%	0,2976	0,1059	0,5	0,0549
	45%	0,2427	0,1676	0,5	0,0730
CMDF3	25%	0,3395	0,0850	0,5	0,0490
	35%	0,5717	0,0227	0,5	0,0347
	45%	0,5082	0,0227	0,5	0,0246

Tableau 4.10: Les coefficients de diffusion des composites bois-plastiques à 21°C

Échantillon	Coefficient de diffusion $\times 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$ (à 21°C)
25% MDF1 + PE +MAPE	0,9350
35% MDF1 + PE +MAPE	1,0850
45% MDF1 + PE +MAPE	1,1489
25% MDF2 + PE +MAPE	0,9696
35% MDF2 + PE +MAPE	1,3497
45% MDF2 + PE +MAPE	1,5318
25% MDF3 + PE +MAPE	0,9668
35% MDF3 + PE +MAPE	1,3746
45% MDF3 + PE +MAPE	1,8548

On remarque que les coefficients de diffusion varient en augmentant le taux de charge dans les composites. Par exemple, en passant de 25% à 35% de contenu en fibres pour les composites fabriqués à partir de MDF1, les coefficients de diffusion passent de  $0,9350 \times 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$  à  $1,0850 \times 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$  respectivement. Ceci peut être expliqué par le caractère hydrophile des fibres qui ont tendance à retenir l'humidité. Ces résultats sont similaires à ceux trouvés dans la littérature (*Neagu et al., 2007*; *Espert et al., 2004*; *Joseph et al., 2002*).

D'autre part, les composites conçus à partir des fibres vierges MDF3 possèdent les coefficients de diffusion les plus élevées suivis par ordre décroissant des fibres MDF2 (fibres avec résine non réagie) et des fibres MDF1 (fibres avec résine réagie). Ces résultats confirment ce qui a été démontré dans les sections précédentes. En effet, la structure de la charge (farine de bois) permet d'absorber moins d'humidité qu'une fibre de grande dimension (les fibres MDF3). Par conséquent, la nature et la quantité des composants dans des matériaux étudiés ainsi que l'adhésion entre fibres et matrice peuvent également induire d'importants changements dans les cinétiques d'absorption d'eau.

▪ **Modèle 2 : Modèle optimisé**

Dans cette partie, nous avons essayé d'optimiser les paramètres du modèle (1) théorique obtenu. Pour cela, nous avons calculé les coefficients de diffusion et nous avons utilisé l'équation suivante pour modéliser le comportement hygroscopique des composites bois plastiques étudiés.

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

Les figures 4.21, 4.22 et 4.23 présentent les courbes de prise en eau expérimentales et simulées des CBP.

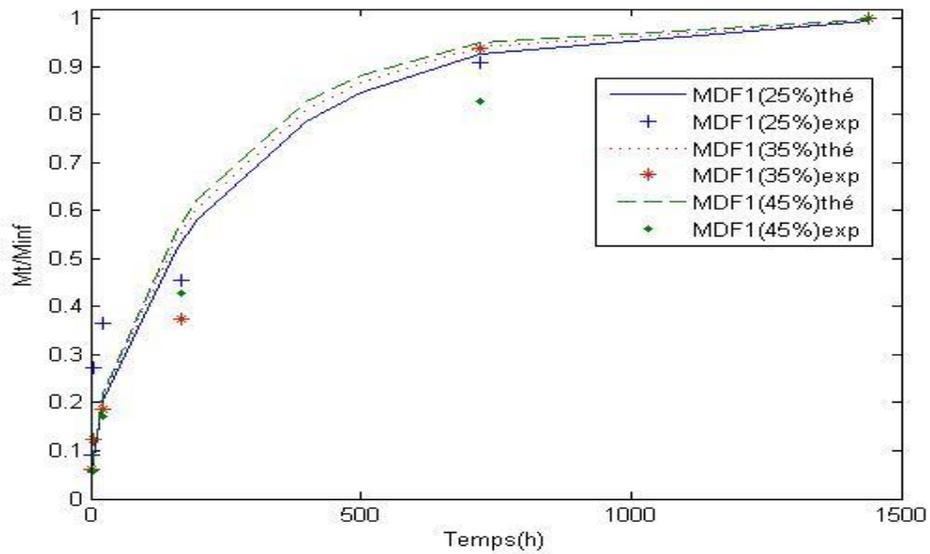


Figure 4.21: Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques suivant le modèle (2) pour les composites fabriqués avec les fibres MDF1

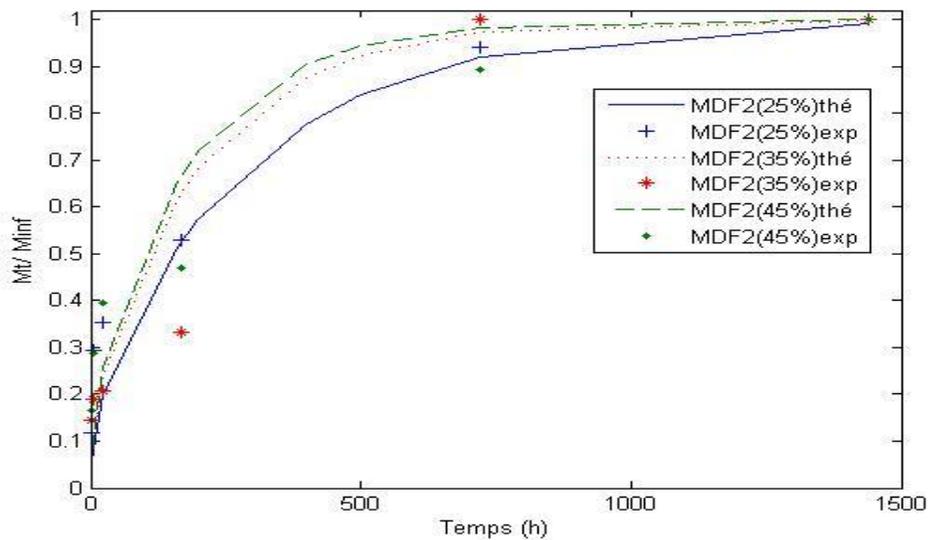


Figure 4.22 : Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques suivant le modèle (2) pour les composites fabriqués avec les fibres MDF2

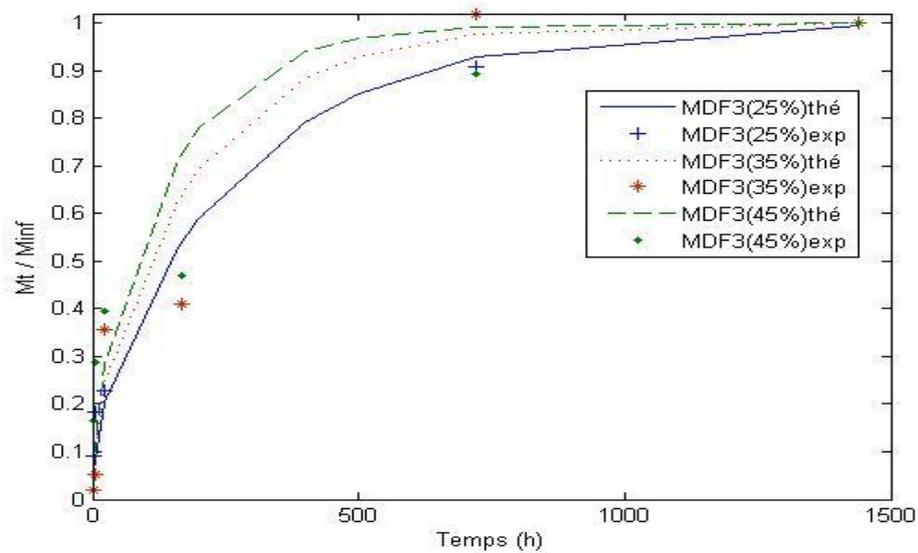


Figure 4.23: Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques suivant le modèle (2) pour les composites fabriqués avec les fibres MDF3

Nous constatons que les modèles théoriques et les valeurs expérimentales coïncident surtout pour les composites à faibles taux de charges lignocellulosiques pour les différents CBP. D'après les modèle (1) et (2), on peut conclure que les données expérimentales correspondent assez bien au modèle de Fick pour la diffusion pour les composites à faible teneur en fibres.

## CONCLUSIONS

L'objectif de ce mémoire était d'étudier le potentiel de valorisation de résidus de panneaux de fibres de moyenne densité (MDF) et d'évaluer l'effet de type de fibres sur les propriétés des composites bois-plastiques obtenus à partir de ces résidus. Trois types de fibres MDF ont été étudiés : fibres avec résine durcie (MDF1), fibres avec résine non réagie (MDF2), fibres vierges (MDF3). Les composites correspondants ont été fabriqués à partir d'une résine thermoplastique (HDPE), d'une résine thermodurcissable (UF) et de résidus de panneaux MDF à différentes proportions de fibres par deux procédés soient l'injection et l'extrusion. Ces travaux ont permis de tirer les conclusions suivantes :

- L'hypothèse 1, qui proposait que les fibres vierges et issues des résidus de panneaux MDF sont propices à la conception des CBP a été vérifiée. Après la détermination des paramètres de mise en forme, nous avons obtenu des composites formés par différentes proportions de fibres (25%, 35% et 45%), de HDPE et de 4% de MAPE. Pour cela, nous avons eu recours à utiliser 2 étapes : une mise en granules suivie d'injection ou d'extrusion. Les CBP se caractérisent par d'excellentes structures et de bonnes propriétés physiques et mécaniques.
- D'après l'étude des paramètres de mise en forme, nous avons vérifié que ces paramètres varient en fonction de la nature et des proportions des fibres (hypothèse 2). En effet, les fibres MDF1 sont plus faciles à disperser et à

extruder que les fibres MDF2 et MDF3 qui sont plus longues et plus légères. Ceci est dû à la structure des fibres MDF1. Les autres fibres ont une extrusion plus compliquée et plus lente. D'autre part, la diminution des valeurs du couple en augmentant la charge a montré qu'il semble exister une meilleure compatibilité entre les fibres de MDF2 (contenant de la résine non réagie) et le HDPE.

- L'étude des propriétés physiques et mécaniques des CBP issus des trois formulations étudiées montre que ces propriétés varient en fonction de la proportion et de la nature des fibres. Ce qui nous permet de confirmer l'hypothèse 3.
  - D'une part, nous avons observé qu'en général l'augmentation de la proportion des fibres améliore la densité et les performances mécaniques des CBP surtout les modules d'élasticité et de rupture en flexion et en traction.
  - L'absorption et le gonflement volumique des composites en immersion dans l'eau augmentent avec la proportion effective en fibres puisque les fibres contenant de la résine (réagie ou non) sont moins hydrophiles.
  - L'effet du facteur de forme a une influence importante sur les propriétés des CBP. Les fibres se caractérisant par un facteur de forme élevé (MDF2 et MDF3) permettent la conception de composites avec des modules d'élasticité en traction et en flexion élevés.
- L'hypothèse 4 qui supposait que la résine thermodurcissable non réagie joue un rôle important dans le développement des propriétés des CBP a été vérifiée. Nous avons constaté que les CBP correspondants ont les meilleures propriétés physico-mécaniques en termes de densité, MOE en flexion et en traction, déformation maximale et ténacité en conditions normales et humides.

Ces résultats sont confirmés par l'analyse statistique des données. D'après les résultats des analyses par MEB, nous proposons trois explications plausibles :

1. La résine UF agit comme agent de réticulation entre les fibres de bois et la matrice (HDPE) améliorant ainsi l'adhésion dans le composite et par conséquent ses propriétés mécaniques.
  2. La résine UF imprègne les fibres du bois. Dans le procédé de formation, la résine UF durcit dans la fibre et par conséquent la solidifie. Ainsi, les fibres du bois sont plus rigides, ce qui se traduit par de meilleures propriétés mécaniques du CBP.
  3. La résine UF durcit dans le procédé de fabrication et agit comme renfort dans le CBP
- Il a été démontré que les fibres contenant de la résine réagie sont des fibres de renfort et la résine dans ce cas agit comme agent de renfort et les composites correspondants possèdent des MOE en flexion et en traction inférieurs aux deux autres types de composites en conditions normales. Ce phénomène est dû surtout à la perte d'efficacité de la résine.
  - Nous avons pu modéliser le comportement hygroscopique de nos composites avec le temps d'immersion dans l'eau (diffusion) par deux modèles théoriques. Nous avons conclu que les données expérimentales correspondent assez bien au modèle de Fick pour la diffusion et ceci pour les composites à faible teneur en fibres.

## LISTE DES RÉFÉRENCES

- ASTM D 1037 (1999). Standard test method for evaluating properties of wood-base fiber and particle panel materials. American society of testing and materials : West Conshohocken, PA.
- ASTM D 790 (2003): Standard test method for flexural properties of unreinforced and reinforced plastics and electrical insulating materials. American society of testing and materials: West Conshohocken, PA.
- ASTM D 638 (2003): Standard test method for tensile properties of plastics. American society of testing and materials: West Conshohocken, PA.
- ASTM D 7031 (2004) : Standard Guide for Evaluating Mechanical and Physical Properties of Wood-Plastic Composite Products. American society of testing and materials : West Conshohocken, PA.
- Baïlon, J.P. et Dorlot, J.M. 2005. Des matériaux, troisième édition. Presses internationales Polytechniques, école Polytechnique de Montréal.
- Balatinecz, J. J. et Park, B.D. 1997. Effects of temperature and moisture exposure on the properties of wood-fiber thermoplastic composites. J. Thermoplast. Compos. Mater (10), 476-487.
- Beg, M.D.H. 2007. The improvement of Interfacial Bonding, Weathering and Recycling of Wood Fibre Reinforced Polypropylene Composites, thèse de doctorat, Université de Waikato, Hamilton, Nouvelle Zélande.
- Berglund, L. et Rowell, R.M. 2005. Wood composites. Handbook of Wood Chemistry and Wood Composites. CRC Press.
- Berreur, L. Avril 2002. Rapport final : L'industrie française des panneaux composites, Ministère de l'économie des finances et de l'industrie, France.

- Bibo, G.A. et Hogg, P.J. 1996. The role of reinforcement architecture on impact damage mechanisms and post-impact compression behaviour. *J Mat Sci* (31), 115-1137.
- Bledzki, A.K., Reihmane, S., Gassan, J. 1998a. Thermoplastics reinforced with wood fillers. A literature review. *Poly Plast Tech Eng* 37 (4), 451-468.
- Bledzki, A.K., Gassan, J., Theis, S. 1998b. Wood-filled thermoplastic composites. *Mech. Comp. Mater* 34 (6), 563-568.
- Bowyer, J.L. *Le bois et ses usages*, 4<sup>ème</sup> édition. 2005. CCDMD. Centre collégial de développement de matériel didactique, Canada, 215p.
- Clemons, C. 2002. Wood- plastic composites in the United States, the interfacing of two industries. *For Prod. J* 52(6) ,10-18.
- Espert, A., Vilaplana, F., Karlsson, S. 2004. Comparision of water absorption in natural cellulosic fibres from wood and one- year crops in polypropylene composites and its influence on their mechanical properties. *Composites, PartA* (35), 1267-1276.
- Falk, R.H., Vos, D., Cramer, S.M. 1999. The comparative performance of woodfiber-plastic and wood-based panels. 5<sup>th</sup> Intern. Conf. of woodfiber-plastic composites, Madison, Winconsin.
- Haque, M.N. 1997. A literature review of research into wood-plastic composites. MSc Forest Industries Technology, University of Wales, Bangor, United Kingdom.
- Gamstedt, E. K., Neagu, K., Bogren, K. et Lindström, N.M. 2006. Micromechanical Approaches to Development of Improved Wood-Fibre Biocomposites. Proc. Intern. Conf. on Progress in Wood and Bio-fibre Plastic Composites, 10 pages, Toronto, ON, Canada.
- Gamstedt, E. K., Nygard, P., Lindstrom, N.M. 2007. Transfer of knowledge from papermaking to manufacture of composites materials. Proc. 3<sup>rd</sup> Wood fibre Polymer composites Intern. Symp., Bordeaux, France.
- Garcia, R.A. 2005. Amélioration de la stabilité dimensionnelle des panneaux de fibre de bois MDF par traitements physico-chimiques. Thèse de doctorat, Université Laval.

- Garcia, R.A., Cloutier, A., Riedl, B. 2006. Chemical modification and wetting of medium density fiberboard panels produced from fibres treated with maleated polypropylene wax. *Wood Sci Technol* (40), 402-416.
- Gilbert, V. 2005. Caractérisation des résidus provenant de l'industrie de la seconde transformation des panneaux de particules et de fibres. Mémoire de maîtrise, Université Laval.
- Cranck, J. 1975. *The mathematics of diffusion*, Oxford: Calendron Press, 2<sup>ème</sup> édition, 414p
- Joseph, P.V., Rabello, M.S., Mattoso, L.H.C., Joseph, K., Thomas, S. 2002. Environmental effects on the degradation behaviour of sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Compos Sci Technol* 62(10-11), 1357-1372.
- Julson, J. L., Subbarao, G., Stokke, D. D., Gieselman, H. H. 2004. Mechanical Properties of Biorenewable Fiber/Plastic Composites. *App Poly Sci* (93), 2484-2493.
- Karmaker, A.C., Hoffmann, A., Hinrichsen, G. 1994. Influence of water uptake on the mechanical properties of jute fiber-reinforced polypropylene. *App Poly Sci* (54), 1803-1807.
- Koubaa, A. 2005. Notes de cours sujets spéciaux en modélisation avancée, Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue.
- Le Baillif, M. et Oksman, K. 2006. The influence of the extrusion process on bleached pulp fiber and its composites. Proc. Progress in Wood & Biofibre Plastic Composites conference, Toronto, ON, Canada.
- Lin, Q., Zhou, X., Dai, G. 2002. Effect of hydrothermal environment on moisture absorption and mechanical properties of wood flour-filled polypropylene composites. *App Poly Sci* (85), 2824-2832.
- Loxton, C., Hague, L. Décembre 2-5, 1996. Resin blending in the MDF industry- Can it improved? Proc of the 3<sup>rd</sup> Pacific Rim Bio-based Composite Symp, Kyoto, Japan, 392-400.
- Lu, J.Z., Wu, Q., McNabb, H.S. 2000. Chemical coupling in wood fiber and polymer composites: A review of coupling agents and treatments. *Wood Fib Sci* 32(1), 88-104.

- Marom, G. 1985. The role of water transport in composite materials, Polymer permeability. J. Elsevier applied science publishers LTD, Comyn Ed, New York, 341-374.
- Marutzky, R., Schriever, E. 1986. Emission during combustion of particleboard residues. Holz-als-Roh-und-Werkstoff 44(5), 185-191.
- Marutzky, R., Schriever, E. 1988. Requirements regarding emissions from burners fuelled with particleboard residues and the possibilities of fulfilling them. Holz-als-Roh-und-Werkstoff 46(10), 383-388.
- May, J.F., Guyonnet, R., Bourgeois, J. 1990. Matériaux composites à base de bois rétifé II. Die Angewandte Makromolekulare chemie (178), 171- 189.
- Mehrahzadeh, M., Farahmand, F. 2000. Recycling of Commingled Plastics Waste Containing Polypropylène Polyethylene and paper, Iran polymer Institute.
- Michaud, F. 2003. Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique: aptitude au postformage. Thèse de doctorat, Université Laval.
- Migneault, S. 2007. Effets de la longueur des fibres sur la formation et les propriétés des composites bois-plastiques. Mémoire de maîtrise, Université du Québec en Abitibi Témiscamingue.
- Migneault, S., Koubaa, A., Erchiqui, F., Chaala, A., Englund, K., Krause, C., Wolcott, M. 2008a. Effect of Fiber Length on Processing and Properties of Extruded Wood-Fiber/HDPE Composites. J Appl Poly Sci (110), 1085–1092.
- Migneault, S., Koubaa, A., Erchiqui, F., Chaala, A., Englund, K., Wolcott, M. 2008b. Effect of Processing Method and Fiber Size on the Structure and Properties of Wood-Plastic Composites. Composites Part A (40) 1, 80-85
- Morin, J.C. 2000. Guide de l'utilisateur des profils plastiques, syndicat national des profilés plastiques, Paris, France.
- Myers, E.G., Kolosick, P.C., Chahyadi, I.S., Coberly, C.A., Koutsky, J.A., Ermer, D.S. 1990. Extruded Wood - Flour Polypropylene Composites: Effect of a Maleated Polypropylene Coupling Agent on Filler – Matrix Bonding and Properties. Mat Res Soc Symp Proc (97), 67 – 77.

- Nabi Saheb, D. et Jog, J.P. 1999. Natural Fiber Polymer composites: A review. *Advances Poly Techn* (18) 4, 351–363.
- Neagu, C., Gamstedt, K. 2007. Modelling of effects of ultrastructural morphology on the hydroelastic properties of wood fibres. *J Mater Sci* (42).
- Oksman, K. et Clemons, C. 1998. Mechanical properties and morphology of impact modified polypropylene-wood flour composites. *J App Poly Sci* (67), 1503-1513.
- Park, B.D., Riedl, B., Hsu, E.W., Shields, J. 2001. Application of cure-accelerated phenol-formaldehyde (PF) adhesives for three-layer medium density fiberboard (MDF) manufacture. *Wood Sci. Technol* (35), 311-323.
- Riedl, B. 2007. Notes de cours. Les adhésifs. Université Laval.
- Rosthauser, J.W., Haider, K.W., Hunt, R.N., Gustavich, W.S. 1997. Chemistry of pMDI wood binders: Model studies. 31<sup>st</sup> Int. Particleboard/Composite Mat Symp Proc, Pullman, Washington, USA.
- Selke, S.E. et Wichman, I. 2004. Wood fiber / polyolefin composites, Michigan State University, USA.
- Smith, D. S. et Evergreen Engineering, Inc. 2002. The generation and utilisation of residuals from composite panel products. North American residual Utilisation Project. Composite Panel Association.
- Stark, N.M. 1999. Wood fiber derived from scrap pallets used in polypropylene composites. *For Prod J* 49 (6), 39-46.
- Stark, N.M., Rowlands, R. E. 2003. Effects of wood fiber characteristics on mechanical properties of wood/polypropylene composites. *Wood Fiber Sci* 35, 167-174.
- Stark, N. M., Matuana, L. M. et Clemons, C. M. 2004. Effect of processing method on surface and weathering characteristics of wood–flour/HDPE composites. *J App Poly Sci* (93), 1021–1030.
- Steckel, V., Clemons, C. M., Thoemen, H. 2006. Effects of material parameters on the diffusion and sorption properties of wood-flour/polypropylene composites. *App Poly Sci* (103), 752-763.

- Takatanil, M., Ito, H., Ohsugi, S., Kitayama, T., Saegusa, M., Kawai, S., Okamoto, T. 2000. Effect of lignocellulosic materials on the properties of thermoplastic polymer/wood composites, *Holzforschung* (54), 197-200.
- Trotignon, J.P., Verdus, J., Dobraczynski, A., Piperau, M. 1996. *Matières plastiques, structures-propriétés, mise en œuvre, normalisation*, Edition Nathan.
- Wan, H., Wang, X.M. 2002. Recycling of particleboard, MDF and OSB panels. Projet no. 2684 Québec, Forintek Canada Corp, 31p.
- Wolcott, M.P. et Englund, K.A. 1999. Technology review of wood-plastic composites. Proc 33<sup>rd</sup> Intern Particleboard & Composite Materials Symp, Pullman, WA, États-Unis, 12-15.
- Xing, C. 2003. Characterization of urea-formaldehyde resin efficiency affected by four factors in the manufacture of medium density fibreboard. Thèse de doctorat, Université Laval, Québec, Canada.
- Xing, C., Zhang, S.Y., Deng, J. 2006. Medium-density fiberboard performance as affected by wood fiber acidity, bulk density, and size distribution. *Wood Sci Technol* (40), 637–646.
- Yam, K. L., Gogoi, B. K., Lai, C.C., Selke, S. E. 1990. Composites from compounding wood fibers with recycled high density polyethylene. *Poly Eng Sci* 30 (11), 693-699.
- Youngquist, J.A., Krzysik, A.M., Muehl, J.H., Carll, C. 1992. Mechanical and physical properties of air-formed wood fiber/polymer fiber composites. *For Prod J* 42(6), 42-48.
- Youngquist, J.A., Myers, G.E., Muehl, J.H., Krzysik, A.M., Clemons, G. 1995. Composites from recycled wood and plastics. Project report. USDA For Ser. For Prod Lab, Madison, USA.

## ANNEXE A

### QUELQUES RÉSULTATS

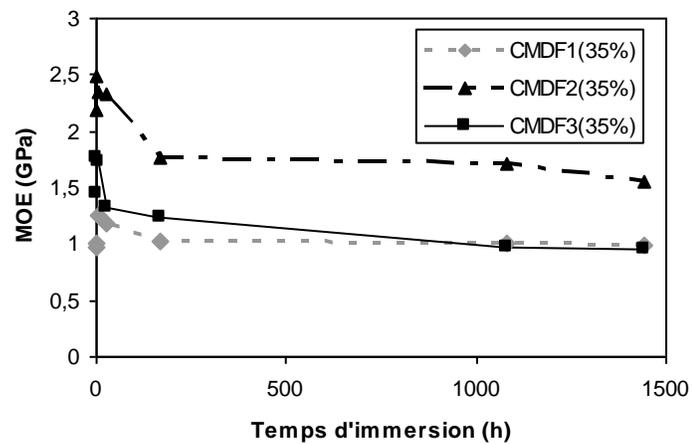


Figure A.1 : Variation du MOE des 3 CBP à 35% en fonction du temps d'immersion

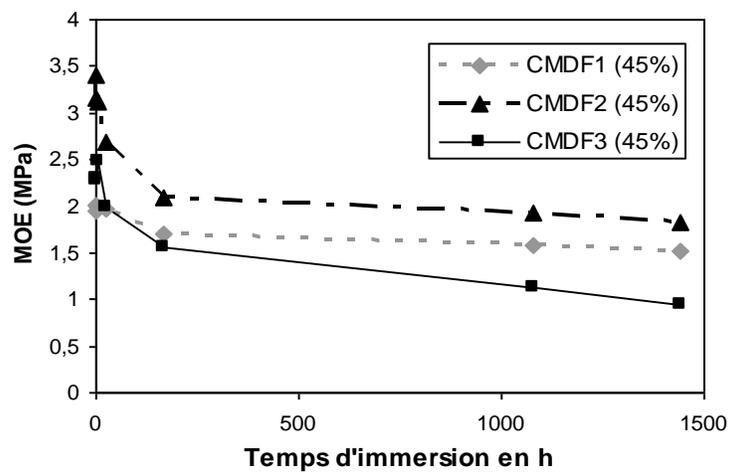


Figure A.2 : Variation du MOE des 3 CBP à 45% en fonction du temps d'immersion

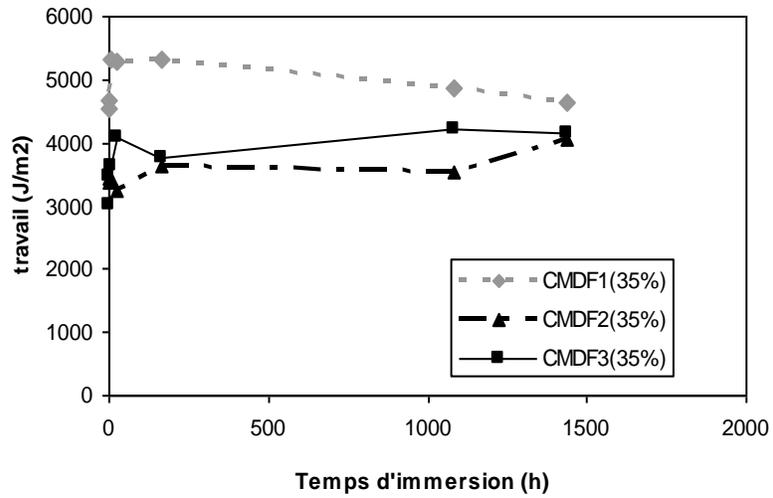


Figure A.3 : Variation du travail des 3 CBP à 35% en fonction du temps d'immersion

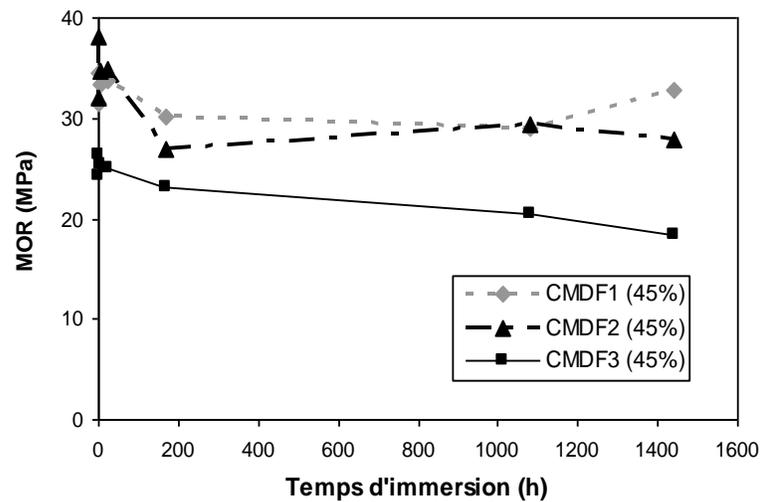


Figure A.4 : Variation du MOR des 3 CBP à 25% en fonction du temps d'immersion

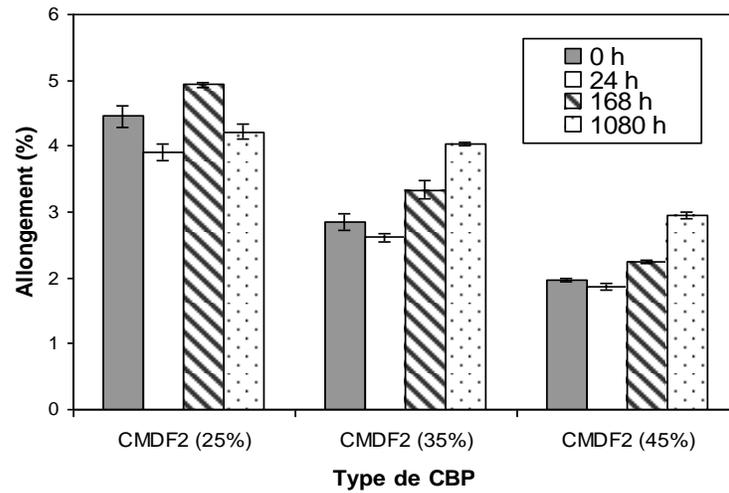


Figure A.5 : Déformations maximales des CMDF2 en fonction du temps et a différentes proportions en fibres

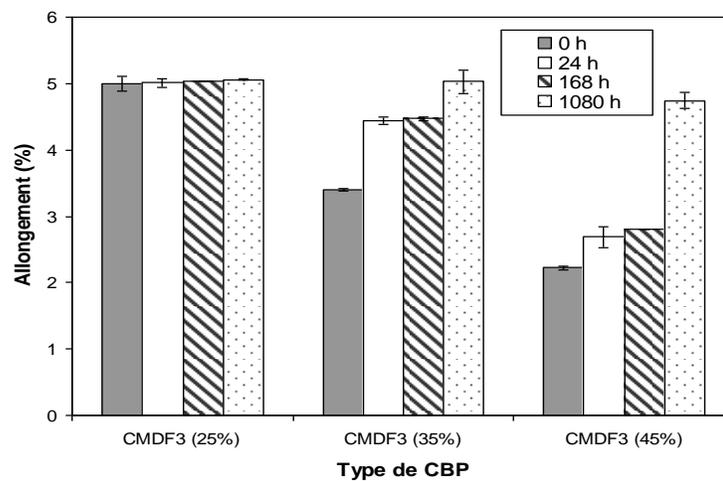


Figure A.6 : Déformations maximales des CMDF3 en fonction du temps et a différentes proportions en fibres

## ANNEXE B

### ESTIMATION DES PARAMÈTRES DE DIFFUSION ET DES COURBES HYGROSCOPIQUES SUIVANT LE MODÈLE 1 (MATLAB)

```

% calcul des paramètres de diffusion n et k théoriques et
% expérimentaux

clear;
%Lire les données ( absorption= f(t)) pour les différents types de
MDF %
A11=xlsread('MDF11.xls');
A12=xlsread('MDF12.xls');
A13=xlsread('MDF13.xls');
A23=xlsread('MDF23.xls');
A21=xlsread('MDF21.xls');
A22=xlsread('MDF22.xls');
A32=xlsread('MDF32.xls');
A33=xlsread('MDF33.xls');
X11= A11(:,1);
Y11= A11(:,3);
temps = 1./(A11(:,1).^0.5);
k11= temps.*Y11;
X11= A11(:,1);
Y11= A11(:,3);
U11 =log10(X11);
V11 = log10(Y11);
Z11 = [ones(size(Y11)) U11];
%calcul des paramètres l'équation de la courbe n11 et k11 %
c11= inv(Z11'*Z11)*Z11'*V11;
Q11=c11(1,1);
n11=c11(2,1);
K11=10^Q11;

% calcul de k11th théorique avec n=0.5 %

temps11 = 1./(A11(:,1).^0.5);
K11th= mean(temps11.*Y11);

% saisie des données de MDF1 (35)%

```

```

X12= A12(:,1);
Y12= A12(:,3);
U12 =log10(X12);
V12 = log10(Y12);
Z12 = [ones(size(Y12)) U12];
%calcul des paramètres l'équation de la courbe n12 et k12 %
c12= inv(Z12'*Z12)*Z12'*V12;
Q12=c12(1,1);
n12=c12(2,1);
K12=10^Q12;

% calcul de k12th théorique avec n=0.5 %
temps12 = 1./(A12(:,1).^0.5);
K12th= mean(temps12.*Y12);

% saisie des données de MDF1 (45%)%

X13= A13(:,1);
Y13= A13(:,3);
U13 =log10(X13);
V13 = log10(Y13);
Z13 = [ones(size(Y13)) U13];
%calcul des paramètres l'équation de la courbe n13 et k13 %
c13= inv(Z13'*Z13)*Z13'*V13;
Q13=c13(1,1);
n13=c13(2,1);
K13=10^Q13;
% calcul de k13th théorique avec n=0.5 %

temps13 = 1./(A13(:,1).^0.5);
K13th= mean(temps13.*Y13);

% saisie des données de MDF2 (25%)%

X21= A21(:,1);
Y21= A21(:,3);
U21 =log10(X21);
V21 = log10(Y21);
Z21 = [ones(size(Y21)) U21];
%calcul des paramètres l'équation de la courbe n21 et k21 %
c21= inv(Z21'*Z21)*Z21'*V21;
Q21=c21(1,1);
n21=c21(2,1);
K21=10^Q21;
% calcul de k21th théorique avec n=0.5 %

temps21 = 1./(A21(:,1).^0.5);
K21th= mean(temps21.*Y21);

```

```

% saisie des données de MDF2 (35)%

X22= A22(:,1);
Y22= A22(:,3);
U22 =log10(X22);
V22 = log10(Y22);
Z22 = [ones(size(Y22)) U22];
%calcul des paramètres l'équation de la courbe n22 et k22 %
c22= inv(Z22'*Z22)*Z22'*V22;
Q22=c22(1,1);
n22=c22(2,1);
K22=10^Q22;
% calcul de k22th théorique avec n=0.5 %

temps22 = 1./(A22(:,1).^0.5);
K22th= mean(temps22.*Y22);

% saisie des données de MDF2 (45)%
X23= A23(:,1);
Y23= A23(:,3);
U23 =log10(X23);
V23 = log10(Y23);
Z23 = [ones(size(Y23)) U23];
%calcul des paramètres l'équation de la courbe n23 et k23 %
c23= inv(Z23'*Z23)*Z23'*V23;
Q23=c23(1,1);
n23=c23(2,1);
K23=10^Q23;

% calcul de k23th théorique avec n=0.5 %
temps23 = 1./(A23(:,1).^0.5);
K23th= mean(temps23.*Y23);

%Lire les données de MDF3 (25)%
A31=xlsread('MDF31.xls');
X31= A31(:,1);
Y31= A31(:,3);
U31 =log10(X31);
V31 = log10(Y31);
Z31 = [ones(size(Y31)) U31];
%calcul des paramètres l'équation de la courbe n31 et k31 %
c31= inv(Z31'*Z31)*Z31'*V31;
Q31=c31(1,1);
n31=c31(2,1);
K31=10^Q31;
% calcul de k31th théorique avec n=0.5 %

temps31 = 1./(A31(:,1).^0.5);

```

```

K31th= mean(temps31.*Y31);

%Lire les données de MDF3 (35%)%

X32= A32(:,1);
Y32= A32(:,3);
U32 =log10(X32);
V32 = log10(Y32);
Z32 = [ones(size(Y32)) U32];
%calcul des paramètres l'équation de la courbe n32 et k32 %
c32= inv(Z32'*Z32)*Z32'*V32;
Q32=c32(1,1);
n32=c32(2,1);
K32=10^Q32;
% calcul de k32th théorique avec n=0.5 %

temps32 = 1./(A32(:,1).^0.5);
K32th= mean(temps32.*Y32);
%saisie les données de MDF3 (45%)%

X33= A33(:,1);
Y33= A33(:,3);
U33 =log10(X33);
V33 = log10(Y33);
Z33 = [ones(size(Y33)) U33];
%calcul des paramètres l'équation de la courbe n33 et k33 %
c33= inv(Z33'*Z33)*Z33'*V33;
Q33=c33(1,1);
n33=c33(2,1);
K33=10^Q33;

% calcul de k33th théorique avec n=0.5 %

temps33 = 1./(A33(:,1).^0.5);
K33th= mean(temps33.*Y33);

n11, K11 ,K11th
n12, K12,K12th
n13, K13,K13th
n21, K21,K21th
n22, K22,K22th
n23, K23,K23th
n31, K31,K31th
n32, K32,K32th
n33, K33,K33th

% MODÉLE1
%Entrée des données
%*****

```

```

% pour MDF1 (25%)

time =[2 4 24 160 200 400 500 750 ]; % time values for each
iteration

time2 =[2 4 24 168 720 ]; % time values for each iteration
K11= 0.0617
N11= 0.5

for t=1:length(time)
    resultat1(1,t)=K11 * (time(1,t)^N11);
    end
    resultat1
A11=xlsread('MDF11.xls');
exp11= A11(:,3);

% pour MDF1 (35%)

K12= 0.0392
N12= 0.5

for t=1:length(time)
    resultat2(1,t)=K12 * (time(1,t)^N12);
    end
    resultat2
A12=xlsread('MDF12.xls');
exp12= A12(:,3);

% pour MDF1 (45%)

K13= 0.0320
N13= 0.5

for t=1:length(time)
    resultat3(1,t)=K13 * (time(1,t)^N13);
    end
    resultat3
A13=xlsread('MDF13.xls');
exp13= A13(:,3);

%Entrée des données
%*****
% pour MDF2 (25%)
time2 =[2 4 24 168 720]; % time values for each iteration
K21= 0.0674;
N21= 0.5;

```

```

for t=1:length(time)
    resultat4(1,t)=K21 * (time(1,t)^N21);
end
resultat4

A21=xlsread('MDF21.xls');
exp21= A21(:,3);

% pour MDF2 (35%)

K22= 0.0549;
N22= 0.5;
for t=1:length(time)
    resultat5(1,t)=K22 * (time(1,t)^N22);
end
resultat5
A22=xlsread('MDF22.xls');
exp22= A22(:,3);

% pour MDF1 (45%)
K23= 0.0730;
N23= 0.5;

for t=1:length(time)
    resultat6(1,t)=K23 * (time(1,t)^N23);
end
resultat6
A23=xlsread('MDF23.xls');
exp23= A23(:,3);
%Entrée des données
%*****
% pour MDF3 (25%)

time2 =[2 4 24 168 720]; % time values for each iteration
K31= 0.0490;
N31= 0.5;

for t=1:length(time)
    resultat7(1,t)=K31*(time(1,t)^N31);
end
resultat7

A31=xlsread('MDF31.xls');
exp31= A31(:,3);

% pour MDF3 (35%)

```

```

K32= 0.0347;
N32= 0.5;
for t=1:length(time)
    resultat8(1,t)=K32*(time(1,t)^N32);
end
resultat8
A32=xlsread('MDF32.xls');
exp32= A32(:,3);

% pour MDF3 (45%)
K33= 0.0246;
N33= 0.5;
for t=1:length(time)
    resultat9(1,t)=K33 * (time(1,t)^N33);
end
resultat9
A33=xlsread('MDF33.xls');
exp33= A33(:,3);

plot
(time,resultat2,time2,expl2,'o',time,resultat3,time2,expl3,'.',time,
resultat8,time2,exp32,'+',time,resultat9,time2,exp33,'*')

legend ('MDF1 (35%) thé', 'MDF1 (35%) exp', 'MDF1 (45%) thé',
'MDF1 (45%) exp', 'MDF3 (35%) thé', 'MDF3 (35%) exp', 'MDF3 (45%) thé',
'MDF3 (45%) exp' )

```

## ANNEXE C

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

```

% MODELE 2
%Entrée des données
%*****
% calcul des coefficients de diffusion pour les composites avec MDF2
a 25%,
% 35% et 45% en fibres
% les épaisseurs en mm: sont pour MDF1 :3,163; 3,183; 3,173-- MDF2 :
3,227; 3,195; 3,195 --MDF3 : 3,177; 3,169; 3,186
% pour MDF2 (25%)
iterations = 15; % maximum number of iteration
time =[2 4 24 160 200 400 500 720 1440]; % time values for each
iteration
time_sec = 3600 * time; % time in seconds
time2 =[2 4 24 168 720 1440]; % time values for each iteration
L21= 0.00327; % longueur initiale de
l'échantillon
D21= 9.69666*10^-13; % coefficient de diffusion pour
MDF1 (25%)

for t=1:length(time)
    summation = 0; % la somme des iterations
    for n=0:iterations
        first_part = (1/(2*n + 1)^2);
        exp_part = exp(-((2*n+1)^2*pi^2*D21*time_sec(1,t))/L21^2);
        summation = summation + first_part * exp_part;
    end
    values(1,t)= 1 - ((8*summation)/pi^2); %les valeur
M_t/M_infini

end
values
A21=xlsread('MDF21.xls');
exp21= A21(:,3);

% pour MDF2 (35%)
%Entrée des données
%*****

```

```

% les épaisseurs en mmm: sont pour MDF1 :3,163; 3,183; 3,173-- MDF2 :
3,227; 3,195; 3,195 --MDF3 : 3,177; 3,169; 3,186

iterations = 15; % maximum number of iteration
time =[2 4 24 160 200 400 500 720 1440]; % time values for each
iteration
time_sec = 3600 * time; % time in seconds
time2 =[2 4 24 168 720 1440]; % time values for each iteration
L22= 0.003195; % longueur initiale de
l'échantillon
D22= 1.34973*10^-12; % coefficient de diffusion pour
MDF2 (35%)

for t=1:length(time)
    summation = 0; % la somme des iterations
    for n=0:iterations
        first_part = (1/(2*n + 1)^2);
        exp_part = exp (-((2*n+1)^2*pi^2*D22*time_sec(1,t))/L22^2);
        summation = summation + first_part * exp_part;
    end
    values2(1,t)= 1 - ((8*summation)/pi^2); %les valeur
M_t/M_infini

end
values2
A22=xlsread('MDF22.xls');
exp22= A22(:,3);

% pour MDF2 (45%)

L23= 0.003195; % longueur initiale de
l'échantillon
D23= 1.53182*10^-12; % coefficient de diffusion pour
MDF2 (45%)

for t=1:length(time)
    summation = 0; % la somme des iterations
    for n=0:iterations
        first_part = (1/(2*n + 1)^2);
        exp_part = exp (-((2*n+1)^2*pi^2*D23*time_sec(1,t))/L23^2);
        summation = summation + first_part * exp_part;
    end
    values3(1,t)= 1 - ((8*summation)/pi^2); %les valeur
M_t/M_infini

end
values3
A23=xlsread('MDF23.xls');
exp23= A23(:,3);

```

```

plot
(time,values,time2,exp21,'+',time,values2,time2,exp22,'*',time,value
s3,time2,exp23, '.' )

legend ( 'MDF2 (25%) thé', 'MDF2 (25%) exp', 'MDF2 (35%) thé',
'MDF2 (35%) exp', 'MDF2 (45%) thé', 'MDF2 (45%) exp' )

%Entrée des données
%*****
% calcul des coefficients de diffusion pour les composites avec
MDF2 a 25%,
% 35% et 45% en fibres
% les épaisseurs en mmm: sont pour MDF1 :3,163; 3,183; 3,173-- MDF2 :
3,227; 3,195; 3,195 --MDF3 : 3,177; 3,169; 3,186

% pour MDF3 (25%)
iterations = 15; % maximum number of iteration
time =[2 4 24 160 200 400 500 720 1440]; % time values for each
iteration
time_sec = 3600 * time; % time in seconds
time2 =[2 4 24 168 720 1440]; % time values for each iteration
L31= 0.003177; % longueur initiale de
l'échantillon
D31= 9.66863*10^-13; % coefficient de diffusion pour
MDF1 (25%)

for t=1:length(time)
    summation = 0; % la somme des iterations
    for n=0:iterations
        first_part = (1/(2*n + 1)^2);
        exp_part = exp (-((2*n+1)^2*pi^2*D31*time_sec(1,t))/L31^2);
        summation = summation + first_part * exp_part;
    end
    values(1,t)= 1 - ((8*summation)/pi^2); %les valeur
M_t/M_infini

end
values
A31=xlsread('MDF31.xls');
exp31= A31(:,3);

% pour MDF3 (35%)
%Entrée des données
%*****
% les épaisseurs en mmm: sont pour MDF1 :3,163; 3,183; 3,173-- MDF2 :
3,227; 3,195; 3,195 --MDF3 : 3,177; 3,169; 3,186

iterations = 15; % maximum number of iteration

```

```

time = [2 4 24 160 200 400 500 720 1440]; % time values for each
iteration
time_sec = 3600 * time; % time in seconds
time2 = [2 4 24 168 720 1440]; % time values for each iteration
L32= 0.003169; % longueur initiale de
l'échantillon
D32= 1.3746*10^-12; % coefficient de diffusion pour
MDF1(35%)

for t=1:length(time)
    summation = 0; % la somme des iterations
    for n=0:iterations
        first_part = (1/(2*n + 1)^2);
        exp_part = exp (-((2*n+1)^2*pi^2*D32*time_sec(1,t))/L32^2);
        summation = summation + first_part * exp_part;
    end
    values2(1,t)= 1 - ((8*summation)/pi^2); %les valeur
M_t/M_infini

end
values2
A32=xlsread('MDF32.xls');
exp32= A32(:,3);

% pour MDF3(45%)

L33= 0.003186; % longueur initiale de
l'échantillon
D33= 1.85479*10^-12; % coefficient de diffusion pour
MDF1(35%)

for t=1:length(time)
    summation = 0; % la somme des iterations
    for n=0:iterations
        first_part = (1/(2*n + 1)^2);
        exp_part = exp (-((2*n+1)^2*pi^2*D33*time_sec(1,t))/L33^2);
        summation = summation + first_part * exp_part;
    end
    values3(1,t)= 1 - ((8*summation)/pi^2); %les valeur
M_t/M_infini

end
values3
A33=xlsread('MDF23.xls');
exp33= A33(:,3);
plot
(time, values, time2, exp31, '+', time, values2, time2, exp32, '*', time, value
s3, time2, exp33, '.' )

```

```
legend ( 'MDF3 (25%) thé', 'MDF3 (25%) exp', 'MDF3 (35%) thé',  
'MDF3 (35%) exp', 'MDF3 (45%) thé', 'MDF3 (45%) exp' )
```