

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

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

PAR
JOËL SOUCY

POTENTIEL D'UTILISATION DES FIBRES DE PAPIER DANS LA CONCEPTION
DE COMPOSITES BOIS POLYMÈRES PAR UNE TECHNOLOGIE
D'EXTRUSION

JANVIER 2007

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

L'être humain est constamment à la recherche de nouveaux matériaux pouvant améliorer ses conditions de vie. Les composites bois polymères (CBP) présentent plusieurs caractéristiques attrayantes, mais leur développement est ralenti par un manque de sources d'approvisionnement en fibres. Les fibres papetières protègent l'intégrité des fibres bois au moment de la mise en pâte et offrent ainsi un potentiel de propriétés physico-mécaniques améliorées.

Or, dans le cadre de ce projet, nous avons étudié l'effet de la nature des fibres de bois sur les propriétés des mélanges « bois plastiques », le procédé de formation et les propriétés physico-mécaniques des composites bois plastiques. Ainsi, nous avons utilisé trois fibres papetières dont les caractéristiques sont différentes en terme de composition chimique, de morphologie et de flexibilité, en occurrence, les fibres issues des procédés Kraft, thermomécanique (TMP) et chimico-thermomécanique (CTMP). L'utilisation d'un rhéomètre à torque a permis de dissocier le comportement de chacune des fibres dans le polyéthylène à haute densité et d'évaluer l'effet de leur proportion. Les résultats du rhéomètre à torque ont permis d'identifier les paramètres de mise en forme des composites bois plastiques par extrusion. Les résultats démontrent des variations autant au niveau de la mise en forme que pour les propriétés des panneaux en fonction de la nature des fibres utilisées. La dispersion des fibres est le facteur dominant. De manière générale, les composites chargés de fibres Kraft offrent des performances mécaniques supérieures. Ceux fabriqués à partir de fibres CTMP procurent des composites moins stables sous l'action de l'eau, mais s'avèrent les plus résistantes en impact. Quant aux fibres TMP, elles offrent des performances mécaniques inférieures au deux autres, mais comparables aux composites bois polymères traditionnels fabriqués à partir de farine de bois.

Mots clés : Composites, extrusion, nature des fibres, fibres de papier et propriétés physico-mécaniques.

Keywords: Composites, extrusion, nature of fibers, pulp fibers, physical and mechanical properties.

REMERCIEMENTS

Tout d'abord, j'aimerais remercier mon directeur, M. Ahmed Koubaa, pour le support et la confiance qu'il m'a accordés tout au long de ma maîtrise. J'aimerais aussi remercier mon co-directeur, M. Fouad Erchiqui ainsi que Mme. Cornelia Krause, pour leurs précieux conseils. Remerciements spéciaux à Michael P. Wolcott, Karl Englund et toute leur équipe à Washington State University pour m'avoir accueilli chaleureusement dans leur laboratoire.

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

TABLE DES MATIÈRES

RÉSUMÉ	ii
REMERCIEMENTS.....	ii
TABLE DES MATIÈRES	v
LISTE DES TABLEAUX.....	viii
LISTE DES FIGURES.....	ix
LISTE DES ACRONYMES.....	xii
LISTE DES SYMBOLES	xiii
LISTE DES INDICES	xv
CHAPITRE 1 : INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE 2 : RÉVISION DE LITTÉRATURE.....	7
2.1 Les procédés de fabrication des composites bois plastiques.....	7
2.1.1 Le <i>compounding</i>	7
2.1.2 L'extrusion.....	8
2.1.3 Le moulage par injection	11
2.1.4 Thermoconsolidation : Procédé de l'industrie du bois.....	12
2.1.5 Nouveautés	13
2.2 La matière	14
2.2.1 Présentation des matériaux composites	14
2.2.2 La matrice thermoplastique	16
2.2.3 Les fibres de bois	20
2.2.4 Les procédés de défibrages.....	22
2.2.5 L'utilisation des fibres de bois dans les CBP.....	26
2.3 Les additifs (adjuvants)	26
2.3.1 Les agents coupleurs	27
2.3.2 Les lubrifiants.....	27
2.3.3 Autres additifs	28
2.4 Variation des propriétés des composites en fonction des caractéristiques des fibres.....	30
2.4.1 Effets de l'essence	33
2.4.2 Effets de la proportion	34
2.4.3 Effets de la nature	35
2.4.4 Effets de la morphologie	35
2.4.5 Effets des traitements de surface.....	37
2.4.6 Effets des traitements thermiques.....	38

2.5 Propriétés des CBP	39
2.5.1 Propriétés physico-mécaniques des CBP	39
2.5.2 Propriétés rhéologiques des CBP	40
2.5.3 Vieillessement et résistance aux moisissures des CBP	41
2.6. Intérêts de la recherche.....	43
CHAPITRE 3 : NOTIONS DE THÉORIE	45
3.1 Propriétés des mélanges polymères fibres à l'état fondu	45
3.1.1 Viscosité.....	45
3.1.2 Minimisation de l'erreur pour le calcul de la viscosité en loi de puissance par la méthode des moindres carrés.....	45
3.1.3 Comportement rhéologique d'un polymère chargé de fibres dans un rhéomètre à torque.....	48
3.2 Propriétés mécaniques des composites bois plastiques	51
3.3 Propriétés physiques.....	56
3.3.1 Teneur en humidité	56
3.3.2 Masse volumique	57
3.3.3 Adsorption d'eau et stabilité dimensionnelle	59
3.3.4 Mesure de colorimétrie et de vieillissement accéléré	60
CHAPITRE 4 : ÉTABLISSEMENT DU PLAN DE RECHERCHE	62
4.1 Hypothèses de la recherche.....	62
4.2 Objectifs de la recherche.....	63
4.3 Matériel et méthodes.....	63
4.3.1 Préparation des fibres	65
4.3.2 Essais dans un rhéomètre à torque	67
4.3.3 Mise en pastilles (<i>compounding</i>).....	69
4.3.4 Extrusion des panneaux.....	73
4.3.5 Caractérisation des propriétés physico-mécaniques et de la structure des composites	77
4.4 Analyse des résultats	80
CHAPITRE 5 : RÉSULTATS	81
5.1 Propriétés de mélange du PEHD chargé de fibres.....	81
5.2 Mise en forme	89

5.3 Propriétés physico-mécaniques	92
5.3.1 Structure des panneaux.....	92
5.3.2 Densité des panneaux	96
5.3.3 Stabilité dimensionnelle et absorption d'eau	97
5.3.4 Propriétés mécaniques	100
5.4 Essais de vieillissement aux rayons UV	106
5.5 Discussion des résultats.....	113
CHAPITRE 6 : CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS	123
6.1 Conclusions.....	123
6.2 Recommandations	126
LISTE DES RÉFÉRENCES	129
ANNEXE 1 : ESTIMATION DES PARAMÈTRES DE LA LOI DE PUISSANCE À L'AIDE DE MATLAB	137
ANNEXE 2 : ESTIMATION DES COURBES DU RHÉOMÈTRE À TORQUE PAR DES POLYNÔMES DANS MATLAB	140
ANNEXE 3 : RÉSULTATS DES ESSAIS DE RÉSILIENCE IZOD	147
ANNEXE 4 : EXEMPLE DE SCRIPT SAS AVEC PROCÉDURE GLM PERMETTANT DE VÉRIFIER L'EFFET SIGNIFICATIF DES VARIABLES.....	149

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1 : Propriétés de différents polymères.....	18
Tableau 2.2 : Propriétés du polypropylène avec différents renforts.	19
Tableau 2.3 : Propriétés des différents types de papier.	25
Tableau 2.4 : Propriétés du polypropylène chargé de matières cellulosiques.....	31
Tableau 2.5 : Propriétés du polyéthylène haute densité chargé de matières cellulosiques.	32
Tableau 4.1 : Description et caractéristiques des fibres utilisées.	65
Tableau 4.2 : Paramètres des essais au rhéomètre à torque.	69
Tableau 4.3 : Paramètres de fabrication des pastilles obtenues dans l'extrudeuse Cincinnati Milacron 45 mm.	72
Tableau 4.4 : Paramètres d'extrusion à l'extrudeuse Cincinnati Milacron 35 mm. .	75
Tableau 4.5 : Essais normés classés selon leur domaine respectif.	77
Tableau 5.1 : Propriétés du PEHD chargé avec différentes fibres de papier dans un rhéomètre à torque à 20 rpm et 180°C.	86
Tableau 5.2 : Propriétés mécaniques des composites extrudés avec 60% de fibres	101
Tableau 5.3 : Comparaison des masses et volumes des échantillons avant et après le vieillissement aux rayons UV	111

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 : Perspectives de marché en Amérique du nord pour les CBP.	2
Figure 1.2 : Quelques exemples de produits CBP.	4
Figure 2.1 : Schéma typique d'une extrudeuse monovis	8
Figure 3.1 : Schéma du rhéomètre à torque.	49
Figure 3.2 : Courbe typique du couple mesuré en fonction du temps dans un rhéomètre à torque.	49
Figure 3.3 : Courbes typiques d'essais de traction pour différents matériaux	53
Figure 4.1 : Organigramme de la procédure expérimentale	64
Figure 4.2 : Distribution des fibres broyées avec le broyeur à marteaux sous un tamis 1/8"	66
Figure 4.3 : Rhéomètre à torque du laboratoire de Washington State University..	68
Figure 4.4 : Broyeur à disque contre rotatif du laboratoire de Washington State University.....	70
Figure 4.5 : Mélange contenant 60% de fibres Kraft et 40% de HDPE entrant dans la zone d'alimentation de l'extrudeuse Cincinnati Milacron 45 mm.....	71
Figure 4.6 : Pastilles de PEHD chargées de 60% de fibres Kraft sortant du broyeur Nelmor.	71
Figure 4.7 : Distribution granulométrique des pastilles « bois polymère » obtenues dans le broyeur Nelmor.	73
Figure 4.8 : Extrudeuse Cincinnati Milacron du Laboratoire de Washington State University.....	74
Figure 4.9 : Exemples de CPB extrudés dans les laboratoires de Washington State University.....	76
Figure 4.10 : Exemple de peau de requin sur un CPB extrudé dans les laboratoires de Washington State University.....	76

Figure 4.11 : Banc d'essais de flexion sur la presse d'essais universelle Zwick. ...	79
Figure 5.1 : Propriété du PEHD dans un rhéomètre capillaire à 180°C.....	82
Figure 5.2 : Couple mesuré en fonction du temps du PEHD dans le rhéomètre à torque à 20 rpm de 160 à 200°C.....	83
Figure 5.3 : Couple mesuré en fonction du temps pour le PEHD chargé de fibres TMP sous différentes proportions à 180°C et 20 rpm dans le rhéomètre à torque.	84
Figure 5.4 : Couple mesuré en fonction du temps pour le PEHD chargé de fibres CTMP sous différentes proportions à 180°C et 20 rpm dans le rhéomètre à torque.	84
Figure 5.5 : Couple mesuré en fonction du temps pour le PEHD chargé de fibres Kraft sous différentes proportions à 180°C et 20 rpm dans le rhéomètre à torque.	85
Figure 5.6 : Viscosité apparente des différents composites étudiés dans le rhéomètre à torque à 180°C et 20 rpm sous différentes proportions de fibres.....	88
Figure 5.7 : Vue d'élévation à 300 X des CBP extrudés contenant 60% de fibres.	94
Figure 5.8 : Vue de plan des CBP extrudés contenant 60% de fibres.....	95
Figure 5.9 : Masse volumique en fonction de l'épaisseur des CBP extrudés contenant 60% de fibres.	96
Figure 5.10 : Gain en volume en fonction du temps d'immersion dans l'eau pour chacun des trois types de panneaux composites extrudés avec 60% de fibres.....	97
Figure 5.11 : Absorption massique d'eau en fonction du temps d'immersion dans l'eau pour chacun des trois types de panneaux composites extrudés avec 60% de fibres.	98
Figure 5.12 : Courbe d'hystérésis des composites chargés de 60% de fibres issus de trois procédés papetiers.	98

Figure 5.13 : Courbe d'hystérésis pour les CBP chargés avec 60% de fibres Kraft en fonction de la qualité de dispersion des fibres dans les panneaux	99
Figure 5.14 Courbes « charge - déformation » en flexion simple en fonction de la déformation et de la nature des fibres pour les composites contenant 60% de fibres.....	102
Figure 5.15 : Courbes « charge - déformation » en traction simple en fonction de la déformation et de la nature des fibres pour les composites contenant 60% de fibres.....	102
Figure 5.16 : Force mesurée en fonction de la profondeur de perforation de la bille et de la nature des fibres pour les composites contenant 60% de fibres au cours de l'essai de dureté.	103
Figure 5.17 : Variation de la luminosité (L) en fonction du temps pour les composites chargés de 60% de fibres Kraft, CTMP et TMP.....	107
Figure 5.18 : Variation du paramètre « a » en fonction du temps pour les composites chargés de 60% de fibres Kraft, CTMP et TMP.....	108
Figure 5.19 : Variation du paramètre « b » en fonction du temps pour les composites chargés de 60% de fibres Kraft, CTMP et TMP.....	108
Figure 5.20 : Variation de « E » en fonction du temps pour les composites chargés de 60% de fibres Kraft, CTMP et TMP.....	109
Figure 5.21 : Variation de ΔE en fonction du temps pour les composites chargés de 60% de fibres Kraft, CTMP et TMP.....	109
Figure 5.22 : Échantillons de CBP contenant 60% de fibres suite à l'essai de vieillissement aux rayons UV.....	110
Figure 5.23 : Comparaison des modules de rupture en traction des papiers et des CBP chargés à 60% de fibres (Données sur les papiers adaptées de Koubaa 1996).....	121
Figure 5.24 : Comparaison des modules d'élasticité en traction des papiers et des CBP chargés à 60% de fibres (Données sur les papiers adaptées de Koubaa 1996).....	122

LISTE DES ACRONYMES

ABS	Acrylobutadiène Styène
CBP	Composites bois polymères
CTMP	Pâte chimico-thermomécanique
LVL	Panneaux de fibres lamellées et collées
MAPE	Polyéthylène maléaté
MDF	Panneaux de fibres agglomérées
MEB	Microscope électronique à balayage
OSB	Panneaux à particules orientées
PE	Polyéthylène
PEBD	Polyéthylène basse densité
PEHD	Polyéthylène haute densité
PET	Polyéthylène terephthalate
PF	Phénol formaldéhyde
PMMA	Polyméthylmétaacrylate
PP	Polypropylène
PS	Polystyrène
PVC	Polychlorure de vinyle
TMP	Pâte thermo-mécanique
UF	Urée formaldéhyde
UV	Ultraviolets

LISTE DES SYMBOLES

A	Paramètre a
B	Largeur (mm), paramètre b
C	Constante
Δ	Déformation (mm)
E	Énergie (J)
F	Fonction
H	Teneur en humidité (%)
h	Épaisseur (mm)
I	Intensité de la radiation
L	Longueur (mm)
M	Couple (N.m)
m	Masse (kg)
MOE	Module d'élasticité (MPa)
MOR	Module de rupture (GPa)
N	Vitesse de rotation (RPM)
P	Force (kN)
σ	Contrainte nominale (MPa)
V	Volume (cm ³)
β	Paramètre de la loi de puissance

Δ	Variation
η	Viscosité (Pa.s)
μ_m	Coefficient d'atténuation de masse de l'échantillon (cm ² /g)
μ_λ	Coefficient d'atténuation linéaire de l'échantillon (cm ⁻¹)
ρ	Masse volumique (g/cm ³)
τ	Contrainte de cisaillement (Pa)
$\dot{\gamma}$	Taux de cisaillement (s ⁻¹)

LISTE DES INDICES

0	État anhydre ou initial
App	Apparent
b	État basal
h	État humide
H ₂ O	Eau
i	État i
max	Maximum
mec	Mécanique
moy	Moyen
pl	Limite proportionnelle
rs	Relatif au glissement
stable	Zone stabilisée
Sys	Système
s	État saturé
u	Limite maximale
Ws	Sans glissement

CHAPITRE 1

INTRODUCTION

Au cours de la seconde moitié du vingtième siècle, l'industrie des matériaux a changé avec l'apparition des matières plastiques sur le marché et notamment des matériaux composites. Le bois et les métaux ont cédé leur place à divers composites et matériaux plastiques. Toutefois, l'idée de fabriquer des composites bois polymères fut rejetée longtemps par les industries, car l'adhésion des fibres de bois hydrophiles aux matières plastiques hydrophobes était jugée plus difficile. C'est pourquoi les fibres de verre, de carbone et de kevlar, étant des matériaux inertes, se sont développées plus rapidement que les renforts à base de bois dans les matériaux composites. Ce sont les composites bois polymères à matrice thermodurcissable tels les panneaux de particules orientées et les panneaux de fibres de bois qui ont connu un essor important. Cependant, la découverte d'agents coupleurs permettant de lier chimiquement le bois aux polymères, au cours des années 90, a permis de relancer la recherche pour les composites polymères bois à matrice thermoplastique. En 2000, seulement 7 % des 2,5 milliards de kilogrammes de produits plastiques fabriqués en Amérique du Nord utilisaient des fibres naturelles comme le bois. Aujourd'hui, ces nouveaux matériaux suscitent davantage d'intérêt puisqu'ils sont considérés comme verts,

c'est-à-dire qu'ils peuvent être faits à partir de résidus d'usines de sciage et de polymères recyclés, en plus d'être recyclables eux-mêmes.

L'industrie des composites bois polymères (CBP) est en croissance. Les États-Unis sont actuellement les leaders mondiaux; cependant, l'intérêt se manifeste fortement au Canada et en Europe. L'Amérique du Nord prévoyait une croissance annuelle de 16 à 20 % jusqu'en 2006. Sur cette même période de 2001 à 2006, le gouvernement du Québec prévoyait une augmentation du marché pour les matériaux CBP de 57 à 120 millions de dollars américains (Centre de Recherche Industrielle du Québec, 2003). La figure 1.1 présente les perspectives de marché des matériaux CBP selon leurs principaux secteurs d'application.

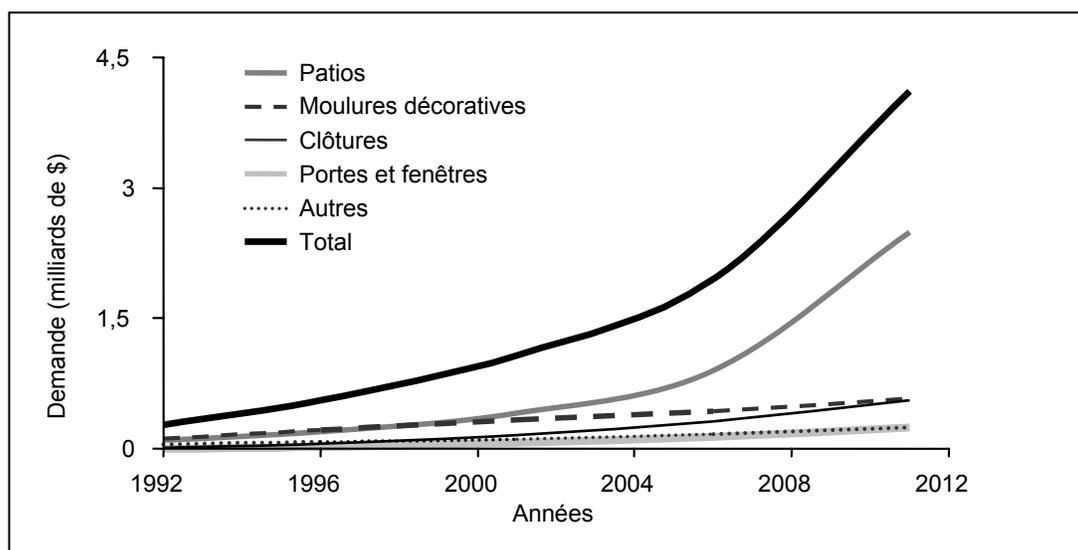


Figure 1.1 : Perspectives de marché en Amérique du nord pour les CBP (Freedonia, 2002).

En 2006, les perspectives de marché par le groupe Freedonia sont majorées à la hausse : le marché des panneaux « decking » pourrait atteindre à lui seul 3,9 milliards en 2009 (Reid, 2006).

Deux grandes idéologies régissent le potentiel d'application des CBP. D'une part, l'industrie du bois cherche à améliorer les performances des produits du bois en stabilité dimensionnelle et en résistance aux moisissures. D'autre part, l'industrie du plastique, qui tente d'ajouter des fibres de bois peu coûteuses et peu abrasives, en plus d'améliorer certaines propriétés mécaniques afin de réduire les coûts de production. Ainsi, dans un premier temps, on retrouverait ces composites dans la fabrication de patios, de tables de pique-nique, des traverses de chemin de fer, des clôtures, des quais et tout autres meubles extérieurs. Ils trouvent aussi leur place dans la conception de fabrication de pièces plus complexes telles que celles destinées à l'industrie de l'automobile. La possibilité de combiner l'aspect du bois à la facilité de modelage des polymères génère aussi des intérêts dans la conception de moulures et de cadres de portes et de fenêtres. Les meubles intérieurs et les planchers sont d'autres applications susceptibles d'intéresser les industriels à court ou moyen terme.

La forte croissance de la demande en CBP pourrait s'expliquer par de meilleures propriétés mécaniques, un prix de revient plus faible et des produits plus légers par rapport aux polymères chargés de fibres de verre (Centre de

Recherche Industrielle du Québec, 2003). D'autre part, si on les compare aux produits du bois et aux bois traités (tel l'arséniate de cuivre chromaté), on dénote une stabilité dimensionnelle nettement supérieure, une meilleure résistance à l'humidité, une durabilité accrue et l'absence de produits chimiques contestés. La figure 1.2 présente quelques produits en CBP pour lesquels l'avenir est fortement prometteur, et ce, à l'échelle mondiale.

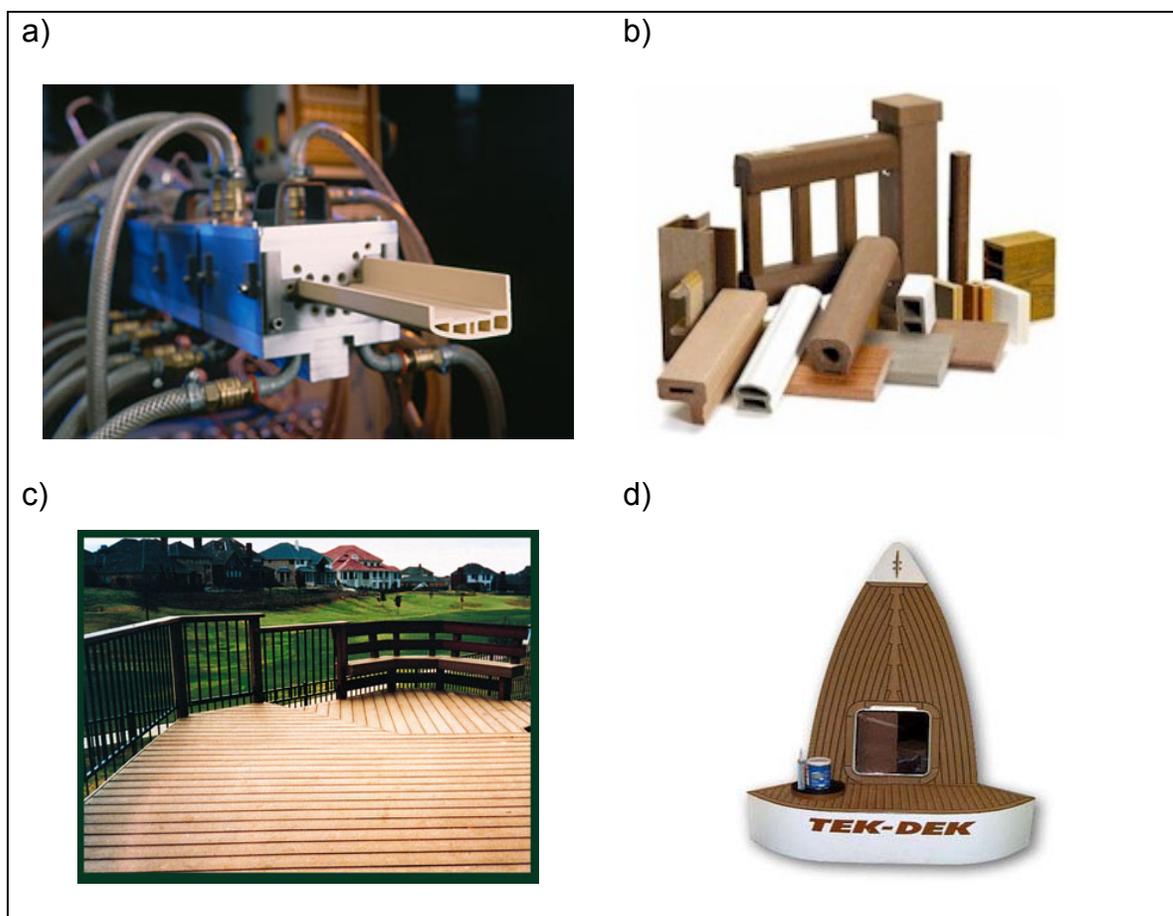


Figure 1.2 : Quelques exemples de produits CBP.

- a) Moulure sortant d'une filière d'extrudeuse
- b) Exemples de profil d'extrusion plus complexe
- c) Patio et rampes
- d) Panneau démonstrateur pour plancher et intérieur de bateau

Malgré les nombreux progrès en recherche, plusieurs défis persistent dans le domaine des CBP. En effet, de nombreuses études traitent l'effet des additifs, mais très peu étudient l'effet des fibres sur les procédés de fabrication des produits : la tendance est d'utiliser une fibre quelconque (pin ou érable) et de la réduire en farine avant de procéder à la mise en forme. Cependant, le manque d'approvisionnement en fibres constitue le facteur majeur retardant l'expansion des CBP. Au Québec, le rapport de la commission Coulombe impose une réduction des quotas de coupe de l'ordre de 20 % par année, au moment même où les usines de panneaux de fibres agglomérées (MDF), de panneaux de fibres lamellées et collées (LVL) et de panneaux à particules orientées (OSB) sont en forte compétition pour obtenir davantage de bois et de fibres (CEGFPQ, 2004).

Avec les récents problèmes liés à la conjoncture économique, les fibres usuellement destinées à la fabrication de papiers deviennent donc une source d'approvisionnement potentiel. Sinon, pour se développer, l'industrie des CBP devra se tourner vers des sources d'approvisionnement peu valorisées, tels les branches, les écorces et les feuillages ou devra se tourner vers l'utilisation des matières recyclées provenant de l'industrie de la construction, des résidus de sciage et même des papiers recyclés. De plus, les technologies telles l'extrusion et le moulage par injection nécessitent des conditions d'opération particulières pour obtenir un produit uniforme, contrairement à l'utilisation d'un polymère homogène.

Dans ce mémoire, le potentiel d'utilisation des fibres de papier dans la conception de matériaux CBP par un procédé d'extrusion sera étudié. Ce premier chapitre constitue l'introduction au sujet. Dans le deuxième chapitre, on y retrouvera une étude bibliographique approfondie sur le sujet. Le troisième chapitre introduira quelques aspects théoriques. Le quatrième chapitre détaillera le plan de recherche adopté, donc les hypothèses, les objectifs ainsi que la méthodologie. Le cinquième chapitre présentera les résultats sous forme d'une compilation de tableaux, de graphiques, d'analyses et de discussions. Dans un premier temps, on retrouvera les propriétés des mélanges bois polymère à différentes proportions (50%, 60% et 70%) en fibres issues de trois différents procédés de défibrage (TMP, CTMP et Kraft) dans le rhéomètre à torque. La deuxième partie de ce chapitre traitera de la fabrication et de la caractérisation des propriétés physico-mécaniques des CBP obtenues par extrusion avec une proportion de 60% en fibres (TMP, CTMP ou Kraft) dans le PEHD. Il est important de mentionner que cette étude vise à caractériser les propriétés physico-mécaniques des panneaux extrudés sans s'attarder à leur aspect rhéologique et aux lois de comportement. Finalement, le sixième chapitre présentera les conclusions et les recommandations qui permettront de situer le progrès des travaux de recherche et de cibler les défis à venir suite à nos travaux.

CHAPITRE 2

RÉVISION DE LITTÉRATURE

2.1 Les procédés de fabrication des composites bois plastiques

Les procédés utilisés pour fabriquer des matériaux composites sont multiples. Cependant, dans le domaine des bois plastiques, l'injection, l'extrusion, et le compounding sont les principaux procédés utilisés jusqu'à présent pour fabriquer divers produits. L'industrie du bois a aussi développé ses propres méthodes de fabrication de CBP, généralement par thermoconsolidation d'un matelas fibreux. Les propriétés des fibres de bois utilisées en renfort font en sorte que certains procédés, tels le thermoformage, la pultrusion, le rotomoulage ainsi que le laminage manuel, sont moins envisageables pour le moment.

2.1.1 Le *compounding*

Le *compounding* est un procédé se comparant à l'extrusion double-vis. Toutefois, le but du *compounding* est de produire les granules de polymère qui serviront à alimenter la presse à injection et les extrudeuses. Cette opération consiste à mélanger les plastiques vierges, les additifs, les fibres de renfort (dans le cas de composites) et les lubrifiants à de très grandes vitesses, de manière à

produire un mélange homogène. L'extrudat est généralement sous forme de granules de diamètre moyen entre 2 et 5 mm (Trotignon et al., 1996). Certains industriels utilisent le *compounding* pour fabriquer directement des produits de consommation finaux de conception simple. Dans le cas de composite bois polymères, des agents antiadhésifs peuvent être ajoutés aux fibres pour réduire leur agglomération et faciliter leur mélange dans la matrice polymérique (Behzad et Sain, 2006).

2.1.2 L'extrusion

L'extrusion est un procédé par lequel il est possible de produire en continu des produits finis tels des tubes, des lisses et des films à partir de matière plastique sous forme de granulé. La figure 2.1 montre le principe de fonctionnement d'une extrudeuse monovis.

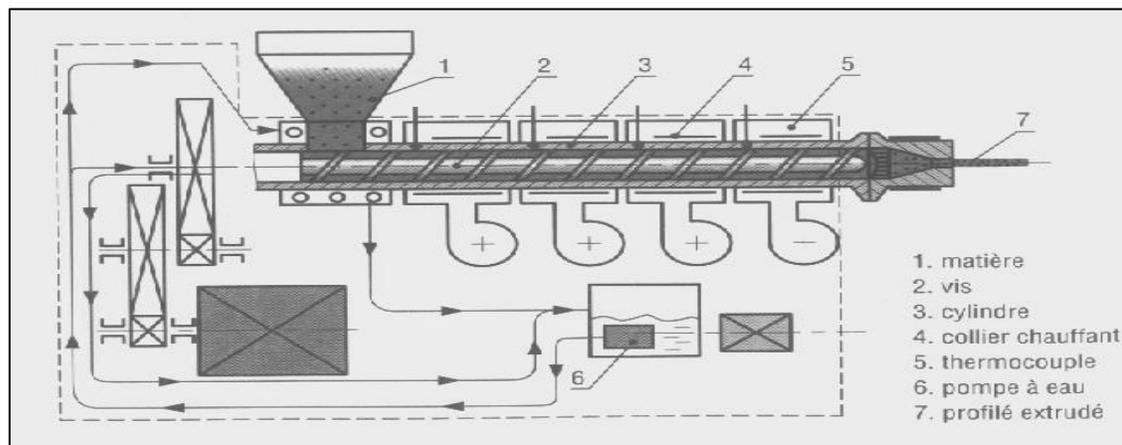


Figure 2.1 : Schéma typique d'une extrudeuse monovis (Trotignon et al., 1996).

En résumé, le principe de fonctionnement d'une extrudeuse repose sur le principe d'une vis d'Archimède, dont le mouvement de rotation pompe les granules de plastique de la zone d'alimentation vers la sortie de la filière, d'où le plastique fondu sort et fige ensuite selon le profil désiré. La vis hélicoïdale est conçue de manière à ce que la friction soit maximale dans le plastique et comporte trois zones distinctes (Zaddi, 2003) :

- La zone d'alimentation représente la partie où les granules de plastiques sont amenées entre la vis et le cylindre. Cette zone se caractérise par la présence des filets les plus profonds pour faciliter l'entraînement de la matière dans le cylindre. À ce stade, les granules de plastique commencent à fondre sous l'effet de la chaleur des cylindres.

- La zone de compression est située au centre de la vis, où la friction est maximale, c'est-à-dire que l'espace du plastique est réduit par une augmentation progressive du diamètre du noyau de la vis, donc une réduction des filets. Cette zone porte également le nom de zone de fusion ou plastification, puisque c'est à cet endroit que le polymère est fondu, ce qui est majoritairement causé par le cisaillement.

- La zone de pompage sert à homogénéiser la matière fondue provenant de la zone de compression et à la transporter jusqu'à la filière, où l'extrudat sera formé et solidifié selon le type d'objets que l'on désire fabriquer. Cette zone se caractérise par une profondeur de filet et un débit constants.

C'est la filière qui détermine la forme finale du produit polymérique. Cependant, ce dernier étant souvent à l'état semi-solide, il nécessite des systèmes de refroidissement, de tirage et de coupe. Les principaux paramètres d'extrusion sont la vitesse de rotation des vis et l'ajustement du profil de température dans les barils et la filière. De trop hautes températures et vitesses de rotation engendrent la dégradation des fibres, et même du polymère (Le Baillif et Oksman, 2006).

La technologie d'extrusion double-vis s'inspire grandement de celle des monovis. Cependant, les extrudeuses double-vis sont conçues de manière à ce que leurs filets interpénètrent les uns dans les autres. Il en résulte un débit proportionnel à la vitesse de rotation de la vis et un profil de pression plus stable, améliorant ainsi les capacités de mélange et permettant une plus grande homogénéité de la matière dans l'extrudat. Les vis peuvent tourner dans le même sens (corotative) ou en sens inverse (contre-rotative) et leur configuration peut être cylindrique ou conique. Les extrudeuses coniques s'opèrent généralement à de plus faibles vitesses de rotation, puisqu'elles génèrent des pressions plus

importantes en bout de vis. L'extrusion produit toutefois une dégradation importante des fibres et engendre souvent des cassures (Gamstedt et al., 2006).

2.1.3 Le moulage par injection

L'injection est un procédé semblable à l'extrusion, qui permet de mouler des objets en plastique de diverses formes. Il repose aussi sur le principe d'une vis d'Archimède comprenant les zones d'alimentation, de compression et d'homogénéisation. L'injection se différencie de l'extrusion au niveau de l'étape de refroidissement : en extrusion, le refroidissement se produit à l'air ambiant, alors qu'en injection, il a lieu à l'intérieur du moule. Il s'agit donc d'un procédé en semi continu et cyclique comprenant les étapes suivantes (Zaddi, 2002) :

- 1- La matière sous forme de granulé est entraînée dans la vis (zone d'alimentation);
- 2- La matière est fondue sous la chaleur et le cisaillement (zone de compression);
- 3- La vis recule et véhicule du même coup la matière fondue vers l'avant (zone d'homogénéisation et dosage);
- 4- La matière est injectée dans le moule fermé, la vis avance du même coup;
- 5- La matière est refroidie dans le moule;
- 6- Le moule s'ouvre et l'objet est éjecté;
- 7- Le moule se referme pour permettre une nouvelle injection.

Le moulage par injection offre donc la possibilité de fabriquer des objets de formes plus complexes qu'en extrusion. Malgré le fait qu'elle soit plus lente, donc plus coûteuse, cette technologie demeure extrêmement compétitive vis-à-vis des autres méthodes de conception d'objets de formes plus complexes. Ce procédé génère des pressions supérieures à l'intérieur du moule et diminue les propriétés anisotropiques des produits injectés (Isayev et Modic, 1987).

2.1.4 Thermoconsolidation : Procédé de l'industrie du bois

Le procédé de thermoconsolidation est utilisé pour la fabrication des panneaux agglomérés à base de particules de bois. Ces panneaux sont des composites bois polymères. Le polymère est une résine thermodurcissable telle que l'urée formaldéhyde (UF), la mélamine formaldéhyde ou le phénol formaldéhyde. Le procédé de formation des panneaux agglomérés est divisé en diverses étapes (Bérard et al., 1996) :

- Le défilage ou la mise en particules
- Le séchage
- L'encollage
- La formation du matelas
- Le pré-pressage

- Le pressage
- La découpe et la finition

Dans le cas des polymères thermoplastiques, il est aussi possible de produire des CBP par thermoconsolidation. Cependant, il est difficile d'obtenir une structure homogène. De manière générale, les CBP à matrice thermoplastique ont des propriétés mécaniques inférieures aux matériaux fabriqués à partir d'une résine thermodurcissable. En plus, la méthode de thermoconsolidation est plus difficilement adaptable aux résines thermoplastiques (Falk et al., 1999).

2.1.5 Nouveautés

Certaines compagnies utilisant les méthodes de productions plasturgistes ont développé leurs propres systèmes de fabrication de granulés en CBP pour l'injection et l'extrusion. Cependant, elles apportent que de légères modifications au procédé de *compounding* déjà existant, pour faciliter le mélange de la matière. Ceci peut alors réduire les problèmes relatifs à l'insertion d'une matière fibreuse hygroscopique dans leurs équipements. Par exemple, le Woodtruder développé par « *Davis Standard Ltd.* » fournit une recette de *compounding* dans une extrudeuse bis vis contre rotative pour les polymères suivants : polyéthylène haute densité (PEHD), polypropylène (PP), polystyrène (PS), polychlorure de vinyle

(PVC) et l'acrylobutadiène Styrène (ABS). D'autres compagnies telles Strandex fournissent une licence de production accompagnée d'une formation guidant les industriels au niveau de la formulation des compounds, de la conception des filières, ainsi qu'une procédure générale d'opération (Centre de Recherche Industrielle du Québec, 2003). La recherche et l'intérêt portés aux CBP au cours des dernières années justifient l'apparition de ces nouvelles méthodes de production mieux adaptées et plus performantes.

2.2 La matière

Cette section situera et présentera plus spécifiquement la matière utilisée dans la conception de matériaux en CBP. Les types de plastiques, utilisés comme matrice composite, et de fibres de bois, utilisées comme renfort, seront abordés.

2.2.1 Présentation des matériaux composites

Un matériau dit composite est défini comme étant une combinaison d'au moins deux matières macroscopiques distinctes, l'une étant la matrice constituant la base du matériau simple, et l'autre étant le renfort constituant la matière qu'on désire insérer dans la matrice afin de modifier ses propriétés. Les matrices peuvent être des matériaux bruts fondus tels des métaux, des résines thermodurcissables ainsi que des matières thermoplastiques. D'autre part, les

renforts peuvent être constitués de différents matériaux sous forme de poudre, fibres, granules et même sous forme de fibres tissées (longues). Dans le cas du bois, les renforts se retrouveront principalement sous forme de fibres courtes, de pâtes et de farines.

La caractéristique principale des composites est de pouvoir tirer avantage des propriétés de chacune des matières qui les compose. Les matériaux composites se caractérisent aussi par leur caractère anisotrope et fortement hétérogène. L'adhésion entre la matrice et les renforts constitue un des principaux facteurs de succès pour l'obtention de matériaux composites aux propriétés mécaniques améliorées. Dans le cas des CBP, le bois étant un matériau hydrophile et le plastique hydrophobe, on doit utiliser des liants chimiques pour améliorer l'adhésion. Une autre solution courante pour stabiliser ces matériaux réside dans le traitement chimique des fibres, tel l'acétylation.

Les composites sont généralement utilisés pour diminuer les coûts de matière première, pour leur résistance à la corrosion et à la fatigue et pour leurs propriétés mécaniques accrues par rapport à l'utilisation de la matrice vierge. Il est possible d'améliorer grandement la résistance en traction par l'orientation des fibres.

2.2.2 La matrice thermoplastique

Un premier type de matrice thermoplastique rencontré dans la fabrication de CBP est les polyoléfines, tels les polyéthylènes (PE) et les polypropylènes (PP). Aussi, on retrouve de plus en plus de données sur le polychlorure de vinyle (PVC) dans la littérature, puisqu'il s'agit d'un polymère plus résistant et plus durable que les polyoléfines. Les thermoplastiques se présentent sous différents grades, variant entre autres avec leur niveau de cristallinité et leur masse moléculaire moyenne respective. Cependant, la prochaine section traitera uniquement des propriétés des polyoléfines par rapport aux autres matériaux et plastiques.

Les polyoléfines comme le PP et le PE (haute ou basse densité) sont reconnues pour leur facilité de mise en forme ainsi que pour leur bas prix. Leur aspect est généralement blanc laiteux et offre une sensation cireuse au toucher. Leurs propriétés mécaniques dépendent fortement de leur masse molaire et aussi du sens de l'orientation des chaînes polymériques. Les polyoléfines possèdent une très bonne stabilité chimique et sont pratiquement insolubles dans toutes substances (acides, bases et sels) à une température inférieure à 60 °C (Trotignon et al., 1996), ce qui explique leur utilisation dans la conception de récipients alimentaires. D'autre part, elles sont sensibles aux rayons ultraviolets surtout en présence d'oxygène, mais on peut contrôler le phénomène par l'ajout d'un photostabilisant. Ces plastiques sont d'excellents isolants électriques et possèdent

une stabilité dimensionnelle accrue due à leur caractère hydrophobe. Par contre, lors du moulage, un retrait important est à prévoir, en raison de la différence entre leur densité à l'état solide et fondu (Tableau 2.1). Il est à noter que le PVC et l'ABS sont des polymères amorphes, donc ils ne possèdent ni température de fusion, ni d'indice de cristallinité. Les propriétés des composites varient aussi en fonction du type de renfort utilisé; le tableau 2.2 en présente un exemple pour le polypropylène chargé de différentes matières.

Tableau 2.1 : Propriétés de différents polymères.

	PEBD	PEHD	PP	PVC rigide	ABS
Propriétés physiques					
Masse volumique (g/cm ³)	0,915-0,935	0,945-0,96	0,90-0,91	1,38-1,40	1,03-1,08
Taux de cristallinité (%)	65-70	65-80	60-70	Amorphe	Amorphe
Conductivité thermique (W/m/K)	0,2-0,26	0,35-0,45	0,15-0,22	0,16	0,17
Propriétés mécaniques					
MOE en traction (MPa)	200-300	800-1200	110-1600	2200-3000	2000-2800
MOR en traction (MPa)	10-13	24-35	15-40	45-60	40-55
Allongement maximum en traction (%)	400-600	500-900	150-600	20-70	20-60
MOE en flexion (MPa)	60-400	1150-1500	1000-1300	2000	2500
Résilience Izod non entaillée (KJ/m ²)	Pas de rupture	Pas de rupture	40 à absence	240 à absence	60
Résilience Izod entaillée (KJ/m ²)	n.d.	n.d.	2-26	4-6	11-33
Propriétés rhéologiques					
Température de fusion (°C)	110-120	128-135	162-168	Amorphe	Amorphe
Température de transition vitreuse (°C)	-110	-110	-20	75-85	105-115
Retrait au moulage (%)	1,5-3,5	1,3-3	0,7-2,5	0,1-0,5	0,4-0,6

(Trotignon et al., 1996)

Tableau 2.2 : Propriétés du polypropylène avec différents renforts.

	PP	PP+40% Talc	PP+30% verre	PP+30% Pins
Propriétés physiques				
Masse volumique (g/cm ³)	0,90-0,91	~1,23	~1,15	~1,07
Propriétés mécaniques				
MOE en traction (MPa)	110-1600	4400	7000	1300-1330
MOR en traction (MPa)	15-40		90	28-33
Allongement maximal en traction (%)	150-600	30-35	3	n.d.
MOE en flexion (MPa)	1000-1300		4000	1950-2830
Résilience Izod non entaillée (KJ/m ²)	40 à absence	17	35	76-110
Résilience Izod entaillée (KJ/m ²)	2 à 26	3	11	13-17
Propriétés rhéologiques				
Retrait au moulage (%)	0,7-2,5	0,8-1	0,3-1	n.d.

(Trotignon et al., 1996)

2.2.3 Les fibres de bois

Le bois est un matériau qui se caractérise par son hétérogénéité et son anisotropie. Parmi les facteurs qui contribuent à son hétérogénéité, il y a les essences feuillues et les essences résineuses, qui se distinguent par leurs compositions anatomiques et chimiques différentes. Aussi, le bois de cœur, étant mort, contient plus d'extractibles que le bois d'aubier. De plus, les propriétés des trachéides, des vaisseaux et des fibres dans le bois, varient en fonction de l'âge, de leur localisation dans l'arbre et du type d'essences. Par exemple, la longueur des trachéides chez les conifères est plus courte dans le bois juvénile et augmente vers le bois mature.

Le terme fibres regroupe donc l'ensemble des cellules allongées présentes dans le bois. On retrouve les parenchymes et les trachéides chez les conifères. Les trachéides ont de forme allongée, variant de 2 à 7 mm de longueur, et constituent 85% à 95% du volume total des fibres. Chez les feuillus, on retrouve en plus des cellules spécialisées comme les vaisseaux, les trachéides vasculaires et les fibres-trachéides. La majeure partie du volume ligneux pour ces essences provient des vaisseaux (jusqu'à 55%), dont la longueur varie de 0,2 à 1,3 mm et des fibres (jusqu'à 70%), dont la longueur varie de 0,6 à 2,6 mm (Jozsef, 1983).

Les fibres de bois utilisées dans le domaine des CBP à matrice thermoplastique sont généralement réduites sous forme de farine (*wood flour*). La caractérisation des fibres s'effectue notamment sur le plan de l'essence, sur la taille des fibres, sur la nature des fibres (vierges ou recyclées) et sur les procédés de défibrage utilisés. Jusqu'à présent, très peu d'études sont consacrées à l'effet des propriétés des fibres de bois sur les propriétés des CBP. En effet, plusieurs chercheurs ont mis l'emphase sur le développement d'adjuvants et les travaux sont effectués à partir de fibres de bois dont la longueur se situe dans les classes variant de 150 à 425 μm (40 à 80 mesh) (Wolcott, 2003; Achilleos et al., 2002; George et al., 2001; Saheb et Jog, 1999). Pour la préparation des fibres, on retrouve trois objectifs (Raj et Kokta, 1991) :

1. Augmentation de la mouillabilité des fibres
2. Réduction de la tendance des fibres à s'agglomérer entre elles
3. Augmentation potentielle de l'adhésion entre les fibres et la matrice

L'hygroscopie du bois est une autre propriété variable requérant une attention particulière lors de la fabrication de composites, puisque l'on doit réduire l'humidité en deçà de 2% par séchage pour éviter des problèmes de mise en forme (Stokke, 2003).

2.2.4 Les procédés de défibrage

Dans l'industrie du bois, le défibrage se fait principalement selon divers procédés chimiques et mécaniques. Des développements ont permis d'améliorer les rendements de ces procédés et de réduire la consommation énergétique reliée au défibrage du bois. Ainsi, l'utilisation de procédés combinés a permis de révolutionner le défibrage, notamment par la combinaison des traitements thermiques, chimiques et mécaniques dans un même procédé.

Dans l'industrie papetière, plusieurs procédés de défibrage ont été développés pour la mise en pâte. Les procédés de mise en pâte les plus importants sont les suivants : mise en pâte mécanique de meule, mise en pâte thermomécanique (TMP), le procédé de mise en pâte Kraft et le procédé de mise en pâte chimico-thermomécanique (CTMP) (Garceau, 1987).

La pâte mécanique de meule est obtenue à partir des procédés de défibrage classique, c'est-à-dire que les billes sont placées selon un axe parallèle à la rotation d'une meule abrasive. Généralement, le défibrage s'effectue à pression atmosphérique, mais le procédé peut aussi s'effectuer sous pression. Le rendement de ce procédé purement mécanique se situe aux alentours de 95 % (Garceau, 1987).

Le procédé de mise en pâte thermomécanique (TMP) utilise des copeaux de bois soumis à une température supérieure à 100°C dans de la vapeur afin

d'amollir les fibres. Un défibrage sous pression s'ensuit, dans un raffineur muni de deux disques rotatifs tournant à grande vitesse. C'est l'effet de compression et de décompression successives qui produit la pâte à un taux de rendement d'environ 90%. Parfois, on utilise deux raffineurs en série, ce qui améliore davantage les caractéristiques des pâtes préparées, car on augmente la proportion de fibres longues (Garceau, 1987).

Le procédé de mise en pâte Kraft est un procédé chimique de fabrication de pâte en milieu alcalin ayant un rendement d'environ 50%. Les copeaux de bois sont cuits pendant environ deux heures, à 170 °C, dans la soude caustique contenant des carbonates de calcium et des sulfures de sodium pour permettre le craquage de la lignine dans la lamelle moyenne et, enfin, séparer les fibres. Le mécanisme réactionnel comporte les trois étapes suivantes : (1) adsorption des hydroxydes et hydrosulfures sur la lignine, (2) réaction de dégradation en surface de la lignine et (3) désorption du produit dégradé (Yang et Liu 2005). La pâte obtenue possède une bonne résistance mécanique, un bon indice d'éclatement et une bonne longueur de rupture. Par contre, le procédé Kraft rend le blanchiment plus difficile (Garceau, 1987).

Le procédé chimico-thermomécanique (CTMP) est un procédé de mise en pâte à haut rendement par sulfonation. Cette méthode alcaline se compose de deux grandes étapes. Tout d'abord, la sulfonation des copeaux s'effectue à l'aide d'un mélange de sulfite de sodium concentré de 4 à 12 % à une température

variant de 120 à 160 °C, pendant 15 à 110 minutes, selon l'essence. Par la suite, le raffinage de la pâte se fait généralement à la pression atmosphérique en un ou deux stades. Puisque ce procédé sépare les fibres avec moins d'énergie, la qualité sera supérieure en terme de longueur, de flexibilité et d'indice d'écoulement, comparativement aux méthodes purement mécaniques. Le rendement de ce procédé se situe aux alentours de 80% (Garceau, 1987).

De manière générale, les procédés de défibrage peuvent être mécaniques, thermiques, chimiques ou une combinaison de ces méthodes. Le tableau 2.3 présente les propriétés des papiers issus de différents types de pâtes à papier. Dans le cas de l'industrie des panneaux de bois, les procédés de défibrage sont généralement des procédés mécaniques, comme c'est le cas des procédés de mise en particules pour les panneaux de particules, de mise en lamelles pour les panneaux gaufrés ou les panneaux à lamelles orientées (OSB). Dans le cas des panneaux de fibres à moyenne densité (MDF), le procédé de défibrage s'apparente au procédé de mise en pâte thermomécanique (TMP).

Dans le cas de l'industrie des composites bois plastiques, les fibres sont obtenues par des procédés de défibrage mécanique, généralement à partir de résidus des usines de sciage.

Tableau 2.3 : Propriétés des différents types de papier.

Pâtes	Indice d'écoulement (ml)	Densité (kg/m ³)	Longueur de rupture (km)	MOE dans le plan XY (MPa)	Énergie des liaisons		
					Résistance Z (kPa)	Énergie d'arrachage (J/m ²)	Résistance spécifique des liaisons (kPa)
TMP résineux	130-475	231-276	1,53-3,57	752-957	124-339	42-84	827-1900
CTMP Bouleau	200-420	500-609	5,19-6,18	2340-3440	579-761	66-112	1730-1920
CTMP résineux	350-540	390-453	4,64-5,68	1410-1900	284-235	55-66	1120-1480
Kraft résineux blanchi	270-675	578-683	n.d.	n.d.	339-710	91-414	903-1600
Kraft résineux non blanchi	260-625	543-720	n.d.	n.d.	381-720	38-51	1080-1540
Kraft bouleau non blanchi	430-625	605-688	7,47-10,09	3580-5010	484-743	39-67	1230-1650

(Koubaa, 1996)

2.2.5 L'utilisation des fibres de bois dans les CBP

Les fibres de bois, étant hygroscopiques, se doivent d'être séchées avant l'étape de mise en pastilles, puisque l'eau s'évaporerait dans la zone de compression et générerait trop de gaz pour la capacité des orifices de ventilation présents dans l'extrudeuse. La présence de gaz dans la matière peut provoquer un effet diesel (brûlure) par friction, altérant ainsi les propriétés finales des matériaux. Aussi, la présence de fibres de bois dans les vis hélicoïdales génère des frictions supplémentaires, en plus d'être plus sensible aux fortes pressions. C'est pourquoi on favorise l'utilisation d'extrudeuses bis vis. Aussi, la dimension des fibres ou particules de bois doit être choisie en fonction de la géométrie de la vis pour ne pas abîmer celle-ci, puisque l'espacement entre les filets et le baril est très serré.

2.3 Les additifs (adjuvants)

Les adjuvants sont utilisés pour modifier les propriétés physiques, mécaniques, chimiques et esthétiques des polymères. Le choix des additifs dépend grandement de la compatibilité avec la mise en forme, de celle avec les autres adjuvants, de leur tenue à long terme ainsi qu'à leur rapport qualité-prix. Dans la conception de CBP, les lubrifiants et les agents coupleurs sont les adjuvants ayant suscité le plus d'intérêt au cours des dernières années.

2.3.1 Les agents coupleurs

Les agents coupleurs servent principalement à lier chimiquement le groupement OH du bois au plastique, puisque la nature hydrophile du bois et celle hydrophobe du plastique rendent l'adhésion mécanique plutôt difficile (George et al., 2001). En plus de leur effet adhésif, ces additifs ont la propriété de disperser les fibres de bois dans la matrice plastique (Wolcott et al., 2001). L'adsorption d'eau par le CBP est réduite considérablement par cet additif, puisque le gonflement à l'humidité en est réduit d'environ 400 fois. Parmi les agents coupleurs les plus utilisés dans la littérature, on retrouve les polyoléfines (PE ou PP) maléatées, les silanes, les isocyanates et certains phénolformaldéhydes. Ils sont tous présents à des concentrations massiques inférieures à 3% dans les composites. C'est réellement la découverte de nouveaux types d'agents coupleurs qui a relancé la recherche dans le domaine des matériaux bois plastiques.

2.3.2 Les lubrifiants

Les lubrifiants ont pour premier rôle de prévenir le grippage en participant au refroidissement, en favorisant un état d'équilibre thermique et le glissement sur la filière pour la mise en forme. Il est à noter que, dans le domaine des plastiques, la lubrification mécanique requise est moindre : elle sert à faciliter l'écoulement au cours du processus d'extrusion et à stabiliser la forme de l'extrudat, évitant ainsi

l'apparition d'une surface rugueuse, appelée « peau de requin ». Les vis des extrudeuses travaillent dans des conditions difficiles, telles de fortes contraintes mécaniques, un gradient de température important, des conditions d'usure abrasive et de possibilité de corrosion. Les stéarates, les fluoropolymères et les polymères hydrocarbonés en sont les plus répandus, puisqu'ils offrent un meilleur glissement, réduisant ainsi la friction dans les vis et filières (Achilleos et al., 2002). Bien qu'ils améliorent grandement la mise en forme, l'utilisation de lubrifiants réduit les propriétés mécaniques des produits composites; les stéarates ne contenant aucun métal seraient les plus performants (Bostros, 2003). Toutefois, les lubrifiants ont tendance à augmenter le module de rupture en flexion trois points (Wolcott et al., 2001).

2.3.3 Autres additifs

Il existe une panoplie d'additifs que l'on ajoute aux matières plastiques, soit pour faciliter la transformation ou simplement pour améliorer la qualité des produits finis. Parmi ceux-ci, on retrouve : les plastifiants, les stabilisants, les colorants, les antichocs, les antistatiques, les agents ignifuges, etc. Tous ces adjuvants sont utilisés en faible quantité (inférieure à 1%), sauf les colorants, et leur insertion varie selon la fonction des produits finis. Par exemple, le polypropylène se dégrade rapidement avec les rayons ultraviolets (UV). L'utilisation de certains additifs

protecteurs peut réduire la vitesse de dégradation de ce polymère vis-à-vis l'exposition à l'UV.

Généralement, on retrouve trois types de stabilisant UV : les absorbeurs, qui empêchent la pénétration des rayons UV, les extincteurs, qui désactivent les états excités par les photons, ainsi que les pigments comme le noir de carbone. Cependant, les pigments sont majoritairement utilisés en tant que colorant pour améliorer l'aspect visuel des produits finaux qu'ils soient en injection, extrusion ou *compounding*. Certains phénols, mercaptans, phosphites et amines sont utilisés comme antioxydants dans le but de retarder l'oxydation thermique au cours de la transformation et de l'utilisation du polymère. Lors d'essais comparatifs, il est important de conserver les mêmes proportions de chacun des additifs, puisqu'il peut en résulter des variations importantes sur les propriétés des objets transformés. La coloration permet non seulement d'améliorer l'aspect visuel, mais peut aussi servir d'outil de mesure pour évaluer le vieillissement à long terme (Falk et al., 2001).

2.4 Variation des propriétés des composites en fonction des caractéristiques des fibres

Il est bien entendu que l'ajout des fibres dans le polymère fondu modifie non seulement les propriétés physico-mécaniques, mais aussi les paramètres de mise en forme. Parmi les caractéristiques des fibres, on retrouve : l'effet de leur nature, de leur morphologie, de la proportion utilisée, de l'essence dont elles proviennent, des traitements chimiques et thermiques qu'elles ont subis. Les tableaux 2.4 et 2.5 montrent quelques propriétés de CBP en fonction de la nature des fibres, de leur morphologie et de leur proportion (Julson et al., 2004).

Tableau 2.4 : Propriétés du polypropylène chargé de matières cellulosiques.

Charge	Granulométrie	En Traction		En flexion		Écoulement	Résilience IZOD	
		MOE (MPa)	MOR (MPa)	MOE (MPa)	MOR (MPa)	Indice de fluidité (g/10min)	Entaillé (J/m)	Non entaillé (J/m)
0		697	36,68	1220	52,2	11,5	26,8	470
20% Pins	40 Mesh	1052	33,05	1528	51,95	7,68	16,13	135,09
	60 Mesh	1096	33,15	1704	54,71	7,29	16,4	142,91
	80 Mesh	1037	29,09	1730	53,64	7,53	15,53	126,11
30% Pins	40 Mesh	1302	31,62	1959	52,5	5,81	13,8	87,95
	60 Mesh	1307	32,42	2128	54,3	5,62	13,07	101,55
	80 Mesh	1328	28,67	2283	53,52	5,61	16,93	76,4
20% Soja	40 Mesh	789	28,09	1643	51,72	11,15	11,13	107,27
	60 Mesh	781	27,53	1606	51,42	11,03	12,07	105,89
	80 Mesh	658	25,51	1437	48,15	10,99	21,83	129,32
30% Soja	40 Mesh	776	23,18	1646	46,5	10,08	11,13	77,07
	60 Mesh	769	23,98	1670	47,06	10,01	10,53	93,2
	80 Mesh	765	23,4	1583	44,95	9,82	21,67	105,95

(Julson et al., 2004)

Tableau 2.5 : Propriétés du polyéthylène haute densité chargé de matières cellulosiques.

Charge	Granulométrie	En traction		En flexion		Écoulement	Résilience	
		MOE (MPa)	MOR (MPa)	MOE (MPa)	MOR (MPa)	Indice de fluidité (g/10min)	Entaillé (J/m)	Non entaillé (J/m)
0		360	21,05	432	21,9	19,1	15,3	738
20% Pins	40 Mesh	699	21,36	753	29,12	6,4	5,87	94,51
	60 Mesh	707	22,39	832	30,67	8,22	6,73	110,13
	80 Mesh	711	21,1	741	28,44	9,65	4,07	116,03
30% Pins	40 Mesh	854	20,59	1037	31,59	3,59	13,8	46,07
	60 Mesh	977	22,75	1201	33,81	4,44	8,8	55,41
	80 Mesh	903	20,64	1023	31,45	6,64	9,4	64,57
20% Soja	40 Mesh	548	16,98	731	25,83	11,95	8,47	68,89
	60 Mesh	500	17,17	565	23,23	14,58	4,93	99,37
	80 Mesh	433	16,95	560	22,62	14,56	11,13	138,82
30% Soja	40 Mesh	630	16,22	775	27,31	10,51	5,13	49,37
	60 Mesh	536	14,87	646	23,24	10,93	6,2	65,7
	80 Mesh	556	14,25	702	23,13	11,47	5,4	63,39

(Julson et al., 2004)

2.4.1 Effets de l'essence

Le bois est un matériau fortement anisotrope et hétérogène composé principalement de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. On distingue d'importantes variations dans ces composantes, en fonction des bois de résineux et de ceux de feuillus. Les types et les quantités d'extractibles affectent aussi la composition du bois et, par conséquent, les propriétés des composites qui en résultent (Stokke, 2003).

Jusqu'à maintenant, l'effet de l'essence est peu étudié. Toutefois, quelques articles traitent d'autres facteurs sur plus d'une essence et on observe diverses variations des propriétés des CBP en fonction de ce paramètre (Li et Wolcott, 2003; George et al., 2001; Falk et al., 1999; Saheb et Jog, 1999; Berger et Stark, 1997).

À titre d'exemple, il fut observé, dans un rhéomètre capillaire, que la viscosité extensionnelle du pin diminue avec une augmentation de la teneur en fibre de 40 à 60%, alors que le phénomène inverse se produit pour les fibres d'érable (Li et Wolcott, 2003). Aussi, les composites contenant 50% de fibres d'érable dans le PEHD obtiennent des valeurs de MOE et MOR en flexion de 1,63 GPa et 20,73 MPa respectivement, alors que pour le pin, ces valeurs augmentent à 2,21 GPa et 24,68 MPa (Pilarski et Matuana, 2006). Une dernière étude

démontre une forte corrélation linéaire et positive ($r^2 > 0,9$) pour les valeurs de MOE et MOR obtenues en fonction de la quantité d'agents coupleurs utilisée. Ces résultats s'appliquent dans des essais de flexion pour des composites à base de PP et PE faits à partir de 40% de fibres de pin. Toutefois, lors des mêmes essais avec le chêne, les auteurs ne peuvent tirer aucune conclusion, en raison de la faible corrélation entre les résultats. La surface moins lisse des composites usinés expliquerait les ruptures fréquentes chez le chêne (Rogers et Simonsen, 2005).

2.4.2 Effets de la proportion

La proportion des fibres est sans doute le paramètre le plus exploré dans les travaux de recherche. Plusieurs études utilisent une faible teneur en fibres (< 30 %) et obtiennent une amélioration de l'ensemble des propriétés mécaniques avec une augmentation de la teneur en fibres (Ismail et Bakkar, 2006; Liu et al., 2005; Lu et al., 2003). D'autres études utilisent une charge supérieure de fibres et parviennent à obtenir un maximum, à partir duquel ces propriétés recommencent à diminuer si on continue d'ajouter des fibres (Simoenson et al., 2004; Nunez et al., 2002; Toriz, 2002). Il fut aussi démontré qu'une augmentation des teneurs en fibres dans le PVC facilite la dégradation aux rayons UV des composites obtenus (Matuana et al., 2001; Falk et al., 1999), augmente l'absorption d'eau (Ibach et al., 2001; Koubaa et al., 2004; Stark, 2001) et augmente la vulnérabilité aux champignons (Pendleton et al., 2002; Falk et al., 2001).

2.4.3 Effets de la nature

La nature des fibres désigne leur provenance (feuilles, écorces, branches, fibres recyclées) et les procédés de défibrage dont elles sont issues. Quelques procédés de défibrage des papiers sont décrits dans la section 2.2.4 et génèrent des applications et propriétés différentes en fonction des traitements subis. Il fut démontré que la nature des fibres influence les propriétés des CBP (Koubaa et al., 2004; Julson et al., 2004; Stokke, 2003). À titre d'exemple, les fibres du bois d'érable fournissent de meilleures performances mécaniques en flexion (MOE = 4,8-6,8 GPa, MOR = 25-38 MPa) que les fibres d'écorce de peuplier faux tremble (MOE = 3,0-3,2 GPa, MOR = 17-27 MPa) pour des teneurs variant entre 50 et 70 % en fibres (Koubaa et al., 2004). La plupart des recherches ont été orientées vers d'autres paramètres, tels l'effet du polymère, des additifs et des traitements apportés aux fibres.

2.4.4 Effets de la morphologie

Il est évident que, pour une même proportion massique de fibres, la variation de leur taille modifiera le ratio des effets de surface par rapport aux effets de volume dans un produit composite. L'adhésion entre les fibres et la matrice se produit principalement en surface des fibres. Il en résulte des composites aux propriétés accrues, d'où l'intérêt d'utiliser, entre autres, des agents coupleurs pour

augmenter l'affinité entre la cellulose hydrophile et le polymère hydrophobe (George et al., 2001). On retrouve ces variations à des proportions massiques de 20 à 30% massique de fibres, et autant dans des matrices de polyéthylène basse densité (PEBD) que de PP (Tableaux 2.4 et 2.5).

La majorité des chercheurs réduisent le bois sous forme de farine (wood flour) pour simplifier les étapes d'extrusion ou d'injection. Toutefois, des procédés comme l'extrusion brisent les fibres, modifiant ainsi leur taille (Gamstedt et al., 2006). Le paramètre dominant entraînant les dommages apportés aux fibres en cours de procédé est le cisaillement développé dans le mélange fondu (Behzad et Sain, 2006). Cependant, une augmentation de la vitesse de rotation des vis augmente non seulement les dommages aux fibres, entraînant un effet négatif, mais cause aussi un effet inverse et positif en favorisant leur dispersion dans la matrice (Le Baillif et Oksman, 2006). La morphologie des fibres inclut aussi d'autres paramètres que la longueur des fibres, comme leur diamètre, la présence de bûchettes, l'épaisseur des cellules et le diamètre des lumens. Ces paramètres varient tous à divers niveaux, en fonction de la nature des fibres (Ververis et al., 2004). Les fibres de bois sont caractérisées par un ratio L/D élevé, mais sont souvent réduites en farine pour en faire des CBP. La réduction de la taille des fibres en farine favorise l'écoulement du mélange « bois polymère » et augmente du même coup le retrait au moulage (Stark, 1999). Les traitements de surface des fibres réduisent considérablement le ratio de leur longueur sur leur diamètre (L/D),

mais augmentent considérablement l'adhésion et les propriétés mécaniques (Herrera-Franco et Valdez-Gonzalez, 2005).

2.4.5 Effets des traitements de surface

Une autre stratégie utilisée pour améliorer les propriétés résultantes des CBP est d'appliquer un traitement de surface sur les fibres pour faciliter l'adhésion à la matrice. Ces traitements sont utilisés, soit pour enlever les extractibles ou pour bloquer le groupement hydroxyle (Li et Matuana, 2003). La benzilation en présence de soude caustique, l'estérification et l'acétylation sont les traitements envisageables avant d'introduire les fibres de bois aux matières plastiques. Il résulte de ces traitements une modification des propriétés physico-mécaniques et de mise en forme. On associe surtout les traitements au toluène et à la soude caustique (NaOH) à des mécanismes de délignification et les traitements comme l'acétylation à des mécanismes de protection, tels la résistance à long terme à l'humidité et aux pourritures (Sahed et Jog, 1999). L'estérification aux acides maléiques ou aux acides acryliques modifie le groupement hydroxyle pour en faire un ester (COOR') dont le radical possède de meilleures affinités avec la matrice (Ganan et Mondragon, 2002).

2.4.6 Effets des traitements thermiques

Les traitements thermiques apportés au bois nettoient la surface des fibres et augmentent leur concentration d'oxygène par l'ajout de groupements carboxyle en surface (Felix et Gatenholm, 1993). Ces traitements augmentent notamment la résistance aux pourritures et la stabilité dimensionnelle, mais réduisent les propriétés mécaniques (Rousset et al. 2004). Les traitements thermiques deviennent particulièrement efficaces au-delà de 200 °C, dû à la dégradation des hémicelluloses et à l'augmentation de la lignine de type Klason (Nuopponen et al., 2004). Par contre, ils sont rarement employés au-delà de 260°C.

Quatre raisons expliquent l'augmentation de la durabilité du bois traité thermiquement (Hakkou et al., 2005) :

- la dégradation significative des hémicelluloses, qui constitue un des principaux éléments nutritifs des moisissures;
- l'augmentation du caractère hydrophobe, réduisant ainsi les absorptions d'eau par le bois et les milieux propices aux moisissures;
- la génération de nouveaux extractibles durant le traitement pouvant ensuite agir comme fongicide;
- la modification des polymères du bois empêchant la reconnaissance des enzymes responsables de la biodégradation.

2.5 Propriétés des CBP

2.5.1 Propriétés physico-mécaniques des CBP

Les composites bois polymères ont été développés, dans un premier temps, pour améliorer les performances des matériaux traditionnellement en bois. Les CBP peuvent être percés, vissés, sciés, et cloués comme tous les produits de bois, mais leur apparence est souvent différente et varie en fonction de la proportion de fibres dans le composite (Pritchard, 2004).

La stabilité dimensionnelle et l'absorption d'eau sont les deux propriétés physiques les plus sollicitées. Dans les composites chargés à moins de 20% de fibres de bois dans une matrice de polypropylène, l'absorption d'eau est inférieure à 2% après 1200 heures d'immersion et les propriétés mécaniques se conservent. Cependant, quand la charge augmente à 40% de fibres de bois, l'absorption d'eau est quatre fois supérieure et les propriétés mécaniques sont réduites (Stark, 2001).

Aussi, le bois constitue un excellent renfort à cause de son bas prix par rapport au verre, au talc et au carbone. Aussi, la densité des CBP est légèrement inférieure à celle des autres renforts et permet d'obtenir des propriétés mécaniques compétitives. La densité n'est jamais fonction de la taille des fibres, mais plutôt de la charge dans le polymère. D'ailleurs, la majorité des propriétés finales des produits CBP est directement reliée à la proportion de renfort. Il est à

noter que les matériaux CBP sont d'excellents isolants thermiques et électriques. Des études prometteuses sur les propriétés ultrasoniques visent à prévoir les valeurs des modules d'élasticité et de rupture en flexion et en traction à partir de méthodes non destructives (Tucker et Bender, 2003).

Pour caractériser mécaniquement les matériaux, on procède généralement aux essais suivants : dureté, flexion simple, traction simple, flexion par choc. Dans le cas de composites bois polymères, on observe généralement une amélioration croissante des modules de flexion, d'élasticité et de tension, avec une augmentation de la charge de fibres de bois. Par contre, la résistance à la traction diminue faiblement, tout comme l'énergie de rupture avec des échantillons non entaillés. L'orientation des fibres, ainsi que leur taille, sont aussi des facteurs pouvant modifier les propriétés mécaniques. D'ailleurs, l'ajout d'un polymère thermotrope à une matrice de polyoléfine préserve la longueur des fibres et il en résulte de meilleures valeurs des modules d'élasticité en traction (Saengsuwan et al., 2003).

2.5.2 Propriétés rhéologiques des CBP

Les propriétés rhéologiques des matières thermoplastiques sont uniques. C'est d'ailleurs ce qui justifie l'utilisation d'appareils spécialisés, tels les extrudeuses et les presses à injection. L'indice de fluidité, la température de

fléchissement sous charge, la température de transition vitreuse ainsi que celles de fusions et de dégradations constituent les principales données rhéologiques. Ces propriétés ont des conséquences directes sur les paramètres d'opérations lors de la conception d'objets en polymère et régissent leur limite d'application. L'addition de particules ou fibres de bois dans une matrice thermoplastique modifie ces types de propriétés et impose certains ajustements mineurs dans la conception de CBP. Par exemple, l'indice de fluidité diminue avec une augmentation des proportions des fibres de bois, alors qu'il augmente si on réduit la dimension de ces dernières. Il existe plusieurs types d'appareils permettant de mesurer le comportement des polymères fondus, tels les rhéomètres de type dynamique rotationnel standard, capillaire et à torque. Les rhéomètres capillaires et à torque constituent des équipements idéaux pour simuler le procédé d'extrusion et pour comprendre le comportement du polymère fondu dans une vis et ils sont aussi utilisés pour résoudre rapidement des problèmes techniques mineurs (troubleshooting). Toutefois, ils en révèlent moins sur la structure moléculaire que les rhéomètres rotationnels dynamiques (Sherman, 2004).

2.5.3 Vieillessement et résistance aux moisissures des CBP

La dégradation des polymères aux rayons UV réduit considérablement les propriétés mécaniques. Des études effectuées à l'aide de la norme ISO 4892-3 ont démontré des réductions de l'ordre de 10 à 20% en flexion et pouvant atteindre

jusqu'à 50% en résilience dans les CBP avec une matrice en polypropylène (Selden et al., 2004). Ces essais assez radicaux consistent à des expositions cycliques des échantillons aux rayons UV à des températures de 50 et 60°C. La dégradation du polymère s'effectue fortement sur une fine couche en surface et faiblement à l'intérieur de l'échantillon. Aussi, la vitesse de dégradation est deux fois plus rapide pour les polypropylènes chargés à 50% de fibres de bois, comparativement à ceux chargés à 25% (Selden et al., 2004). L'ajout d'un stabilisant UV permet de ralentir la dégradation.

D'autre part, il est reconnu que le bois est un matériau biodégradable, or il est très susceptible aux champignons, insectes, bactéries et pourritures. La biodégradation se produit généralement en surface de la fibre. Par contre, un mécanisme de décomposition enzymatique peut aussi se produire à l'intérieur de la fibre (Lu et al., 2003). La matrice thermoplastique enveloppe les fibres de bois et les protège, réduisant considérablement la vitesse par rapport au bois solide (Simonsen et al., 2004). Cependant, en absence d'agents coupleurs, les fibres n'adhèrent pas à la matrice, laissant ainsi des espacements propices aux moisissures (Pendleton et al., 2002). L'industrie a tendance d'utiliser des agents toxiques afin d'empêcher ces micro-organismes d'attaquer le bois pour certaines utilisations. Quelques essences produisent naturellement leurs agents toxiques pour éliminer les insectes. La guayule est notamment efficace pour éliminer les

termites, alors que le pin y est vulnérable. La présence de PEHD dans le bois de pin s'avère efficace pour contrer ces dernières (Chow et al., 2002).

2.6. Intérêts de la recherche

Bien que la majorité des travaux traite des mécanismes d'adhésion entre le polymère et les fibres, plusieurs chercheurs se sont démarqués en introduisant d'autres variables à la fois pertinentes et originales à leurs études. Par exemple, Matuana et al. (2001) ont démontré que la présence de fibres de bois accélère la photodégradation des composites bois polymères à matrice de PVC. Au niveau rhéologique, la validation du principe de superposition temps/température chez les CBP constitue un autre exemple d'avancement important (Farid et al., 2002). Les tableaux 2.4 et 2.5 démontrent que la nature des fibres influence le comportement des composites bois polymères. Les fibres sont composées essentiellement de cellulose, d'hémicellulose et de lignine et on peut aussi associer une variabilité similaire dans les produits composites en fonction de la teneur de chacune de ces composantes (Stokke, 2003). Quelques études traitent de l'utilisation de polymères recyclés. Cependant, ils utilisent un mélange de plastique vierge pour en simuler l'influence. L'utilisation de matière recyclée est notamment difficile en recherche fondamentale, car aucune approche expérimentale n'est parfaitement adaptée pour évaluer l'état complexe d'un matériel ayant subi des dégradations antérieures (Winandy et al., 2004). Très peu d'études utilisent des polymères obtenus à partir

de polymères recyclés provenant de résidus municipaux. Avec un mélange variant de 20 à 40% de fibres TMP provenant d'essences résineuses et une composition polymérique approximativement de 80% PE, 20 % PP incluant des traces de polyéthylène terephthalate (PET), de PVC et de polystyrène (PS), Dintcheva et La Mantia (1999) ont démontré que la présence d'additifs est un facteur déterminant pour améliorer mécaniquement les composites provenant de résidus municipaux. Ils ajoutent que les polyoléfines maléatées sont les plus performantes. Cette étude exploratoire ouvre plusieurs voies de recherche en plasturgie et en environnement, relativement à la problématique de la gestion des ordures.

CHAPITRE 3

NOTIONS THÉORIQUES

3.1 Propriétés des mélanges polymères fibres à l'état fondu

3.1.1 Viscosité

La viscosité d'un fluide permet d'évaluer la facilité avec laquelle le fluide peut être déplacé ou mélangé. De manière générale, on définit la viscosité (η) d'un polymère comme étant une fonction de la contrainte de cisaillement (τ) et du taux de cisaillement ($\dot{\gamma}$) comme suit (Bird et al., 1960) :

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (1)$$

3.1.2 Calcul de la viscosité par la méthode des moindres carrés.

Il existe plusieurs modèles mathématiques permettant de prévoir la viscosité d'un fluide. Le polyéthylène haute densité (PEHD) est un polymère rhéofluidifiant pouvant être approximé par le modèle de la loi de puissance (Ek et al., 1987). Selon cette loi, la viscosité peut être modélisée par l'équation suivante (Bird et al., 1960) :

$$\eta = \eta_0 \dot{\gamma}^{\beta-1} \quad (2)$$

$\dot{\gamma}$ est le taux de cisaillement, η_0 et β sont les paramètres associés à la loi de puissance.

En appliquant la méthode des moindres carrés entre la fonction de la viscosité η et les valeurs expérimentales (η_i) mesurées, on obtient une nouvelle fonction $F(\eta_0, \beta)$ représentant l'écart, au sens des moindres carrés, entre les valeurs expérimentales et théoriques :

$$F(\eta_0, \beta) = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^n (\eta_0 \dot{\gamma}_i^{\beta-1} - \eta_i)^2 \quad (3)$$

La fonction $F(\eta_0, \beta)$ admet un minimum lorsque chacune de ses dérivées partielles sont nulles. Ainsi, on pose :

$$\frac{\partial F(\eta_0, \beta)}{\partial \eta_0} = \frac{\partial F(\eta_0, \beta)}{\partial \beta} = 0 \quad (4)$$

En utilisant les équations (3) et (4) on peut obtenir l'expression de chacune des dérivées partielles :

$$\frac{\partial F(\eta_0, \beta)}{\partial \eta_0} = \sum_{i=1}^n (\eta_0 \dot{\gamma}_i^{\beta-1} - \eta_i) * \dot{\gamma}_i^{\beta-1} = 0 \quad (5)$$

$$\frac{\partial F(\eta_0, \beta)}{\partial \beta} = \sum_{i=1}^n (\eta_0 \dot{\gamma}_i^{\beta-1} - \eta_i) * \eta_0 \dot{\gamma}_i^{\beta-1} \ln(\dot{\gamma}_i) = 0 \quad (6)$$

En remplaçant η_0 par son expression dans (5), on obtient la relation suivante :

$$\eta_0 = \eta_0(\beta) = \frac{\sum_{i=1}^n (\eta_i \dot{\gamma}_i^{\beta-1} - \eta_i)}{\sum_{i=1}^n \dot{\gamma}_i^{2\beta-2}} \quad (7)$$

L'expression (7) permet de remplacer η_0 par une fonction de β . L'expression (5) se réduit alors à une fonction $\rho(\beta)$ dont on doit trouver la solution:

$$\rho(\beta) = \frac{\partial F(\eta_0, \beta)}{\partial \beta} = \sum_{i=1}^n (\eta_0 \dot{\gamma}_i^{\beta-1} - \eta_i) * \eta_0 \dot{\gamma}_i^{\beta-1} \ln(\dot{\gamma}_i) = 0 \quad (8)$$

Puisque l'expression (8) est fortement non linéaire, on doit la résoudre numériquement pour obtenir une valeur de β . Or, la méthode de Newton fut programmée dans Matlab en utilisant l'expression de la définition de la dérivée d'une fonction :

$$\frac{d\rho(\beta)}{d\beta} = \lim_{\Delta\beta \rightarrow 0} \left(\frac{\rho(\beta + \Delta\beta) - \rho(\beta)}{\Delta\beta} \right) = 0 \quad (9)$$

La procédure itérative de Newton conduit à :

$$\beta(j+1) = \beta(j) + \frac{F}{F'} \quad (10)$$

Or, pour trouver la meilleure valeur de β , on doit poser une valeur numérique de $\Delta\beta$ très faible (10^{-6}) et un critère de convergence (F/F') limitant l'erreur. Pour trouver le critère de convergence optimal, il suffit de faire quelques essais numériques et d'évaluer la valeur du coefficient de corrélation (R^2) de Pearson. Le script Matlab de ce programme se retrouve dans l'annexe 1.

3.1.3 Comportement rhéologique d'un polymère chargé de fibres dans un rhéomètre à torque

Le rhéomètre à torque constitue l'outil par excellence pour prévoir le comportement d'un polymère chargé de fibres dans une extrudeuse (Sherman, 2004). Ce type de rhéomètre agit comme une chambre de mélange et permet d'évaluer, entre autres, la viscosité apparente et l'énergie mécanique requise pour fondre le polymère et le mélanger avec les fibres. La figure 3.1 présente le principe de fonctionnement à l'aide des vues d'élévation et de profil de l'appareil.

Ce type de rhéomètre permet donc d'étudier la réaction d'une matière dans un processus bis vis. De manière générale, le comportement d'un polymère dans un rhéomètre à torque se divise en trois étapes (Figure 3.2). L'intégrale de la

courbe du couple mesuré en fonction du temps est proportionnelle à l'énergie mécanique.

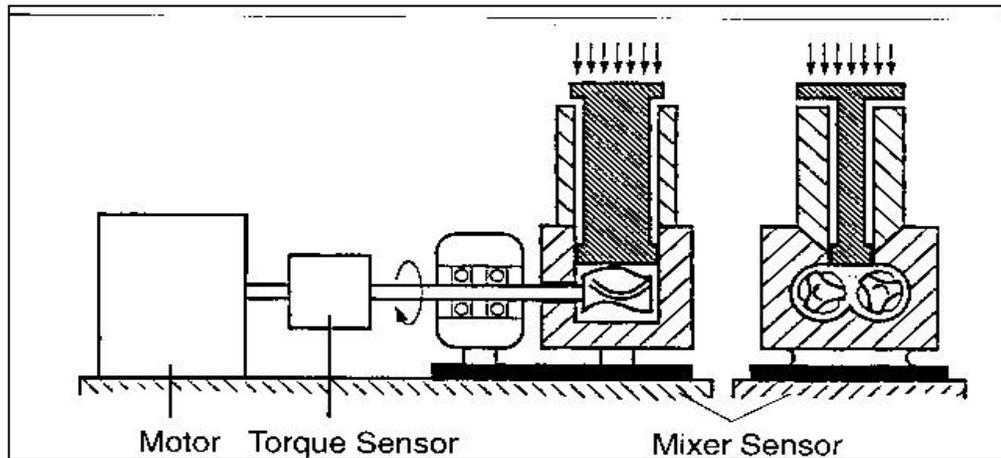


Figure 3.1 : Schéma du rhéomètre à torque (Schramm, 1994).

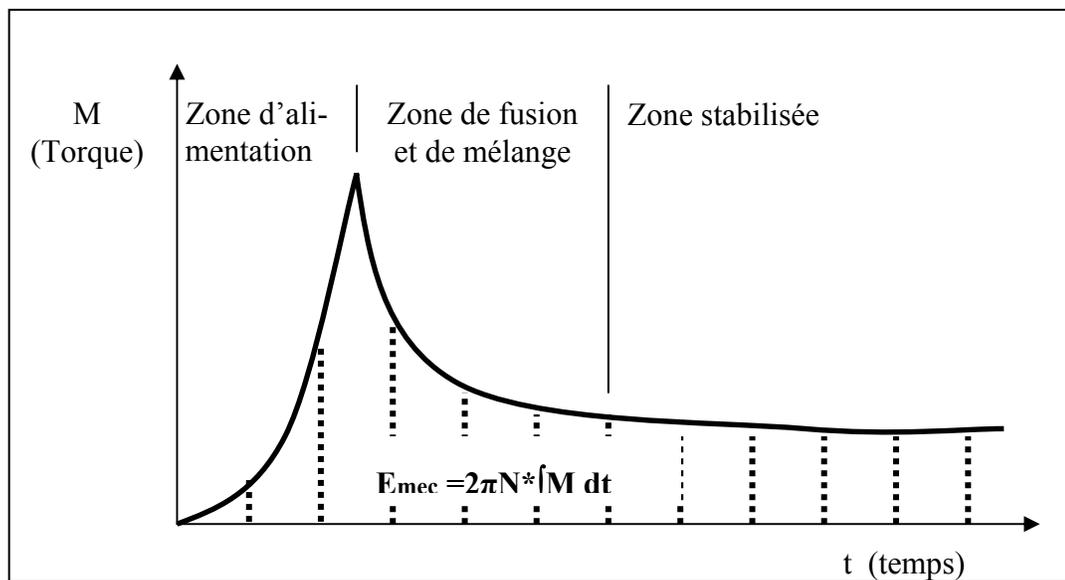


Figure 3.2 : Courbe typique du couple mesuré en fonction du temps dans un rhéomètre à torque.

Une fois que la fusion du polymère est complète et qu'il est mélangé de manière homogène, le couple mesuré se stabilise et il est possible de déterminer la viscosité apparente (η_{app}) du mélange à partir de cette valeur.

La viscosité apparente (η_{app}) d'un polymère est définie comme étant le rapport d'une contrainte de cisaillement moyenne (τ_{avg}) sur un taux de cisaillement apparent ($\dot{\gamma}_{app}$) :

$$\eta_{app} = \frac{\tau_{avg}}{\dot{\gamma}_{app}} \quad (11)$$

Le taux de cisaillement apparent ($\dot{\gamma}_{app}$) comprend deux parties, la première étant associée à la viscosité réelle du polymère sans aucun effet de glissement ($\dot{\gamma}_{ws}$) et la seconde étant associée au glissement à la paroi ($\dot{\gamma}_{rs}$).

$$\dot{\gamma}_{app} = \dot{\gamma}_{ws} + \dot{\gamma}_{rs} \quad (12)$$

Une diminution de la vitesse de rotation permet d'éliminer totalement les effets de glissement ($\dot{\gamma}_{rs}$), et ainsi d'associer le taux de cisaillement apparent à la vitesse de rotation (N) des vis du rhéomètre à torque. D'où :

$$\dot{\gamma}_{app} = \dot{\gamma}_{ws} = 2\pi N \quad (13)$$

La contrainte de cisaillement moyenne est fonction du couple mesuré (M) et d'une constante géométrique du système (C_{sys}).

$$\tau_{avg} = M * C_{sys} \quad (14)$$

Ainsi, en combinant les équations 11 à 14, on peut déterminer la viscosité apparente à partir du couple stabilisé obtenu dans le rhéomètre à torque.

$$\eta_{app} = \frac{M_{stable} * C_{sys}}{\dot{\gamma}_{app}} = \frac{M_{stable} * C_{sys}}{2 \pi N} \quad (15)$$

On utilise aussi le rhéomètre à torque pour déterminer l'énergie mécanique correspondant à l'aire sous la courbe des rhéogrammes (Gonzalez et al., 2001).

$$E_{mec} = 2\pi * N * \int_{t_1}^{t_2} M * dt \quad (16)$$

3.2 Propriétés mécaniques des composites bois plastiques

Les propriétés mécaniques d'un matériau sont généralement déterminées à partir de forces extérieures qu'on applique sur le matériau. Ces propriétés dépendent de la température d'utilisation, de l'état de surface, des conditions d'application et de la vitesse de déformation. Elles sont déterminées, avec un intervalle de précision, au moyen d'essais normalisés.

L'essai en traction simple est un essai très répandu pour la caractérisation des matériaux. Il consiste en un allongement forcé d'une éprouvette en mesurant en même temps la force nécessaire à chaque instant. Le résultat d'un tel essai est la contrainte nominale σ , (Eq.17) en fonction de la déformation nominale ε , (Éq. 18) , ce qui est résumé dans une *courbe de traction* (Figure 3.3).

$$\sigma = \frac{P}{A} \quad (17)$$

$$\varepsilon = \frac{L - L_0}{L_0} \quad (18)$$

Où :

P= Force

A = Surface

L = Longueur de l'échantillon

L₀ = Longueur initiale de l'échantillon

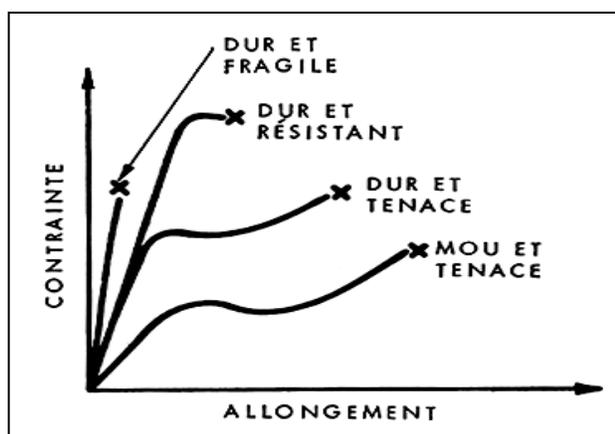


Figure 3.3 : Courbes typiques d'essais de traction pour différents matériaux (Koubaa, 2004).

Selon cette courbe, on en déduit l'allongement à la rupture, le module d'élasticité (MOE), le module de rupture (MOR) ainsi que l'énergie de rupture. L'énergie de rupture est proportionnelle à l'aire sous la courbe de la figure 3.3 et calculée selon l'équation (22). L'allongement (ϵ) à la rupture représente plutôt le gain en distance longitudinale par rapport à la longueur initiale de l'éprouvette.

Le module de rupture (MOR) représente la contrainte maximale qu'un matériau peut supporter avant de subir une rupture, alors que le module d'élasticité (MOE) représente la pente du graphique « contrainte-déformation » régie par la loi de Hooke. Plus la pente de la figure 3.3 sera élevée, plus le matériau sera considéré comme étant rigide (Baïlon et Dorlot, 2000). Le MOE du bois varie en fonction de la vitesse à laquelle on impose la contrainte. Plus la contrainte est rapide, plus la réponse du bois sera rigide, c'est-à-dire que son module d'élasticité sera élevé. Ceci implique que le bois possède un effet d'élasticité différé et un

caractère viscoélastique. Par contre, si on dépasse la limite d'élasticité, l'effet de plasticité du bois entre en compte : le bois est généralement un matériau dur et tenace (Jozef, 1982). Un polymère comme le PEHD est un matériau mou et peut atteindre un allongement jusqu'à neuf fois sa longueur initiale en traction (Trotignon et al., 1996). Les équations 19 à 22 définissent les propriétés en traction.

L'essai de flexion est un autre essai normalisé permettant de caractériser le comportement des matériaux de manière similaire à l'essai de traction. Cependant, les valeurs de MOE et MOR varieront, puisque la flexion induit à la fois des efforts de compression, de cisaillement et de traction. Les équations 23 à 26 définissent les propriétés en flexion.

- Comportement en traction

$$MOE = \frac{P_{pl}}{bh} \quad (19)$$

$$MOR = \frac{P_u}{bh} \quad (20)$$

$$\varepsilon(\%) = \frac{\Delta L}{L_o} \times 100 \quad (21)$$

$$\text{Énergie} = \int_{L_o}^L P \, dx \quad (22)$$

- Comportement en flexion

$$MOE = \frac{P_{pl} l^3}{4\delta_{pl} b h^3} \quad (23)$$

$$MOR = \frac{3P_u l}{2b h^2} \quad (24)$$

$$\varepsilon(\%) = \frac{6\delta h}{L^2} \times 100 \quad (25)$$

$$\text{Énergie} = \int_0^{\delta} P \, dy \quad (26)$$

Où :

P = Force mesurée

P_{pl} = Force mesurée à la limite proportionnelle

P_u = Force maximale mesurée

δ = Déformation

δ_{pl} = Déformation mesurée à la limite proportionnelle

b = Largeur de l'échantillon

h = Épaisseur de l'échantillon

l = Distance entre les appuis

L = Longueur de l'échantillon

3.3 Propriétés physiques

3.3.1 Teneur en humidité

La teneur en humidité (H) d'un CBP est définie comme étant la quantité d'eau contenue dans celui-ci. La teneur en humidité peut être déterminée sur une base anhydre, tel que le présente l'équation (27).

$$H(\%) = \frac{m_{H_2O}}{m_0} * 100 = \frac{m_h - m_0}{m_0} * 100 \quad (27)$$

Où :

m_{H_2O} = Masse de l'eau

m_0 = Masse anhydre du CBP

m_h = Masse à la teneur en humidité h

La teneur en humidité peut également être exprimée sur une base humide définie comme étant X et elle est déterminée selon l'équation (28).

$$X(\%) = \frac{m_{H_2O}}{m_h} * 100 = \frac{m_h - m_0}{m_h} * 100 \quad (28)$$

3.3.2 Masse volumique

La masse volumique d'un matériau est définie comme étant le rapport de la masse sur le volume d'un échantillon.

$$\rho_i = \frac{m_i}{V_i} = \frac{m_i}{L_i * b_i * h_i} \quad (29)$$

Où :

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

m = Masse de l'échantillon à l'état i

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

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

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

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

Puisque le bois est un matériau hygroscopique, il est important d'associer la masse volumique à la teneur en humidité de l'échantillon. Les trois méthodes de mesure de la densité du bois utilisant l'équation (29) sont (Koubaa, 2004) :

1. La densité anhydre (ρ_0), qui correspond au rapport de la masse à l'état anhydre (m_0), sur le volume à l'état anhydre (V_0) de l'échantillon de bois.

2. La densité basale (ρ_b), qui correspond au rapport de la masse à l'état anhydre (m_0), sur le volume à l'état saturé en eau (V_s) de l'échantillon de bois
3. La densité humide (ρ_h), qui correspond au rapport de la masse à l'état anhydre (m_0), sur le volume (V_h) de l'échantillon de bois à la teneur en humidité H.

Il est aussi possible de mesurer la densité d'un échantillon à partir de rayons X. Le principe de fonctionnement des densitomètres à rayons X réside dans l'atténuation des rayons X traversant un corps solide, tel que présenté dans l'équation (30) (Quintek Measurement Systems, 1999).

$$\frac{I}{I_0} = e^{-\mu_\lambda h} \quad (30)$$

Où :

I = L'intensité de la radiation après avoir traversé l'échantillon

I_0 = L'intensité de la radiation sans traverser l'échantillon

μ_λ = Coefficient d'atténuation linéaire de l'échantillon (cm^{-1})

h = épaisseur de l'échantillon (cm)

Le coefficient d'atténuation linéaire μ_λ est relié à la densité de l'échantillon selon l'équation (31) :

$$\mu_\lambda = \mu_m \rho \quad (31)$$

Où :

μ_m = Coefficient d'atténuation de masse de l'échantillon (cm²/g)

ρ = Masse volumique de l'échantillon (g/cm³)

Ainsi, les densitomètres aux rayons X peuvent déterminer le profil de densité d'un panneau. Toutefois, la mesure obtenue étant une densité apparente, l'appareil nécessite une calibration pour chaque nouveau type de matière analysé.

3.3.3 Adsorption d'eau et stabilité dimensionnelle

On définit le retrait et le gonflement d'un échantillon à partir de ses dimensions à l'état anhydre telles que :

$$\text{Retrait (\%)} = \frac{\text{Changement - à - partir - de - l'état - humide}}{\text{Dimension - à - l'état - anhydre}} * 100 \quad (32)$$

$$\text{Gonflement(\%)} = \frac{\text{Changement - à - partir - de - l'état - anhydre}}{\text{Dimension - à - l'état - anhydre}} * 100 \quad (33)$$

Ainsi, le retrait et le gonflement peuvent être massiques, volumiques, radiaux tangentiels et longitudinaux (Koubaa, 2004).

3.3.4 Mesure de colorimétrie et de vieillissement accéléré

Le phénomène de dégradation des polymères aux rayons ultraviolets (UV) induit un changement de couleur (Matuana et al., 2001). C'est sur ce principe que se basent certaines normes, comme la ASTM G-154, pour simuler le vieillissement d'un matériau.

Le système CIELAB est un modèle de représentation des couleurs développé par la Commission Internationale de l'Éclairage (CIE), en 1976. Comme ce système correspond à un modèle à trois dimensions (L, a et b), il est représenté en coordonnées sphériques comme suit (Koleske, 1995) :

- l'axe L représente la luminance, qui va de 0 (noir) à 100% (blanc);
- la composante a représente la gamme de l'axe rouge au vert, en passant par le blanc si la luminance vaut 100%;
- la composante b représente la gamme de l'axe jaune au bleu, en passant par le blanc si la luminance vaut 100%.

Les colorimètres traditionnels imposent une valeur de L (0-100) et mesurent les valeurs de a (-128 à 127) et de b (-128 à 127) pour identifier une couleur. On définit ensuite la variation de couleur (ΔE) comme suit :

$$\Delta E = \sqrt{(\Delta L)^2 + (\Delta a)^2 + (\Delta b)^2} \quad (34)$$

En guise de référence, il est à noter que l'œil humain ne perçoit que des changements de couleur où le ΔE est supérieur à 2 (Valeur au bois, 2006).

CHAPITRE 4

ÉTABLISSEMENT DU PLAN DE RECHERCHE

4.1 Hypothèses de la recherche

Dans le cadre de cette recherche, la nature des fibres de bois sera représentée par des variations au niveau des propriétés chimiques de la fibre, de son essence ainsi que du procédé de défibrage dont elle est issue. Pour cela, nous considérons les hypothèses suivantes :

- l'ensemble des propriétés de mélange du polymère fondu varie en fonction de la nature des fibres avec lesquelles il est chargé;
- à des conditions similaires de mise en forme, notamment en extrusion, les CBP se comportent différemment en fonction de la nature des fibres;
- les propriétés physico-mécaniques des CBP extrudés varient en fonction de la nature des fibres avec lesquelles le polymère est chargé.

4.2 Objectifs de la recherche

L'objectif général du projet est d'évaluer le potentiel des fibres de bois ayant des caractéristiques intrinsèques différentes pour la production de CBP. Les objectifs spécifiques sont :

- d'évaluer les propriétés de mélange et le comportement des fibres de bois issues de trois procédés de défibrage différents (TMP, CTMP et Kraft) dans une matrice de PEHD;
- d'évaluer le potentiel des fibres papetières TMP, CTMP et Kraft dans la conception de CBP par le procédé d'extrusion;
- d'étudier l'effet de la nature des fibres, c'est-à-dire l'essence et le procédé de défibrage dont elles proviennent, dans le développement des propriétés des composites.

4.3 Matériel et méthodes

Notre matériel de base pour cette étude est une matrice de PEHD et trois types de fibres/trachéides, deux provenant d'essences de conifères et une autre provenant d'un feuillu. Le procédé expérimental comporte deux parties distinctes et successives suite à la préparation des fibres (Figure 4.1).

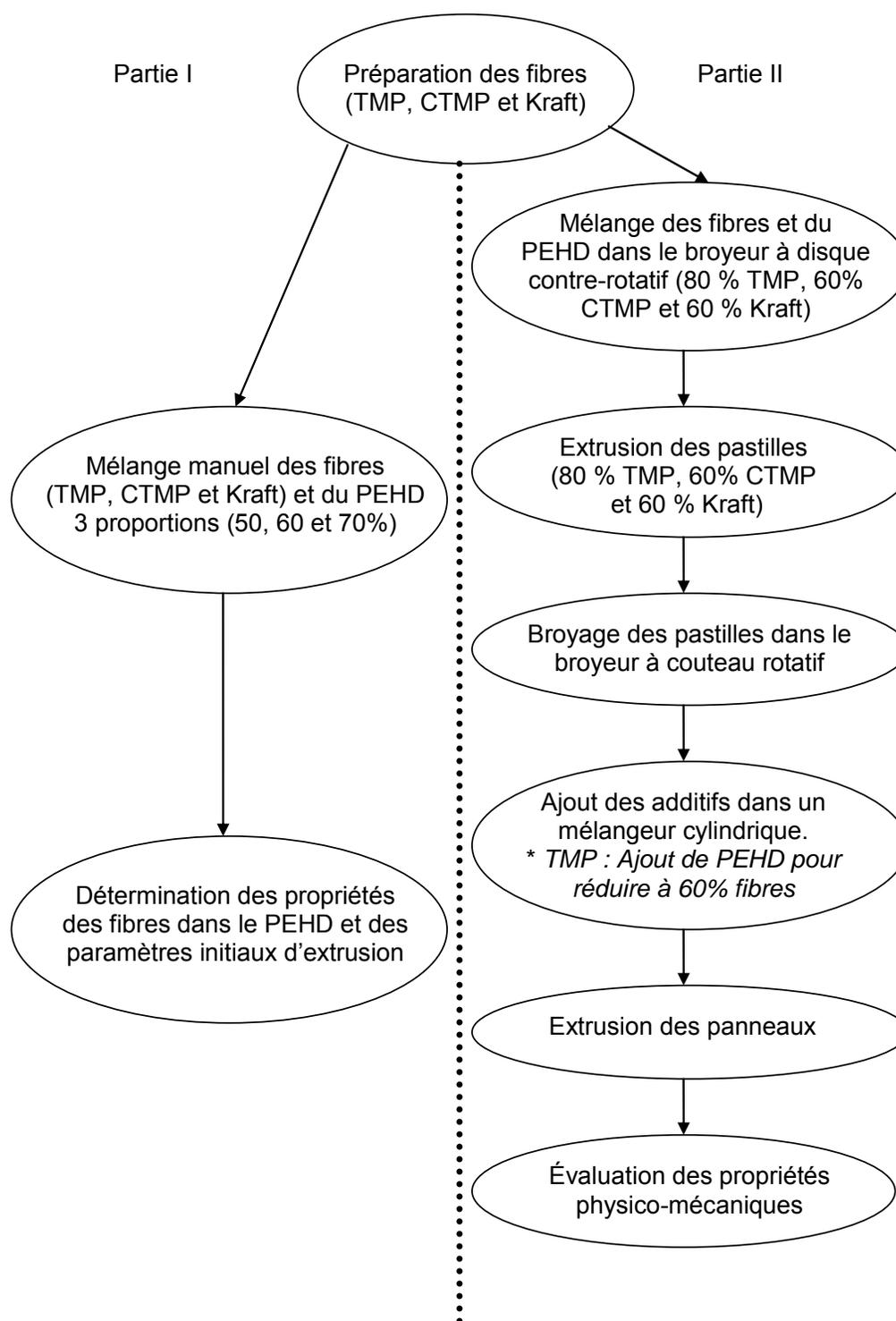


Figure 4.1 : Organigramme de la procédure expérimentale.

Les cinq principales étapes de la procédure expérimentales sont :

- la préparation des fibres;
- les essais dans un rhéomètre à torque;
- l'extrusion des pastilles;
- l'extrusion des panneaux;
- la caractérisation des propriétés physico-mécaniques et de la structure des composites.

4.3.1 Préparation des fibres

Les fibres de bois proviennent de trois papetières situées en Abitibi-Témiscamingue. Le tableau 4.1 présente une description des caractéristiques des fibres.

Tableau 4.1 : Description et caractéristiques des fibres utilisées.

Type de pâte	Origine	essence	Caractéristiques
Thermomécanique (TMP)	Abitibi-Consolidated, Amos	100% de copeaux résineux Sapin, Pin et épinette (SPF).	Indice d'écoulement (CFS) : 140 ml Longueur moyenne des fibres : 0,63 mm
Chimico-Thermomécanique (CTMP)	Tembec, Témiscaming	Bouleau blanc	CSF : 421 ml Longueur moyenne des fibres : 0,56 mm Blancheur : 83.6%
Pâte chimique Kraft	Tembec, Skookumchuk pulp division	100% résineux, Prédominance de pin et d'épinette	CFS : 692 ml Longueur moyenne des fibres: 1,26 mm. Blancheur : 88-93%

Les fibres des pâtes Kraft ont été reçues sous forme de feuilles de carton. Dans un premier temps, elles ont été broyées au laboratoire à l'aide d'un broyeur de type Nelmor sous un tamis de 3/8", pour ensuite être broyées dans un broyeur à marteau sous un tamis de 1/8". Les fibres CTMP ont été reçues sous forme de pâte sèche agglomérée. Elles ont également été défibrées à l'aide du broyeur Nelmor sous le tamis de 3/8", suivi de l'étape finale dans le broyeur à marteau sous un tamis 1/8". Les fibres des pâtes TMP sont issues du dernier stage de raffinage à une consistance d'environ 40-45% et ont préalablement été décantées et séchées au laboratoire. Après séchage, les fibres ont été broyées à l'aide du broyeur à marteau sous un tamis 1/8". La figure 4.2 présente la distribution des fibres obtenue dans un tamiseur Ro-Tap, suite à l'étape de communiton.

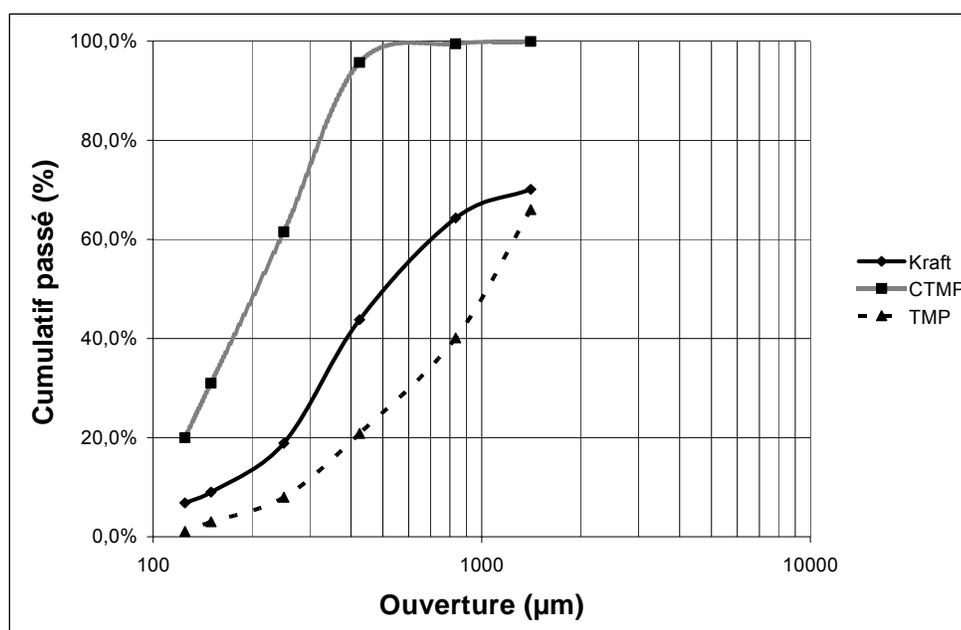


Figure 4.2 : Distribution des fibres broyées avec le broyeur à marteaux sous un tamis 1/8".

4.3.2 Essais dans un rhéomètre à torque

Le rhéomètre à torque, tel que présenté à la figure 4.3, est un outil permettant d'évaluer le comportement viscoélastique du polymère, avec ou sans fibres. Pour les essais au rhéomètre à torque, nous avons utilisé une matrice polymérique, le PEHD Petrothene LB 00-1000 de Equistar Chemical. Le PEHD utilisé était reçu sous forme de fines granules d'un blanc laiteux, d'un diamètre inférieur à 3 mm. Ce grade de PEHD possède une masse volumique de 0,952 g/cm³ et un indice de fluidité de 0,3 g/10min. Aucun additif ne fut utilisé dans le rhéomètre à torque, afin de limiter la variabilité à l'effet des fibres et de leur proportion.

On utilise ce type de rhéomètre pour trouver la température idéale pour mélanger le polymère et les fibres. Les essais ont permis de fixer à 180°C (température) et 20 rpm (Vitesse de rotation du rotor) les paramètres d'opérations optimums.

La norme ASTM D-2538 précise que la chambre à mixer du rhéomètre doit être remplie à 65-70% de sa capacité volumique maximale. Or, selon le volume des rotors (*Roller rotor Haake Rheomix 600p*) et la masse volumique des composites, les paramètres obtenus sont présentés dans le tableau 4.2.

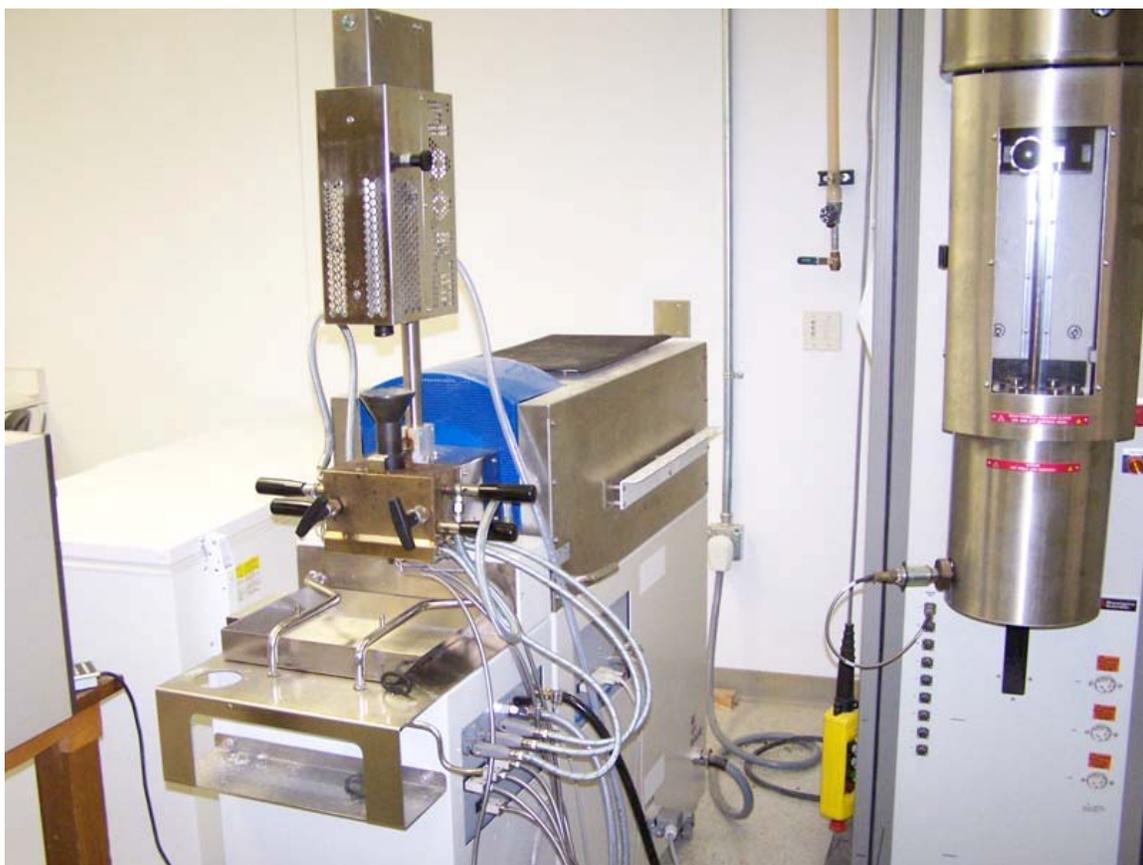


Figure 4.3 : Rhéomètre à torque du laboratoire de Washington State University.

Les données recueillies de l'évolution du couple en fonction du temps ont été analysées en utilisant la fonction « polyfit » de Matlab (Annexe 2). Étant donné l'instabilité observée à une proportion de 70% de fibres CTMP, certaines données de ces essais ont été supprimées des analyses.

Les résultats au rhéomètre à torque ont permis de sélectionner la proportion optimale de 60% de fibres de bois pour la fabrication des composites. Ainsi, lors

des étapes ultérieures de mise en pastille et d'extrusion, une seule proportion de fibres sera traitée.

Tableau 4.2 : Paramètres des essais au rhéomètre à torque.

Proportion des fibres (%)	Masse de HDPE (g)	Masse des fibres (g)	Température du rhéomètre (°C)	Vitesse de rotation des rotors (rpm)
0	46,0	0	160-180	20
50	23,0	23,0	180	20
60	18,4	27,6	180	20
70	13,8	32,2	180	20

4.3.3 Mise en pastilles (*compounding*)

Les fibres broyées ont été mélangées avec des granules de polymère vierge de polyéthylène à haute densité (PEHD), dans un broyeur à disques contre rotatif (*Attrition mill*) avec un espacement de 2-3 mm pour homogénéiser le mélange « fibres plastiques ». Un broyeur à disque contre rotatif a été utilisé au laboratoire de Washington State University (Figure 4.4).

La forte tendance d'agglomération des fibres CTMP et Kraft rendait impossible l'utilisation des mélangeurs rotatifs traditionnellement utilisés pour les CBP faits à partir de farine de bois. Le broyeur à disque rotatif sert donc

uniquement de mélangeur. La proportion massique des fibres utilisées est de 60% pour les fibres CTMP et Kraft et 80% pour les fibres TMP. La fabrication des pastilles a été réalisée dans une extrudeuse double-vis Cincinnati Milacron conique de 45 mm de diamètre, dont la figure 4.5 montre la zone d'alimentation.



Figure 4.4 : Broyeur à disque contre rotatif du laboratoire de Washington State University.



Figure 4.5 : Mélange contenant 60% de fibres Kraft et 40% de HDPE entrant dans la zone d'alimentation de l'extrudeuse Cincinati Milacron 45 mm.

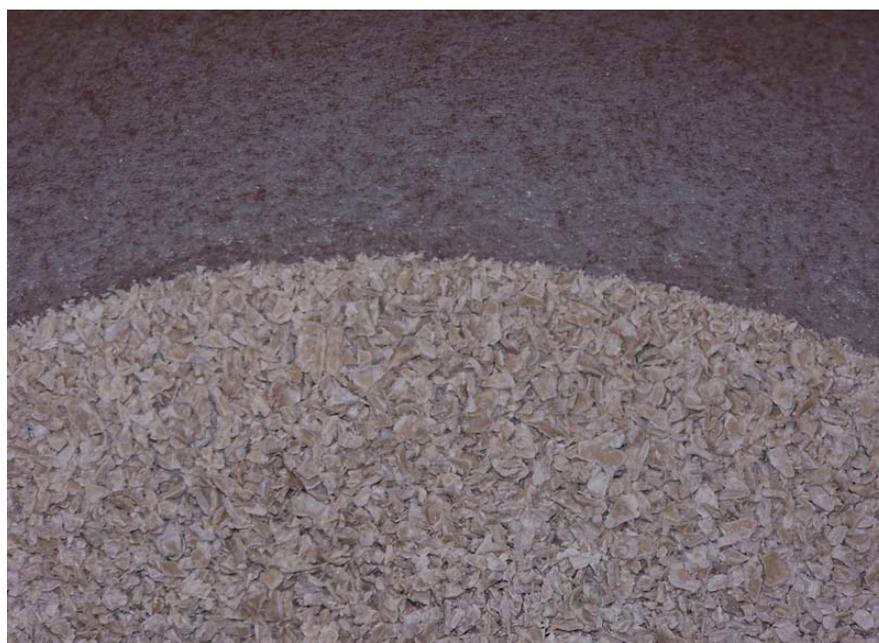


Figure 4.6 : Pastilles de PEHD chargées de 60% de fibres Kraft sortant du broyeur Nelmor.

Afin de réduire la compression des fibres et d'augmenter leur dispersion sans dégrader le polymère, la filière de l'extrudeuse fut retirée. Les paramètres de l'extrusion des pastilles ont été maintenus constants pour les trois types de fibres utilisés (Tableau 4.3). Aucun additif ne fut ajouté et l'agglomérat obtenu a nécessité une étape de broyage dans un broyeur à couteau rotatif de marque Nelmor sous un tamis de 3/8", pour l'obtention de pastilles (Figure 4.6). Les distributions de longueurs des pastilles obtenues sont illustrées à la figure 4.7. Notons que les fibres TMP ont moins tendance à s'agglomérer et retiennent un maximum de 20% de polymère dans le broyeur à disques contre-rotatif, ce qui explique le taux de 80% de fibres dans leurs pastilles. Des pastilles de polymère vierge ont donc été ajoutées pour réduire la proportion de fibres à 60% pour l'extrusion.

Tableau 4.3 : Paramètres de fabrication des pastilles obtenus dans l'extrudeuse Cincinnati Milacron 45 mm.

Paramètres de fabrication	Fibres Kraft, CTMP, TMP
Alimentation	Manuelle
Vitesse d'extrusion (RPM)	42
Température au thermocouple 1 (°C)	160
Température au thermocouple 2 (°C)	165
Température aux thermocouples 3 et 4 (°C)	170
Pression du vide (kPa)	0
Pression de sortie (kPa)	n.d.
Remarques	Aucune filière

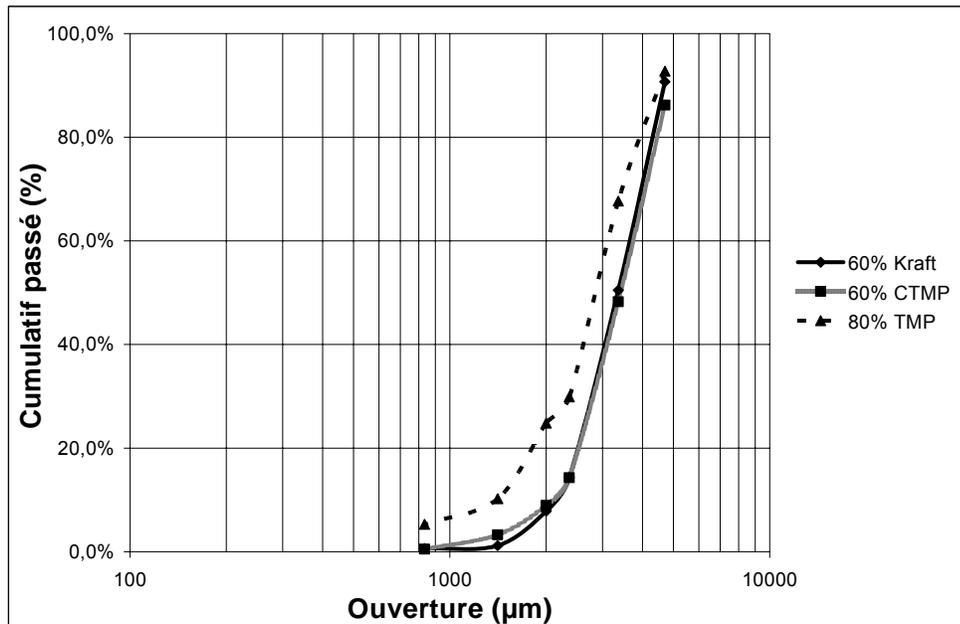


Figure 4.7 : Distribution granulométrique des pastilles « bois polymère » obtenues dans le broyeur Nelmor.

4.3.4 : Extrusion des panneaux

L'extrusion des panneaux fut faite à l'aide d'une extrudeuse conique Cincinnati Milacron contre-rotative avec des vis de 35 mm avec une filière rectangulaire de 1½" x 3/16" (38,1 mm x 4,8 mm). Cette extrudeuse possède les mêmes caractéristiques que l'extrudeuse utilisée pour la fabrication des pastilles hormis le fait que le diamètre des vis et la filière sont de tailles inférieures générant ainsi des panneaux de plus faibles dimensions. L'extrudeuse Cincinnati Milacron a été utilisée pour la mise en forme des composites (Figure 4.8).



Figure 4.8 : Extrudeuse Cincinnati Milacron du Laboratoire de Washington State University.

Pour les essais d'extrusion, nous avons utilisé la même matrice polymérique ainsi qu'un agent coupleur, le polyéthylène malaté (MAPE) P900 d'Equistar Chemical et un lubrifiant, le Stéarate métallique OP-100 d'Equistar Chemical. L'agent coupleur était reçu sous forme de pastilles jaunâtres aplaties, dont le diamètre variait de 1 à 5 mm, alors que le lubrifiant se retrouvait sous forme de poudre brunâtre.

La formulation des trois composites extrudés était la suivante : 60% de fibres, 35% de HDPE, 2% d'agent coupleur et 3% de lubrifiant. Avant de procéder

à l'extrusion, ces deux additifs ont été préalablement mélangés dans un mélangeur cylindrique avec les paramètres spécifiques d'extrusion (Tableau 4.4). Il est à noter que les pressions en bout de vis présentées dans le tableau 4.4 sont proportionnelles aux vitesses de rotation indiquées. De l'utilisation de ces paramètres (Tableau 4.4), nous avons obtenu des panneaux extrudés avec une excellente qualité de surface (Figure 4.9). En fait, la qualité de la surface est souvent associée à la bonne dispersion des fibres et des additifs dans la matrice. Par contre, quand la dispersion des fibres et des additifs (particulièrement du lubrifiant) dans la matrice est moindre, il est difficile de stabiliser le procédé, ce qui engendre une rugosité en surface des panneaux obtenus. Ce phénomène est mieux connu sous le nom « peau de requin » (Figure 4.10).

Tableau 4.4 : Paramètres d'extrusion à l'extrudeuse Cincinnati Milacron 35 mm.

Paramètres de fabrication	Kraft	CTMP	TMP
Alimentation	Manuelle	Manuelle	Manuelle
Vitesse d'extrusion (RPM)	5-20	5-20	5-10
Température au thermocouple 1 (°C)	160	160	160
Température aux thermocouples 2 à 4 (°C)	160	160	160
Température aux thermocouples 5 et 4 (°C)	170	170	170
Pression du vide (kPa)	-300	-300	-300
Pression de sortie (MPa)	2,4-5,5	3,4-6,9	2,8-4,1

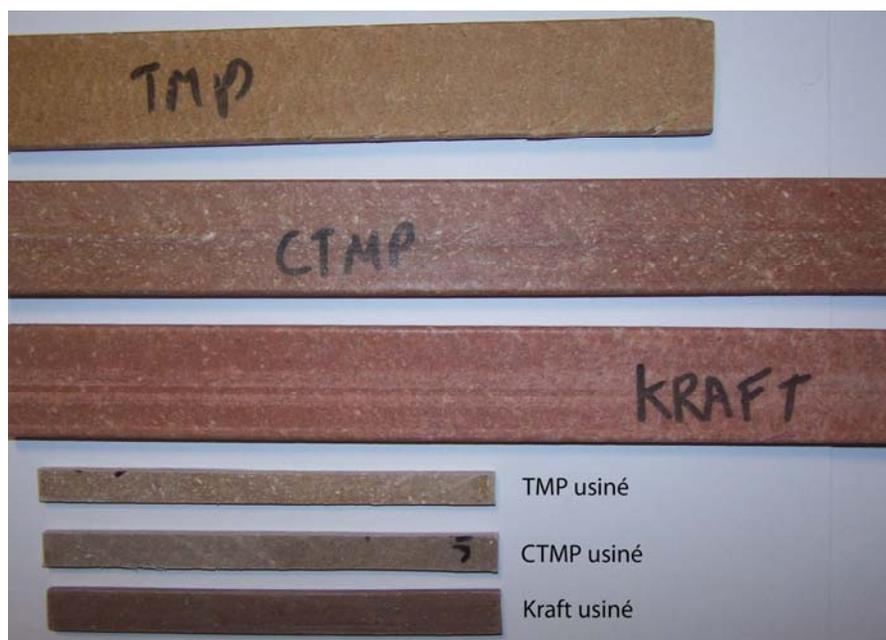


Figure 4.9 : Exemples de CPB extrudés dans les laboratoires de Washington State University.



Figure 4.10 : Exemple de peau de requin sur un CPB extrudé dans les laboratoires de Washington State University.

4.3.5 Caractérisation des propriétés physico-mécaniques et de la structure des composites

Lors de la conception de tout objet, on choisit les matériaux en fonction des propriétés que l'on recherche. Le bois est autant utilisé pour son apparence esthétique que pour ses propriétés mécaniques. Quant aux plastiques, on les utilise pour leur facilité de mise en forme, leur légèreté et leurs propriétés rhéologiques. L'idée derrière la création de composites bois polymères est de combiner ces deux types de matière première pour générer des matériaux à caractère unique. La meilleure méthode pour comparer les propriétés obtenues aux autres matériaux réside dans les essais normés. Le tableau suivant introduit quelques normes selon leur domaine respectif.

Tableau 4.5 : Essais normés classés selon leur domaine respectif.

Domaine du bois	
ASTM D 1037	Propriétés physico-mécaniques du bois
ASTM D 2395	Mesure de la densité
ASTM D 4442	Mesure de l'humidité
ASTM D 7031	Propriétés physico-mécaniques des CBP.
ASTM G 154	Essai de vieillissement accéléré
Domaine des plastiques	
ASTM D 256	Résilience Izod
ASTM D 638	Mesure des propriétés en tension
ASTM D 790	Mesure des propriétés en flexion
ASTM D 2396, ASTM D 2538	Propriétés mesurées par rhéomètre à torque

Tout d'abord, un microscope électronique à balayage (MEB) fut utilisé pour observer la structure des panneaux. Les échantillons provenant des panneaux extrudés ont été usinés en petits cubes d'environ 5 mm, avant d'être observés selon les vues de plan, de profil et d'élévation. Des images représentatives ont ensuite été sauvegardées selon différentes échelles.

Les essais de stabilité dimensionnelle et d'absorption d'eau ont été effectués à partir de la norme ASTM D 7031 (ASTM D 1037 adaptée aux composites) et les mesures ont été prises jusqu'à quatre mois d'immersion. Les échantillons provenaient des panneaux extrudés et avaient les dimensions de l'extrudât (38,1 mm x 4,8 mm) sur une longueur de 15 cm.

Les propriétés mécaniques ont été mesurées sur une presse universelle de marque Zwick (Figure 4.11) et les notions théoriques se retrouvent dans la section 3.2. Les essais de traction ont été effectués selon la norme ASTM D 638. Les échantillons ont été usinés à partir des panneaux extrudés selon les dimensions des éprouvettes de type 4, comme le recommande la norme pour les matériaux composites. La vitesse des essais fut maintenue constante à 5 mm/min, tel que précisé dans cette norme.

Les essais de flexion simple ont été effectués selon le standard ASTM D 790. Les échantillons ont été usinés aux dimensions suivantes : 5,6 mm

d'épaisseur (h), 13,6 mm de largeur (b) et 11,2 cm de longueur. La vitesse des essais fut maintenue à 0,06 mm/min avec un espacement entre les appuis de 90 mm, tel qu'indiqué dans la norme.

Pour les essais de dureté, la norme ASTM D 1037 fut utilisée. Cependant, le module de dureté fut déterminé à une profondeur de 4 mm de la bille Janka. Les échantillons étant trop minces, ils subissaient parfois une rupture avant d'atteindre la profondeur de 5,64 mm prescrite par la norme. Les essais de résilience Izod entaillés ont été faits dans un laboratoire externe selon la norme ASTM D 256. Les résultats et précisions se retrouvent dans l'annexe 3.



Figure 4.11 : Banc d'essais de flexion sur la presse d'essais universelle Zwick.

Finalement, les essais de vieillissement accéléré ont été effectués selon le standard ASTM G 154, dans une chambre de conditionnement à l'Université Laval. La source lumineuse UV variait d'intensité selon un cycle d'exposition de quatre heures, qui fut répété pendant deux mois. Un spectrophotomètre de marque *Color-Guide* fut utilisé à intervalles réguliers pour mesurer le changement de couleur subi par les échantillons au cours des essais de vieillissement. Tout comme pour les essais de dureté et de stabilité dimensionnelle, les échantillons avaient les dimensions suivantes : 15 cm x 38,1 mm x 4,8 mm. Les notions théoriques utilisées dans l'analyse des résultats ont été présentées dans la section 3.4.4.

4.4 Analyses des résultats

Dans un premier temps, des fibres de trois natures différentes (TMP, CTMP et Kraft) à trois proportions (50%, 60% et 70%) ont été utilisées dans un rhéomètre à torque. De ces résultats, une seule proportion (60%) de fibres communes a été retenue pour l'extrusion et l'évaluation des propriétés physico-mécaniques, qui constituent la seconde partie du projet. L'analyse des résultats sera faite à partir de la compilation des moyennes et des écarts-types et de comparaisons multiples. La procédure *glm* du logiciel SAS, ainsi que le test de F (Fisher), ont été utilisés pour vérifier si les paramètres ont un effet significatif, tel que le présente l'annexe 4.

CHAPITRE 5

RÉSULTATS

5.1 Propriétés de mélange du PEHD chargé de fibres

Les essais au rhéomètre à torque révèlent que la température idéale pour mélanger les fibres dans le polyéthylène haute densité (PEHD) est de 180 °C. Ceci correspond à la température où le polymère est le plus fluide, mais ne se dégrade pas après 30 minutes dans le rhéomètre à torque. Le PEHD fondu est un fluide rhéofluidifiant pouvant être approximé par la loi de puissance ($\eta = 24900\dot{\gamma}^{1-0.40}$). La courbe de viscosité dans un rhéomètre capillaire suit le modèle théorique (Figure 5.1). Cette courbe a été obtenue suite aux calculs présentés dans la section 3.1.2. La valeur de R^2 (0,919) indique une forte corrélation entre le modèle théorique et les données expérimentales. Le script *Matlab* permettant d'évaluer les paramètres η_0 et β se retrouve à l'annexe 2.

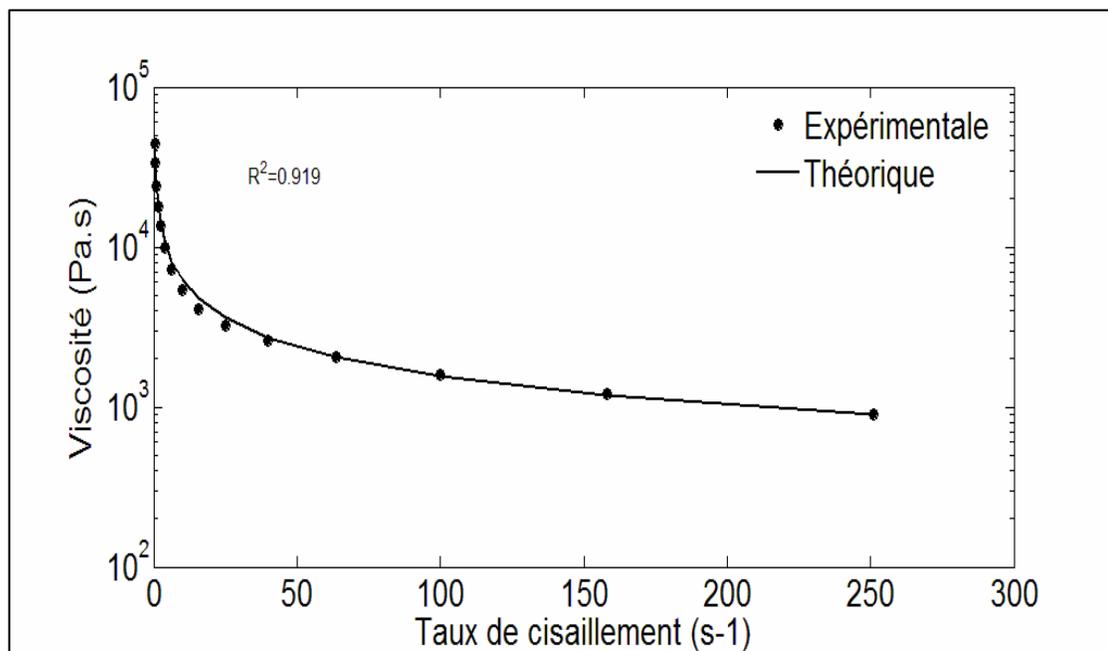


Figure 5.1 : Propriétés du PEHD dans un rhéomètre capillaire à 180°C.

Les courbes de variation du couple dans le rhéomètre à torque du PEHD à 160, 180 et 200°C, se caractérisent par une énergie mécanique requise faible et des temps d'alimentation, de fonte et de mélanges rapides (Figure 5.2). Cette variation correspond à la variation typique du couple d'un polymère dans un rhéomètre à torque, tel que présenté au chapitre 3 (Figure 3.2). Dans le cas du polymère vierge (Figure 5.2), on observe un temps court d'alimentation d'environ une minute (*zone d'alimentation*), un temps de mélange d'environ 5 à 6 minutes (*zone de fusion et de mélange*) et ensuite, le profil devient constant et le couple se stabilise (*zone stabilisée*). Un examen des courbes présentées à la figure 5.2

montre un signe évident de dégradation qui apparaît à 200°C. Le couple recommence à augmenter après s'être stabilisé à environ 7 minutes.

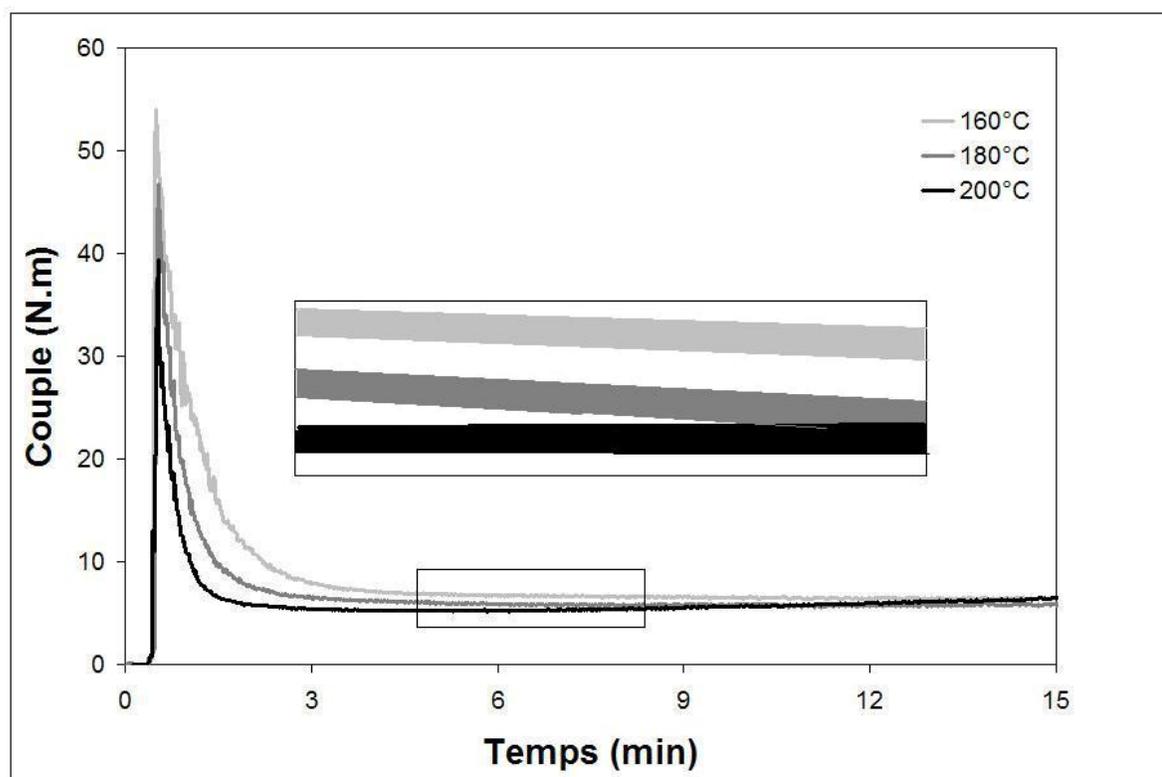


Figure 5.2 : Couple mesuré en fonction du temps du PEHD dans le rhéomètre à torque à 20 rpm de 160 à 200°C.

L'aire sous la courbe du couple en fonction du temps représente l'énergie mécanique requise. Lors de l'addition de fibres, on constate que les valeurs des couples maximums et stables varient peu, mais que l'énergie mécanique requise est nettement supérieure au PEHD utilisé seul (Figure 5.3, 5.4, et 5.5). On observe que la proportion et la nature des fibres (TMP, CTMP et Kraft) modifient les propriétés des mélanges « polymère fibres » dans le rhéomètre à torque.

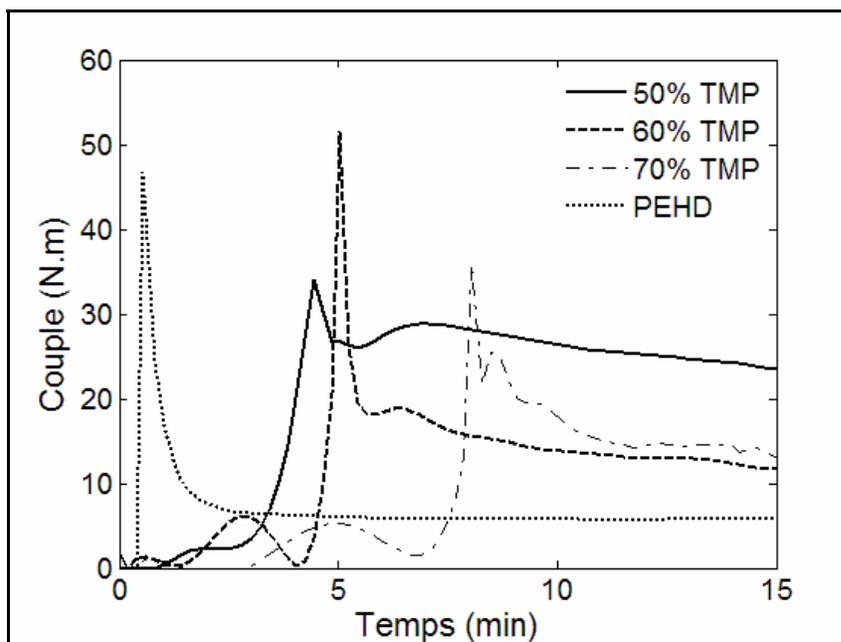


Figure 5.3 : Couple mesuré en fonction du temps pour le PEHD chargé de fibres TMP sous différentes proportions à 180°C et 20 rpm dans le rhéomètre à torque.

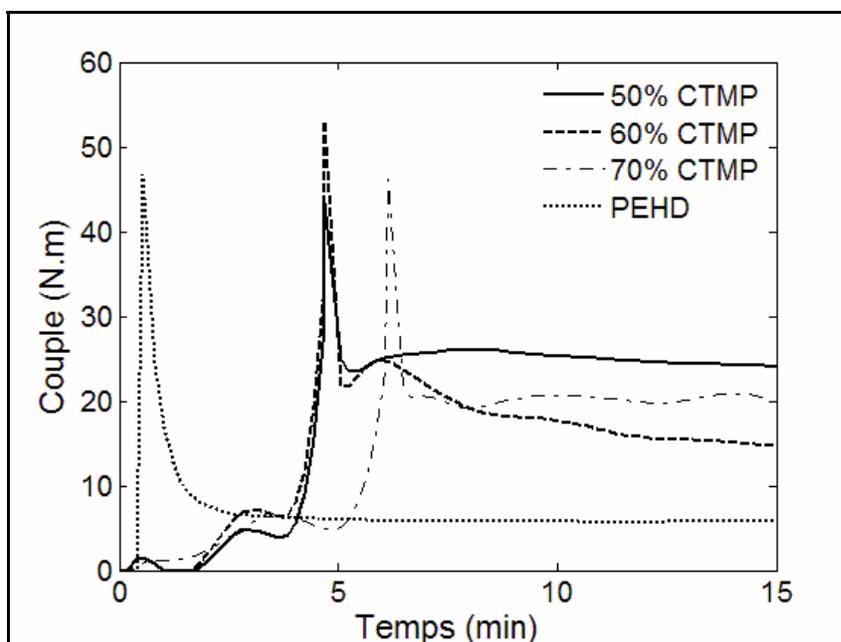


Figure 5.4 : Couple mesuré en fonction du temps pour le PEHD chargé de fibres CTMP sous différentes proportions à 180°C et 20 rpm dans le rhéomètre à torque.

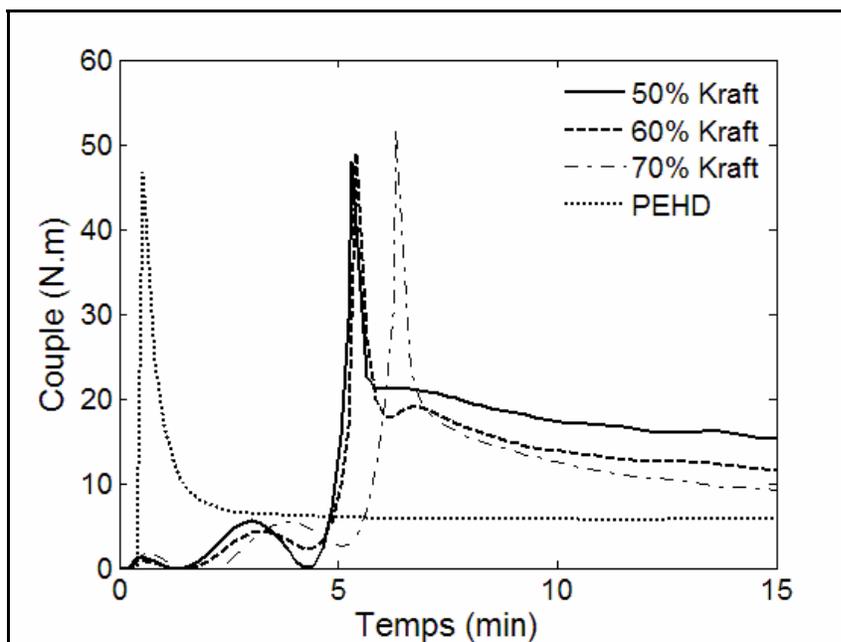


Figure 5.5 : Couple mesuré en fonction du temps pour le PEHD chargé de fibres Kraft sous différentes proportions à 180°C et 20 rpm dans le rhéomètre à torque.

Tableau 5.1 : Propriétés du PEHD chargé avec différentes fibres de papier dans un rhéomètre à torque à 20 rpm et 180°C.

Charge (%)	Temps d'alimentation (min)	Temps de mélange (min)	Couple maximum (N.m)	Couple stable (N.m)	Viscosité apparente (kPa.s)	Viscosité au point de fusion (kPa.s)	Énergie mécanique au mélange (kJ)	Puissance mécanique requise (W)
PEHD								
0	0,5	5	46,7	5,8	16,7	-	17,4	97,8
TMP								
50	3,3	6	34,1	20,3	58,4	98,2	61,8	71,4
60	5,0	6	51,6	10,7	30,8	148,5	37,6	108,1
70	5,5	6	36,1	11,6	33,4	103,8	36,8	75,5
CTMP								
50	3,8	8	43,5	8,0	23,0	125,1	31,2	91,0
60	3,9	10	53,0	10,0	28,8	152,6	70,9	111,1
70	4,8	-	48,8	-	-	140,5	-	102,2
Kraft								
50	5,0	6	47,9	15,3	44,0	137,9	61,8	100,3
60	5,3	7	49,0	10,5	30,2	140,9	37,6	102,5
70	5,4	8	51,9	8,1	23,3	149,2	36,8	108,6

On observe tout d'abord un écart très important pour le temps d'alimentation et l'énergie mécanique requise entre les courbes utilisant le polymère vierge et celles contenant différentes proportions de fibres (Figure 5.3, 5.4, et 5.5). Aussi, du tableau 5.1, on observe que plus on augmente la proportion des fibres, plus l'alimentation est lente. Le temps de mélange varie de 6 à 10 minutes, en fonction du type de fibres et de leur proportion. On constate que les fibres résineuses (TMP et Kraft) se mélangent plus rapidement que les fibres de bouleau (CTMP). À une proportion de 70% de fibres CTMP, le couple du mélange « bois polymère » réagit de manière différente entre chaque répétition et les fibres ne se dispersent plus dans la matrice. Ce comportement instable indiquerait que le polymère ne peut accepter une proportion massique de 70% de fibres CTMP pour obtenir un mélange homogène.

L'expérience démontre aussi qu'une augmentation de la vitesse de rotation des vis engendre une meilleure dispersion des fibres. Les fibres TMP sont les plus faciles à mélanger et à disperser. On constate qu'elles absorbent plus rapidement l'énergie mécanique (6-10 kJ/min) que les fibres CTMP (4-7 kJ/min) et Kraft (5-7 kJ/min), jusqu'à l'obtention du couple stabilisé. Cependant, les essais d'extrusion à des vitesses supérieures à 100 rpm ont démontré le phénomène inverse.

Côté procédé, on observe que la puissance mécanique requise pour mélanger le polymère n'excède pas 15 % en présence de fibres (Tableau 5.1).

Toutefois, l'énergie mécanique requise pour fondre et mélanger les composites est de 2 à 4 fois supérieure en présence de fibres et varie en fonction de la nature et des proportions. Les résultats révèlent qu'en présence de fibres, la puissance mécanique doit être maintenue plus longtemps pour mélanger et fondre les composites. De manière plus spécifique, on observe qu'une augmentation des quantités de fibres engendre une réduction des énergies mécaniques requises pour mélanger les fibres TMP et Kraft. Chez les fibres CTMP, on observe le phénomène inverse.

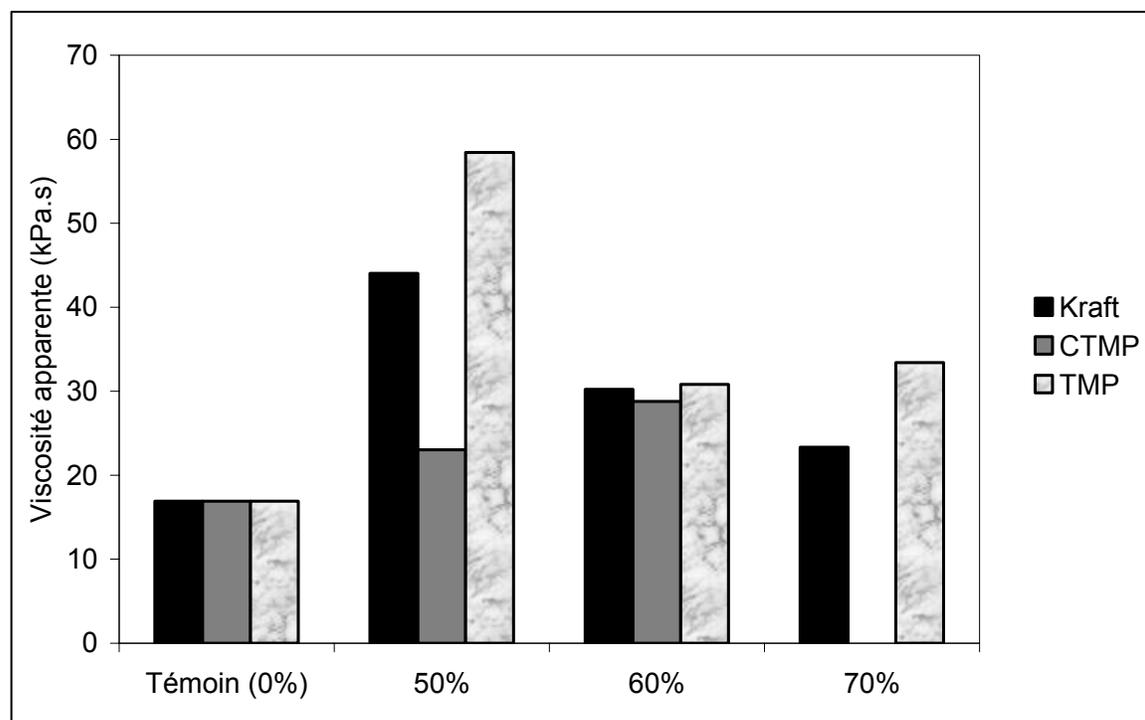


Figure 5.6 : Viscosité apparente des différents composites étudiés dans le rhéomètre à torque à 180°C et 20 rpm sous différentes proportions de fibres.

On peut aussi supposer que toutes les valeurs de viscosité apparente en fonction de la proportion des fibres suivront une tendance pseudo parabolique (Figure 5.6), c'est-à-dire que la viscosité apparente augmente avec la proportion des fibres jusqu'à un certain niveau et ensuite rechute. L'hypothèse la plus plausible de cette rechute serait que le volume occupé par les fibres devient trop important et la surface mouillée de l'interaction polymère/fibres diminue au profit d'interactions fibres/fibres, ce qui engendrerait un accroissement du phénomène de glissement. Aussi, chez les fibres CTMP, une instabilité fut observée au-delà de 60% de fibres, c'est-à-dire que le polymère cesse de se mélanger adéquatement aux fibres et la viscosité apparente varie beaucoup d'un essai à l'autre. Chez les fibres TMP, la tendance du profil de viscosité apparente est encore moins parabolique, puisque qu'on observe un léger accroissement de 60 à 70% de fibres, ce qui s'expliquerait par l'approche d'une instabilité telle qu'observée chez les fibres CTMP.

5.2 Mise en forme

La majorité des paramètres optimums d'extrusion sont présentés dans le chapitre 4. Cependant, une stratégie expérimentale fut utilisée pour l'obtention de ces paramètres. Ce mémoire vise l'évaluation de l'effet de la nature des fibres sur les propriétés résultantes des composites bois polymères. Pour ce faire, les méthodes employées doivent conserver un maximum de paramètres constants,

afin de limiter la variabilité des résultats uniquement à la nature des fibres. Or, les principes suivants ont été adoptés :

- les profils de température des extrudeuses devaient être les mêmes pour chacune des trois fibres étudiées;
- la dispersion des fibres était le premier critère considéré pour régir la qualité des produits finis. L'alignement des fibres constitue le second critère;
- pour éviter une dégradation des polymères et des fibres, les profils de température ont été légèrement baissés lors d'une augmentation des vitesses de rotation;
- lorsqu'une fibre nécessite un traitement particulier, les autres fibres doivent subir ce même traitement;
- les quantités d'additifs sont fixes pour chacun des composites extrudés et ont été ajoutés uniquement à l'étape d'extrusion des panneaux.

Cette démarche expérimentale révèle, entre autres, les particularités suivantes concernant chacun des types de fibres utilisées :

- TMP : ces fibres génèrent les pressions en bout de vis les plus grandes. Elles seraient facilement extrudables en une seule étape, mais nécessiteraient une attention particulière à l'alimentation. Les fibres étant plus légères que le

polymère, elles ont tendance à se dissocier dans la trémie d'alimentation, réduisant ainsi la constance du produit;

- CTMP : malgré leur forte tendance à s'agglomérer entre elles, ces fibres s'extrudent très bien. Cependant, elles sont très sensibles aux efforts de compression provenant de la vis de la trémie d'alimentation. Une fois comprimées, les fibres ne se dispersent lors de l'extrusion;
- Kraft : ces fibres sont sans contredit les plus difficiles à extruder. Elles sont beaucoup trop légères pour entrer d'elles-mêmes dans une extrudeuse. Une forte énergie statique agglomère les fibres entre elles. La seule méthode d'extrusion fut d'emprisonner le polymère à l'intérieur des amas de fibres dans un broyeur à disque contre-rotatif. Une conclusion partielle des résultats expérimentaux serait que le procédé d'extrusion conventionnel ne serait pas envisageable pour la fabrication de composites à partir de ce type de fibres. L'alimentation manuelle est requise avec une attention particulière, mais le taux de production demeure très lent, ce qui implique indirectement un temps de séjour en extrusion long.

Les résultats en extrusion indiquent que, lorsqu'on réduit la pression en bout de vis et qu'on augmente la vitesse de rotation des vis, on favorise la dispersion des fibres et leur alignement dans le panneau produit.

Les fibres de papier ont donc besoin de deux phénomènes contradictoires au procédé d'extrusion traditionnel pour produire un panneau avec les qualités désirées. D'une part, elles requièrent l'espacement supérieur à l'alimentation d'une extrudeuse conique. D'autre part, elles nécessitent une faible pression en bout de vis, combinée à de fortes vitesses de rotation, pour augmenter la dispersion des fibres. Ces besoins sont notamment plus grands lorsque les fibres ont subi un traitement chimique, comme dans le cas des fibres CTMP et Kraft. C'est d'ailleurs ces résultats qui justifient l'utilisation d'un procédé en deux étapes. La première étape fut la fabrication de pastilles dans une extrudeuse conique en utilisant la vitesse maximale de rotation de la machine. Afin d'éviter les fortes pressions en bout de vis, la filière fut enlevée. La seconde étape fut l'extrusion d'un panneau de manière traditionnelle, puisque les fibres sont mélangées de façon homogène dans le polymère, comme suite à la première étape.

5.3 Propriétés physico-mécaniques

5.3.1 Structure des panneaux

Afin d'évaluer la dispersion des fibres et leur alignement, nous avons analysé la structure des CBP à l'aide de la microscopie électronique. Les structures des CBP issus des trois fibres papetières sont présentées aux figures 5.7 et 5.8. Les vues de plan et d'élévation présentées dans ces deux figures

facilitent la projection en trois dimensions de la disposition des fibres dans le matériau composite.

De ces figures, on voit que l'extrusion aplatit les trachéides lors de la mise en forme des composites. On observe aussi un alignement préférentiel des fibres dans le sens de l'écoulement du polymère, ce qui est plus facile à obtenir à partir des fibres papetières que des farines de bois. Les vues de plan et de profil offrent des vues relativement similaires, puisqu'elles sont toutes deux dans le sens de l'écoulement du polymère.

Dans le cas des figures où les fibres sont bien dispersées, on voit qu'elles sont agglomérées entre elles dans la matrice polymérique, alors que lorsque la dispersion est moindre, les fibres sont facilement dissociables et pas toutes adhérentes au polymère. Ces observations visuelles peuvent aussi être faites à l'œil nu, car les composites avec une mauvaise dispersion des fibres ont de petites sphères blanchâtres de papier en surface. Il est toutefois difficile d'identifier le type de fibres (TMP, CTMP et Kraft) dans la matrice de PEHD par simple observation au microscope électronique, puisqu'il est difficile de voir des fibres entières et qu'elles ont sensiblement les mêmes tailles.

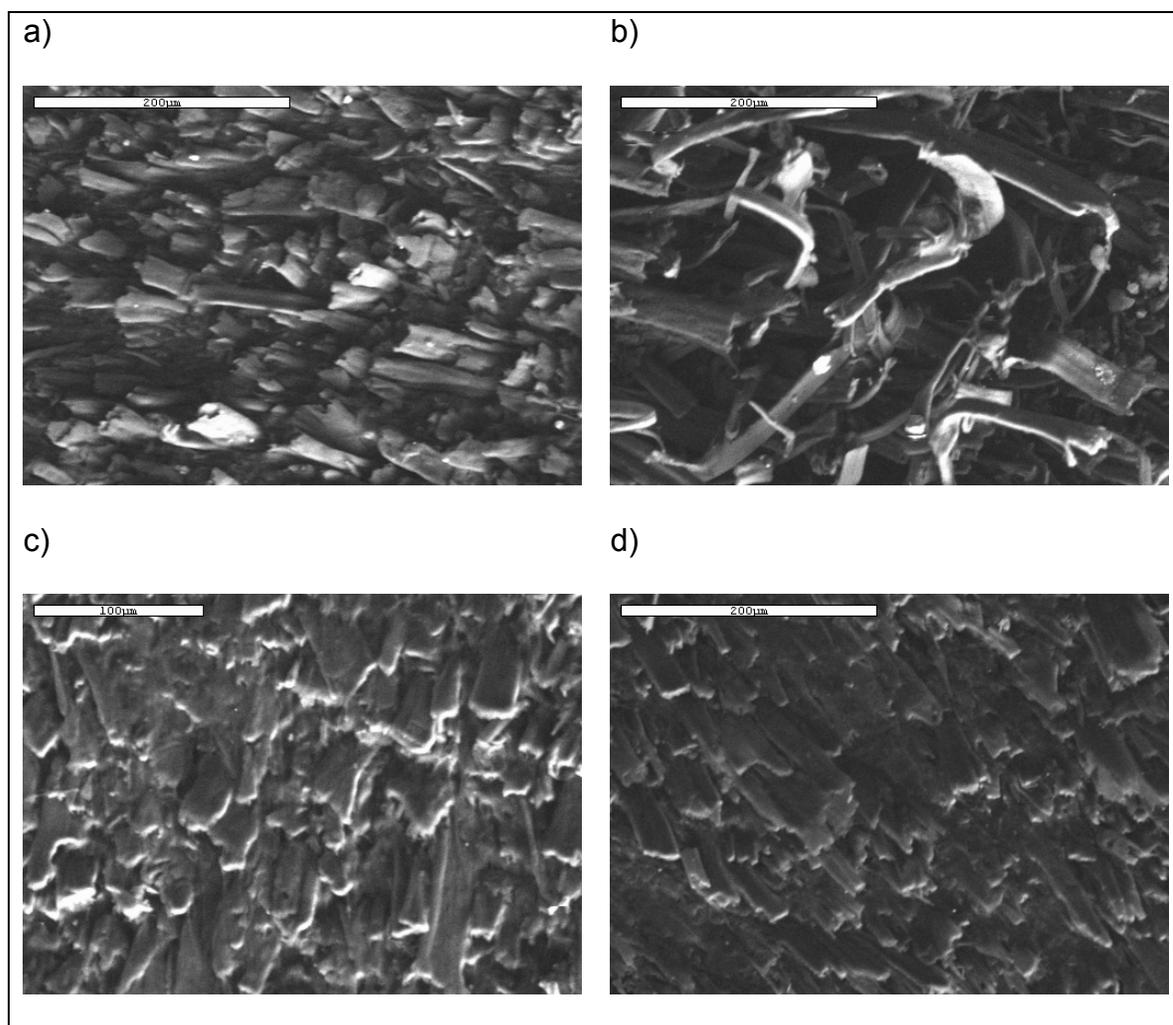


Figure 5.7 : Vue d'élévation à 300 X des CBP extrudés contenant 60% de fibres.

- a) CTMP (bonne dispersion)
- b) CTMP (mauvaise dispersion)
- c) Kraft
- d) TMP

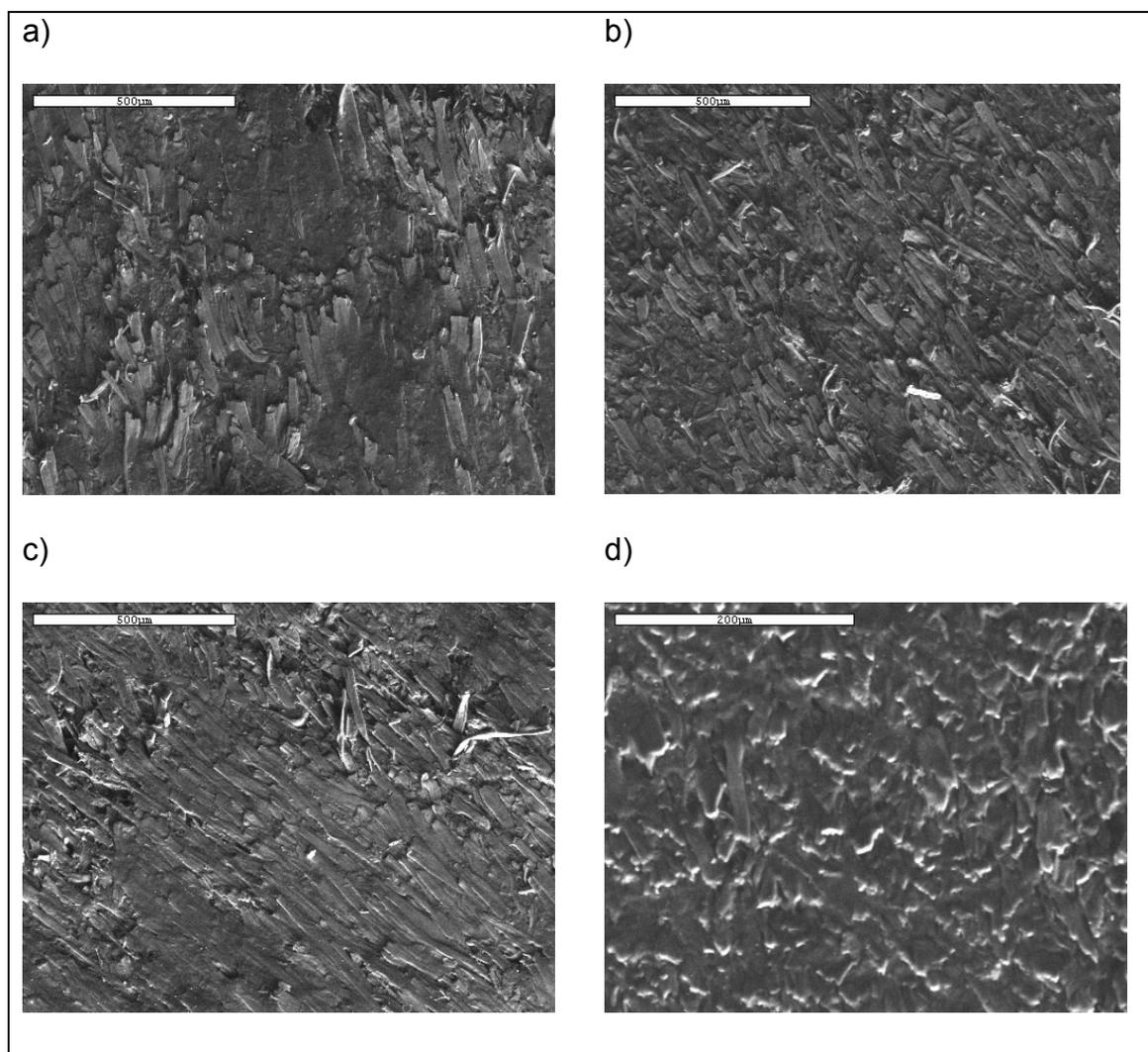


Figure 5.8 : Vue de plan des CBP extrudés contenant 60% de fibres.

- a) TMP à 100x
- b) CTMP à 100x
- c) Kraft à 100x
- d) Kraft à 300x

5.3.2 Densité des panneaux

Les analyses au densitomètre à rayon X démontrent que les profils de densité des panneaux sont assez constants (Figure 5.9). Ces profils permettent entre autres d'évaluer la constance et la qualité des panneaux extrudés.

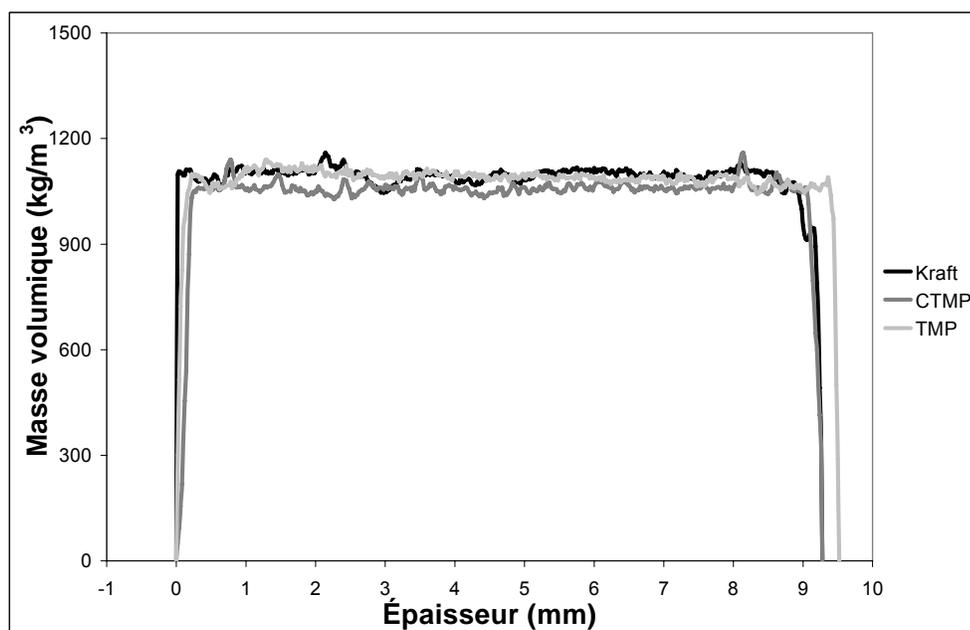


Figure 5.9 : Masse volumique en fonction de l'épaisseur des CBP extrudés contenant 60% de fibres.

La densité moyenne des panneaux chargés de fibres CTMP (1018 kg/m^3) est inférieure à celle des panneaux chargés de fibres résineuses Kraft (1086 kg/m^3) et TMP (1080 kg/m^3). Nous verrons dans la section suivante qu'une augmentation de la densité des panneaux réduit l'absorption d'eau et augmente la stabilité dimensionnelle.

5.3.3 Stabilité dimensionnelle et absorption d'eau

Les changements en volume et l'absorption d'eau en fonction du temps d'immersion sont présentés aux figures 5.10 et 5.11. Ces illustrations montrent des variations importantes du volume et de la quantité d'eau absorbée en fonction du temps d'immersion et de la nature des fibres. Les courbes d'hystérésis permettent de représenter les gains de volume en fonction des gains de poids, suite à l'absorption d'eau (Figure 5.12 et 5.13).

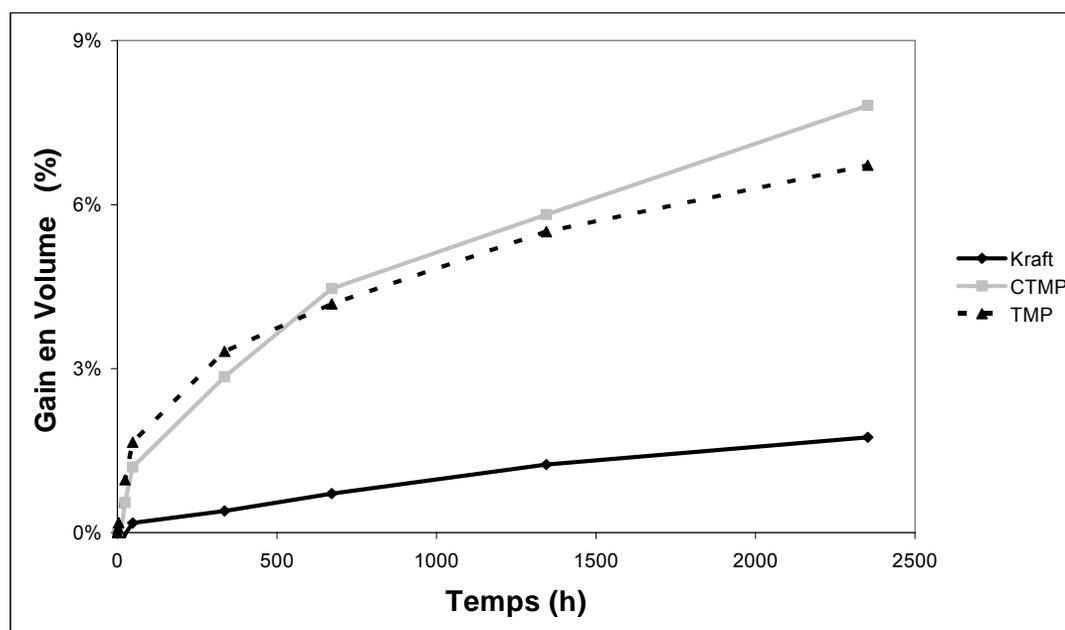


Figure 5.10 : Gain en volume en fonction du temps d'immersion dans l'eau pour chacun des trois types de panneaux composites extrudés avec 60% de fibres.

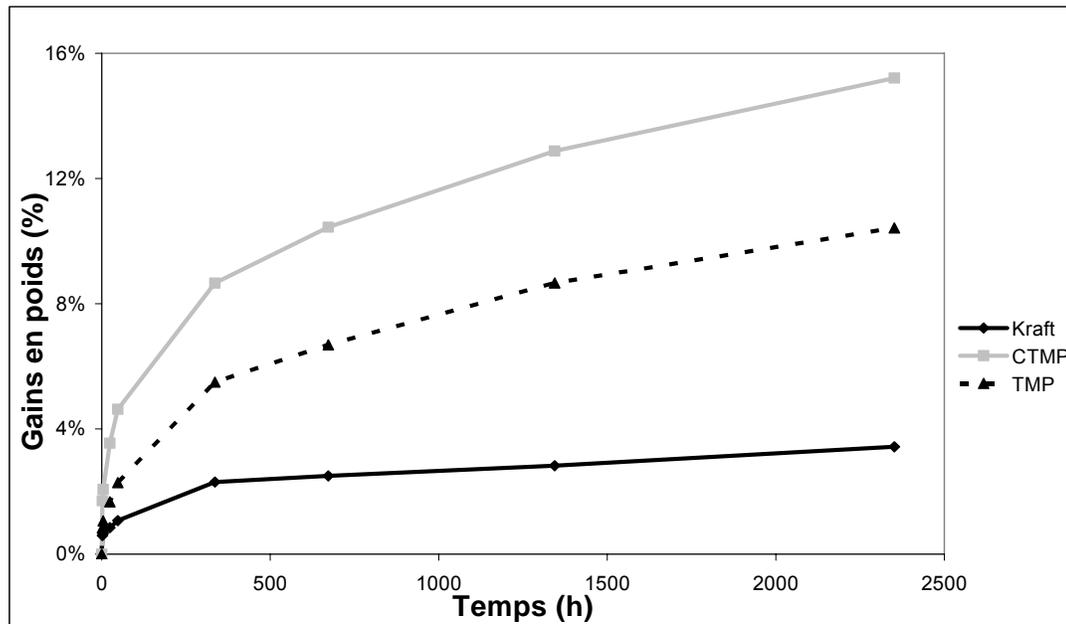


Figure 5.11 : Absorption massique d'eau en fonction du temps d'immersion dans l'eau pour chacun des trois types de panneaux composites extrudés avec 60% de fibres.

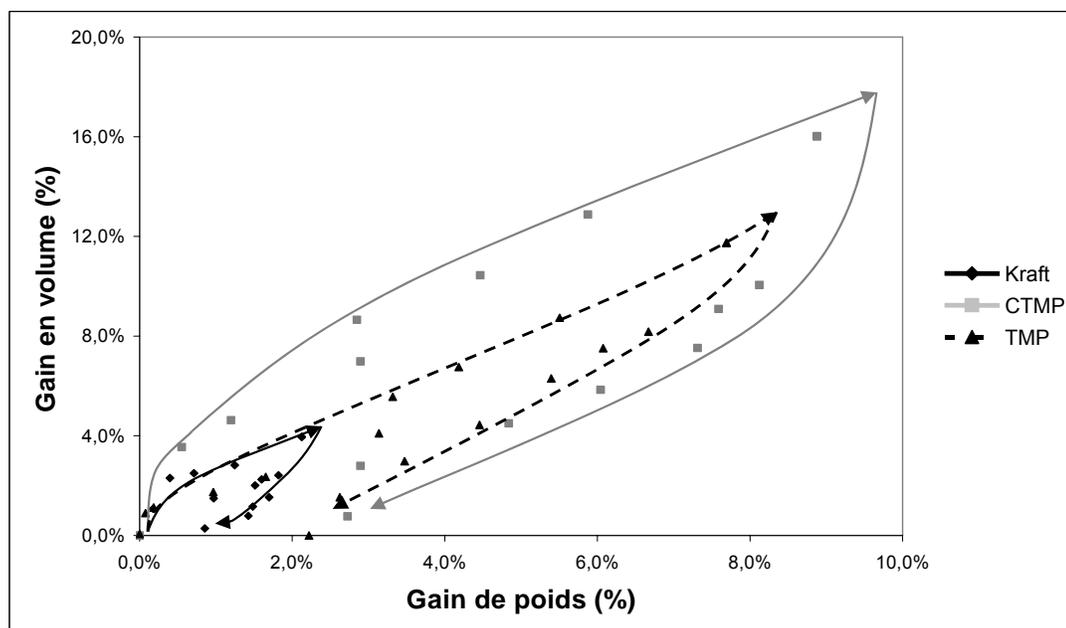


Figure 5.12 : Courbe d'hystérésis des composites chargés de 60% de fibres issus de trois procédés papetiers.

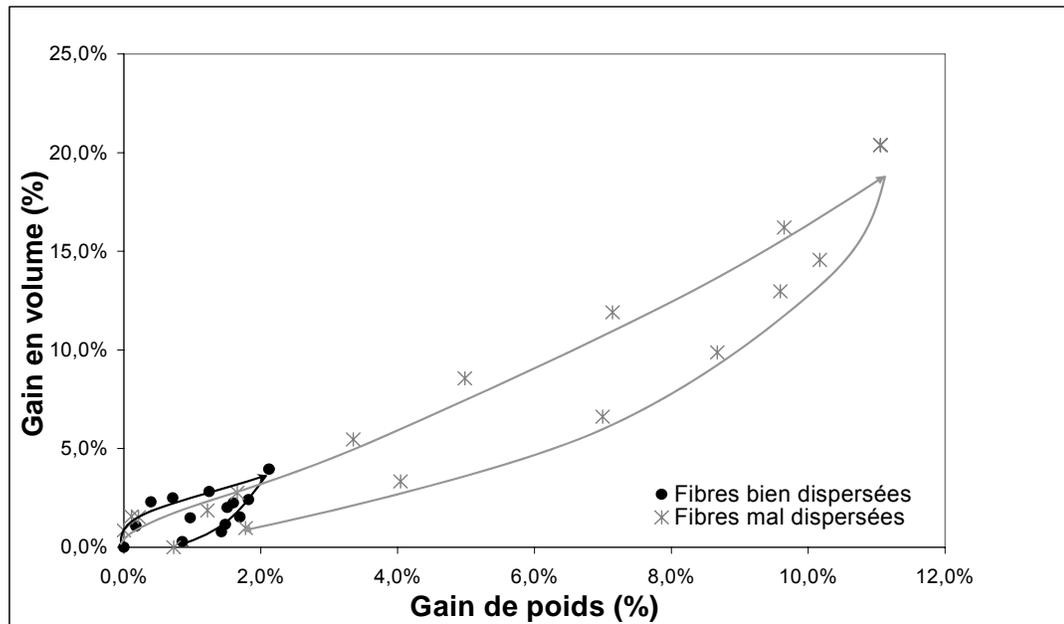


Figure 5.13 : Courbe d'hystérésis pour les CBP chargés avec 60% de fibres Kraft en fonction de la qualité de dispersion des fibres dans les panneaux.

De ces figures, on observe que les composites chargés de fibres Kraft riches en cellulose sont les plus stables dimensionnellement. Ils absorbent moins d'eau, gonflent moins et leur courbe d'hystérésis (Figure 5.12) offre une surface nettement inférieure. Ces résultats semblent contradictoires avec la logique, puisque la cellulose est la principale composante hydrophile du bois. Le volume occupé par la lignine, un composé phénolique hydrophobe entourant les trachéides, devrait limiter les infiltrations d'eau. En comparant les panneaux composites à base de fibres TMP et CTMP, le phénomène est facilement observable, puisque les panneaux contenant les CTMP où la lignine est attaquée en surface gonflent davantage et absorbent un peu plus d'eau. Les fibres de bouleau sont plus denses que les fibres de résineux or, elles occupent un volume

moins important pour des mêmes charges massiques dans un panneau. C'est ce qui explique le gain de volume plus rapide des fibres TMP par rapport aux fibres CTMP, dans la figure 5.10. La stabilité accrue des composites chargés de fibres Kraft peut s'expliquer par deux phénomènes. D'une part, une augmentation du degré de cristallinité de la cellulose au cours du procédé de mise en pâte Kraft réduirait les zones amorphes servant d'espace à l'infiltration d'eau. D'autre part, les fibres Kraft, étant plus longues et flexibles, se mouilleraient davantage en surface, favorisant ainsi une plus grande dispersion et un alignement préférentiel des fibres à la sortie de l'extrudeuse. Cette seconde hypothèse prend notamment du sens si l'on compare les courbes d'hystérésis d'humidité de panneau en fonction de la dispersion des fibres (Figure 5.13).

Les panneaux dont les fibres sont dites non dispersées, possèdent de petites boules visibles à l'œil dont le diamètre varie de 1 à 2 mm. Ces agglomérations sont considérablement réduites par l'ajout d'un procédé en deux étapes, une augmentation des vitesses de rotation des vis à l'extrusion et une augmentation du temps de séjour dans les extrudeuses.

5.3.4 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques ont été mesurées à l'aide des méthodes normalisées ASTM indiquées dans le tableau 4.5. Le tableau 5.2 et les figures 5.14 à 5.16 en présentent les principaux résultats.

Tableau 5.2 : Propriétés mécaniques des composites extrudés avec 60% de fibres.

		Kraft	CTMP	TMP
Propriété en dureté Force maximale (kN)		6,1 (0,2)	6,1 (0,1)	6,1 (0,4)
Propriété en résilience IZOD Énergie d'impact (J/m)		42,5 (2,8)	51,8 (1,7)	38,4 (1,1)
Propriété en traction simple	MOE (GPa)	2,80 (0,29)	2,08 (0,20)	1,84 (0,13)
	MOR (MPa)	29,2 (2,2)	23,5 (1,0)	16,0 (1,7)
	Énergie de rupture (J)	4,71 (1,67)	1,14 (0,17)	0,67 (0,18)
	Allongement à la rupture (%)	3,81 (1,38)	1,87 (0,20)	1,33 (0,18)
Propriété en flexion 3 points	MOE (GPa)	3,64 (0,25)	3,58 (0,20)	2,55 (0,42)
	MOR (MPa)	54,0 (1,7)	46,7 (2,2)	34,1 (4,0)
	Énergie de rupture (J)	0,91 (0,04)	0,53 (0,06)	0,36 (0,05)
	Allongement à la rupture (%)	3,20 (0,13)	2,79 (0,32)	2,33 (0,23)

*Les nombres entre parenthèses représentent les écarts-types.

** La force maximale des essais de dureté est évaluée à une profondeur de 4mm.

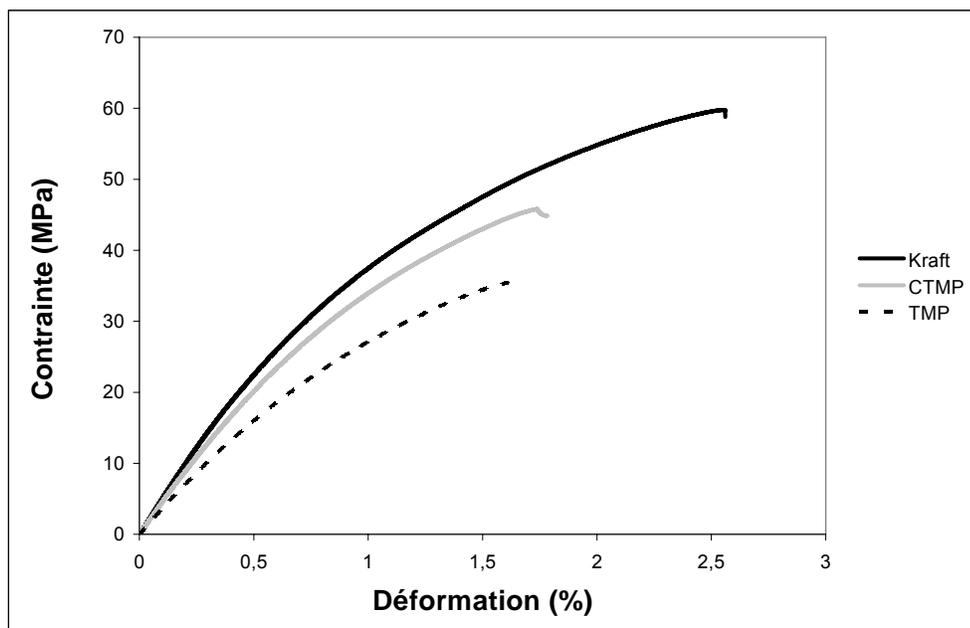


Figure 5.14 Courbes « charge - déformation » en flexion simple en fonction de la déformation et de la nature des fibres pour les composites contenant 60% de fibres.

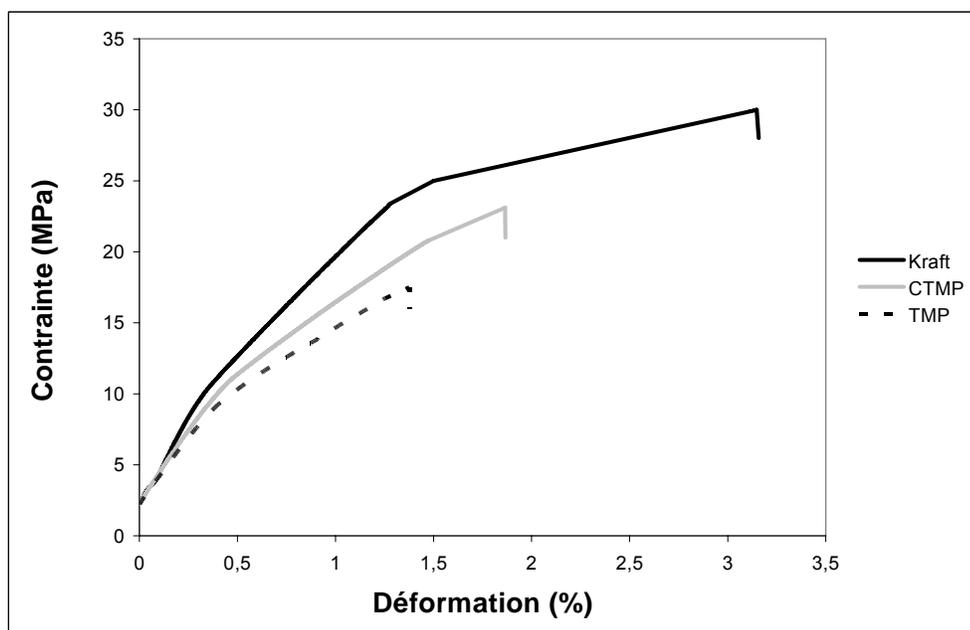


Figure 5.15 : Courbes « charge - déformation » en traction simple en fonction de la déformation et de la nature des fibres pour les composites contenant 60% de fibres.

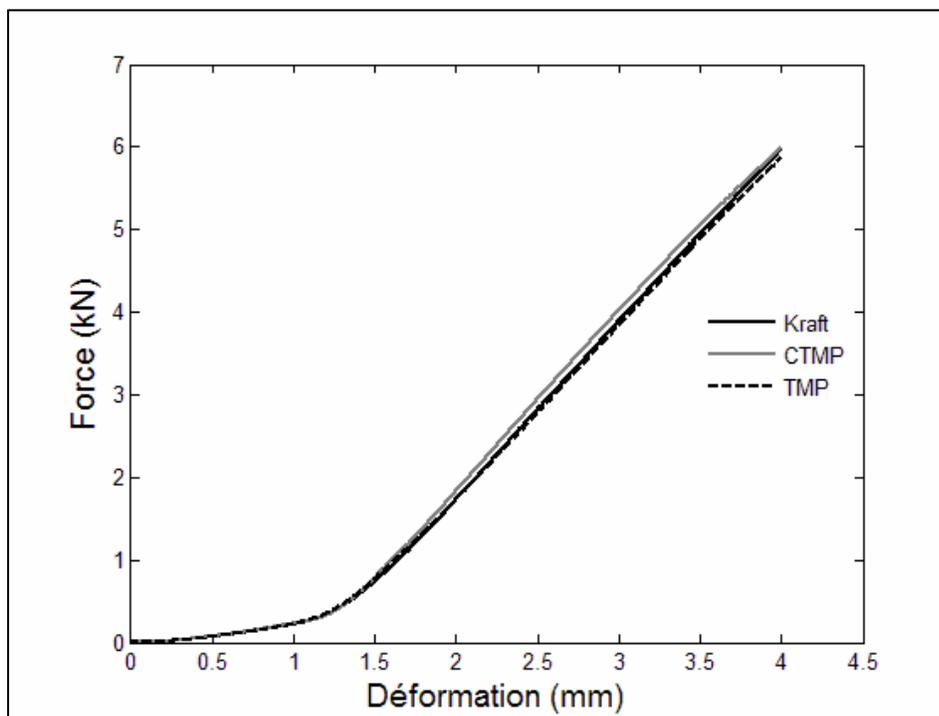


Figure 5.16 : Force mesurée en fonction de la profondeur de perforation de la bille et de la nature des fibres pour les composites contenant 60% de fibres au cours de l'essai de dureté.

De manière générale, les composites chargés de 60% de fibres Kraft offrent des performances mécaniques supérieures, suivis de ceux chargés de 60% de fibres CTMP et TMP, ce qui est conforme aux résultats attendus en analogie avec les propriétés mécaniques des papiers (Tableau 2.3).

Tout d'abord, l'essai de dureté révèle que la matrice régit le comportement dominant du composite. Aucune variation ne fut observée en fonction de chacun des composites fabriqués, autant pour la valeur de la force maximale que pour celui du tracé de la force en fonction de la profondeur de perforation, tel que le

démontre la figure 5.16. Il est à noter que les valeurs de la force maximale sont présentées à une profondeur de perforation de 4 mm, puisque les échantillons étaient trop minces pour accepter une profondeur de 5,64 mm sans subir de rupture.

L'essai de flexion démontre aussi une tendance des composites chargés de fibres Kraft à offrir de meilleures performances que ceux chargés de fibres TMP et CTMP, tel que présenté dans la figure 5.14. Les modules d'élasticité ont été déterminés dans la zone élastique de la courbe charge déformation entre 10 et 30 N pour chacun des composites extrudés. Les composites chargés de fibres Kraft ont de meilleurs modules d'élasticité (3,64 GPa) et de rupture (54,0 MPa) que les composites chargés de fibres CTMP (MOE = 3,58 GPa, MOR = 46,7 MPa) et TMP (MOE = 2,55 GPa, MOR = 34,1 MPa). L'allongement à la rupture des composites chargés de fibres Kraft (3,2%) est aussi supérieur à ceux chargés de fibres CTMP (2,79%) et TMP (2,33%). Il en résulte donc une énergie de rupture nettement supérieure des composites chargés de fibres Kraft (0,91 J), comparativement aux deux autres matériaux fabriqués (CTMP = 0,53 J, TMP = 0,36 J). Il est à noter que les énergies de rupture ont été calculées jusqu'au moment de l'application de la force maximale sur l'éprouvette de flexion. Peu importe le type de fibres utilisé, on observe une nette amélioration du MOE en traction par rapport à la matrice vierge (1-1,5 GPa).

L'essai de traction démarque aussi les composites chargés de fibres Kraft par rapport aux fibres TMP et CTMP. Dans un premier temps, le comportement des composites chargés de fibres Kraft se rapproche davantage d'un matériau dur et résistant en conformité avec la figure 3.3. C'est d'ailleurs ce comportement résistant qui explique l'énergie de rupture (4,7 J) et l'allongement à la rupture (3,8 %) nettement supérieurs aux deux autres types de fibres étudiées (Tableau 5.2). On observe aussi que les CBP chargés de fibres Kraft (MOE = 2,8 GPa, MOR = 29 MPa) offrent des performances mécaniques supérieures à ceux chargés de fibres CTMP (MOE = 2,1 GPa, MOR 23,5 MPa) et TMP (MOE = 1,8 GPa, MOR = 16 MPa). L'ajout de fibres réduit grandement le comportement plastique de la matrice en traction. Ainsi, l'allongement à la rupture des CBP varie de 1-4% avec 60% de fibres de papier, alors que celui du HDPE varie de 500-900 %. Toutefois, les MOE (1,8-2,8 GPa) augmentent considérablement en présence de 60 % de fibres de papier par rapport à la matrice vierge (MOE = 0.8-1.2 GPA, MOR = 24-35), alors que les MOR diminuent faiblement (16-29 MPa).

Les essais de résiliences ont été faits à partir d'éprouvettes entaillées. Ce sont les fibres CTMP qui requièrent la plus grande énergie de rupture (52 J/m), comparativement aux composites chargés de fibres Kraft (43 J/m) et ceux chargés de fibres TMP (38 J/m).

En résumé, nos résultats montrent que les CBP contenant des fibres Kraft procurent des propriétés physico-mécaniques plus attrayantes. Les écarts-types de tous les essais mécaniques sont inférieurs à 15%, ce qui indique une bonne reproductibilité. La variabilité s'explique par l'hétérogénéité naturelle des dispositions fibres/matrice à l'intérieur des matériaux obtenus par extrusion.

5.4 Essais de vieillissement aux rayons UV

Les essais de vieillissement accéléré ont permis de mesurer les paramètres « L », « a » et « b » en fonction du temps, tel que le démontrent les figures 5.17, 5.18 et 5.19. Suite à l'obtention de valeurs aberrantes après un temps d'exposition de 377 heures, les données recueillies ont été éliminées des analyses. Ces variations s'expliqueraient facilement par une mauvaise calibration du colorimètre.

Tous les composites se dégradent aux rayons UV. Au départ, tous les échantillons avaient des couleurs plutôt rougeâtres et jaunâtres, comme le démontrent les valeurs positives des paramètres « a » et « b ». La composante « L » augmente en fonction du temps, ce qui correspond à un accroissement de la blancheur au cours des cycles d'expositions aux rayons UV. Aussi, on constate une diminution des paramètres « a » et « b » tout au long de l'exposition aux rayons UV. On observe dans les figures 5.17, 5.18 et 5.19 que les CBP contenant des fibres Kraft subissent les pertes de couleur les plus rapides pour chacun des

trois paramètres (L, a et b). Les composites contenant des fibres TMP et CTMP subissent des variations de couleurs similaires en fonction du temps, notamment au niveau de la luminosité (L) et du paramètre « a », mais leur couleur initiale est différente et nettement plus importante pour le paramètre « b ».

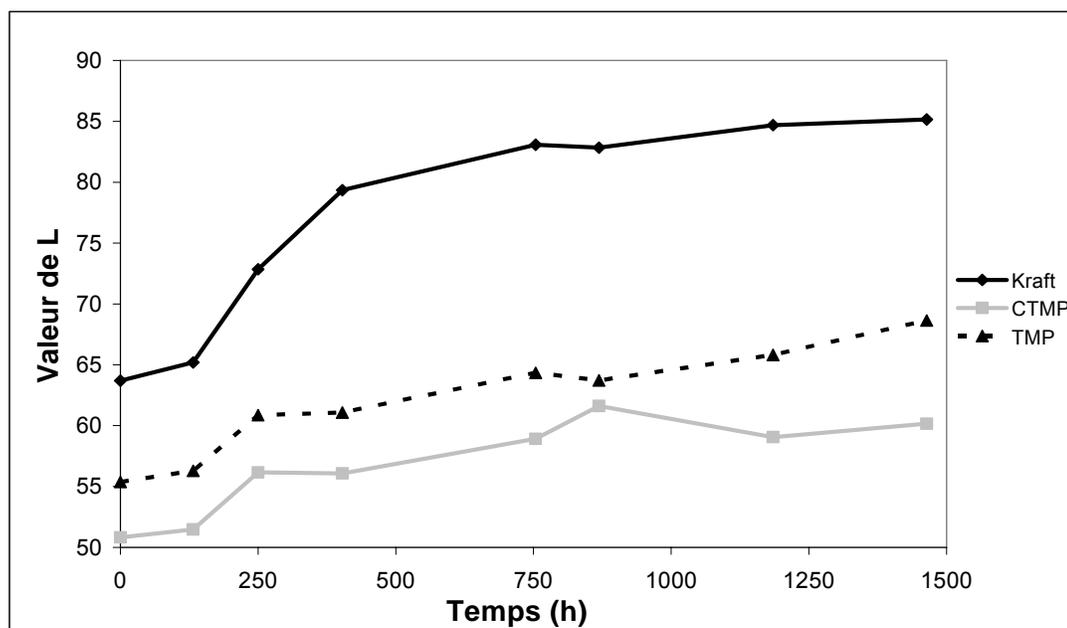


Figure 5.17 : Variation de la luminosité (L) en fonction du temps pour les composites chargés de 60% de fibres Kraft, CTMP et TMP.

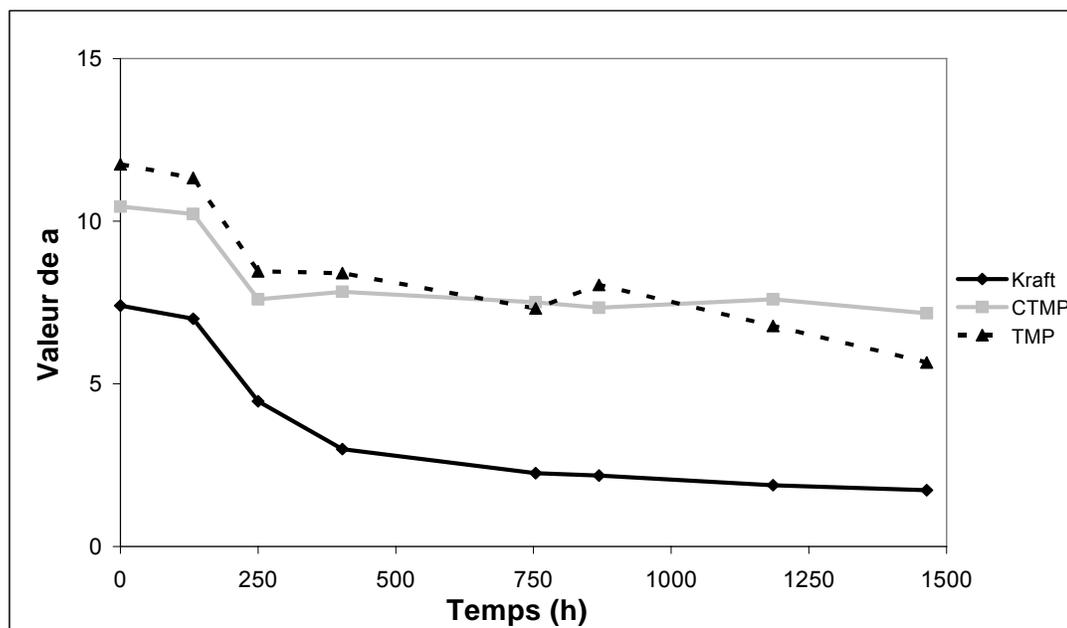


Figure 5.18 : Variation du paramètre « a » en fonction du temps pour les composites chargés de 60% de fibres Kraft, CTMP et TMP.

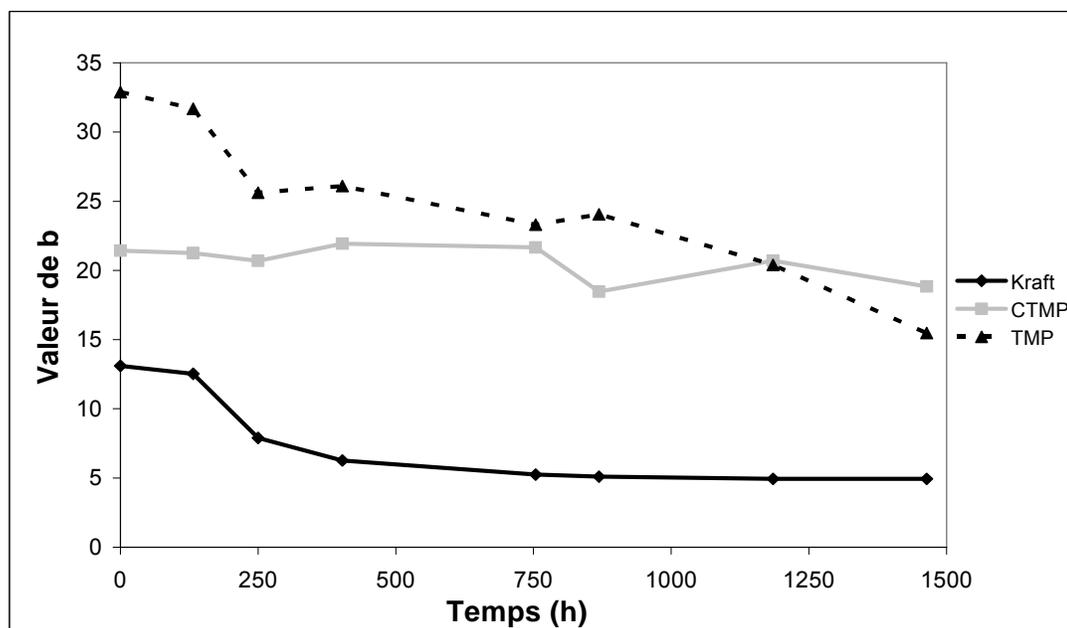


Figure 5.19 : Variation du paramètre « b » en fonction du temps pour les composites chargés de 60% de fibres Kraft, CTMP et TMP.

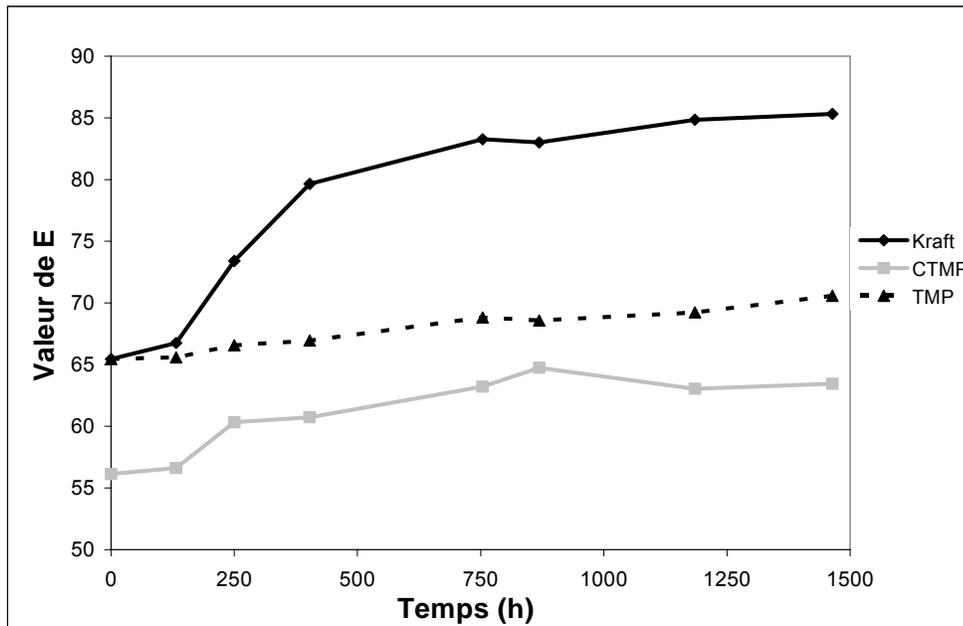


Figure 5.20 : Variation de « E » en fonction du temps pour les composites chargés de 60% de fibres Kraft, CTMP et TMP.

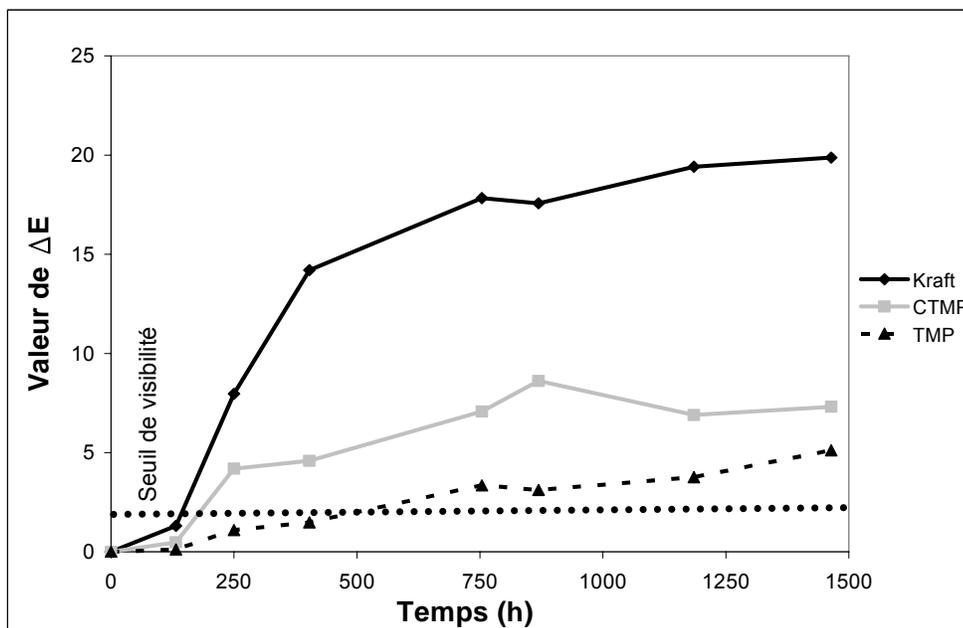


Figure 5.21 : Variation de ΔE en fonction du temps pour les composites chargés de 60% de fibres Kraft, CTMP et TMP.

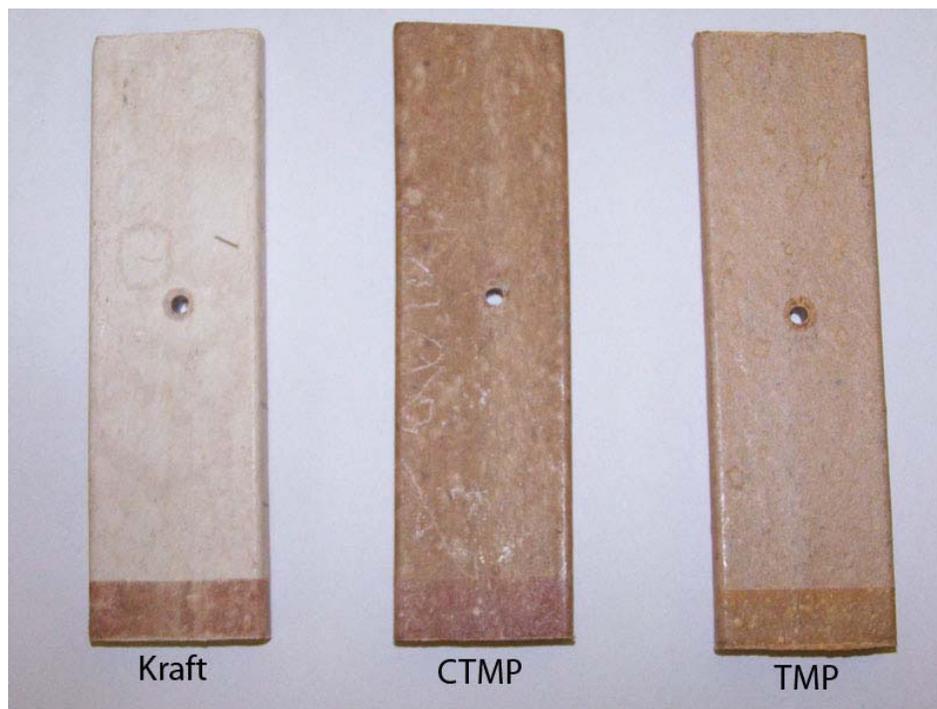


Figure 5.22 : Échantillons de CBP contenant 60% de fibres suite à l'essai de vieillissement aux rayons UV.

* La bande en bas des échantillons illustre la couleur initiale avant le test et a été cachée par un ruban opaque pendant l'essai.

Tableau 5.3 : Comparaison des masses et volumes des échantillons avant et après le vieillissement aux rayons UV.

Échantillons	Comparaison des masses			Comparaison des volumes		
	Avant test (g)	Après test (g)	Variation (%)	Avant test (cm ³)	Après test (cm ³)	Variation (%)
TMP						
1	48,028	47,857	0,36	45,65	44,98	1,49
2	48,059	47,913	0,30	44,81	43,68	2,59
3	47,958	47,753	0,43	43,43	44,34	-2,05
Moyenne	48,015	47,841	0,364	44,630	44,333	0,674
Écart-types	0,052	0,081	0,063	1,120	0,649	2,426
CTMP						
4	49,580	49,409	0,35	43,88	43,27	1,42
5	49,313	49,099	0,44	43,16	43,44	-0,64
6	49,575	49,412	0,33	43,82	43,20	1,43
Moyenne	49,489	49,307	0,371	43,621	43,302	0,738
Écart-types	0,153	0,180	0,057	0,399	0,124	1,192
Kraft						
7	50,800	50,520	0,55	46,57	47,12	-1,15
8	50,737	50,491	0,49	45,53	45,40	0,30
9	50,953	50,734	0,43	47,48	46,52	2,06
Moyenne	50,830	50,582	0,491	46,526	46,343	0,401
Écart-types	0,111	0,133	0,061	0,974	0,873	1,609

C'est toutefois la valeur de E qui permet de définir une couleur distincte (Figure 5.20). La valeur de E augmente très rapidement chez les fibres Kraft, comparativement aux fibres TMP et CTMP. Après les deux mois d'exposition (près de 1500 h), la couleur semble se stabiliser pour chacune des trois fibres étudiées. Cette observation se confirme par la stabilisation du ΔE (Figure 5.21) et par l'aspect visuel des CBP après l'exposition aux rayons UV (Figure 5.22). Le seuil de visibilité humain est identifié par une marque pointillée horizontale dans la figure

5.21. La figure 5.22 présente une photo de quelques échantillons à la suite des cycles de vieillissement.

La dégradation aux rayons UV engendre aussi des pertes de poids et de volume chez les échantillons testés (Tableau 5.3). Ces pertes ont des moyennes inférieures à 1%. En conséquence, les rayons UV modifient de façon plus importante la couleur que le poids et le volume des matériaux composites bois polymères.

On constate aussi que les CBP contenant des fibres Kraft sont les plus vulnérables aux rayons UV (Figure 5.20 à 5.22). La majeure variation de couleur est due aux paramètres « L » et « b » chez chacun des types de composites (Figure 5.17 et 5.19). Chez les fibres TMP, on observe une variation du ΔE plutôt linéaire en fonction du temps d'exposition, alors que chez les composites Kraft et CTMP, on observe une variation importante en début d'exposition, suivie d'une stabilisation progressive.

5.5 Discussion

L'objectif des essais au rhéomètre à torque était de comprendre le comportement du polymère fondu avec et sans fibres. Les tests ont permis entre autres de minimiser la dégradation des fibres et du polymère, tout en maximisant la dispersion des fibres dans le mélange. L'augmentation de la vitesse de rotation des rotors fut le facteur dominant pour l'obtention d'un mélange homogène en conformité avec nos attentes; la dispersion des fibres se produit quand les contraintes augmentent et que le taux de cisaillement est élevé. Cette dispersion peut être améliorée par l'ajout de chicanes « *kneading effect* » (Jaffer et al., 2000). Il fut aussi observé qu'une augmentation du temps de séjour et de la température dans la chambre à mélanger du rhéomètre à torque accélère la dégradation des fibres, en plus du polymère. Le premier signe de dégradation des fibres se produit lorsqu'une couleur jaunâtre apparaît en surface (Yacykewych, 2004). La dégradation est dite catastrophique en présence de calcination, ou lorsque les fibres atteignent une couleur brun foncé (Grande et Torres, 2005). Ce sont entre autres ces observations visuelles qui ont permis de fixer les paramètres d'extrusion de départ, ainsi que les paramètres optimums dans le rhéomètre à torque.

Le rhéomètre à torque a aussi permis de calculer la viscosité apparente des mélanges « polymères fibres ». Quelques études ont démontré qu'une augmentation de la proportion des fibres augmente la viscosité apparente des

mélanges bois polymères fondus (Ismail et Bakar, 2006; Li et al., 2004), tel qu'il fut observé pour les fibres CTMP. Toutefois, dans le cas des fibres résineuses (TMP et Kraft), on assiste à une faible rechute des viscosités apparentes à des charges supérieures à 50% en fibres, tel qu'observé chez le pin et la farine de bois commerciale (Li et al., 2004; Li et Wolcott, 2003). Des analyses au rhéomètre capillaire avec le même grade de polymère (HDPE) démontrent qu'à faible taux de cisaillement, le glissement à la paroi est dominé par le comportement du polymère pour des composites chargés de 40 à 60% d'érable (Li et Wolcott, 2003). L'instabilité observée des fibres CTMP au-delà de 60% de fibres pourrait donc s'expliquer par une modification des propriétés en glissement.

Le procédé de mise en forme retenu pour la production des CBP fut l'extrusion. Cependant, d'autres alternatives à la fabrication de CBP ont aussi été envisagées dans le cadre de ce projet, comme le moulage par injection et la thermoconsolidation. Le moulage par injection génère des pressions et des frictions nettement supérieures au procédé d'extrusion au niveau de la buse et des canaux d'alimentation, alors qu'en thermoconsolidation, il fut impossible de disperser les fibres dans la matrice. Par contre, plusieurs types de broyeurs et mélangeurs ont été mis à l'essai afin de maximiser la dispersion des fibres avant de procéder à l'extrusion.

Une autre stratégie aurait pu être utilisée pour pallier au problème d'alimentation des fibres Kraft et CTMP étant le refroidissement des fibres pour réduire leur agglomération entre elles (Sears, 2001). Étant donné le facteur temps et la disponibilité des équipements en place, cette démarche expérimentale ne fut pas envisagée dans le cadre de nos travaux.

Bien que la dimension des fibres agit aussi en modifiant les effets de volume par rapport aux effets de surface, aucune étude ne démontre clairement que la longueur des fibres est un facteur affectant les propriétés mécaniques des composites extrudés (Migneault, 2006). Toutefois, les résultats expérimentaux démontrent que le broyage réduit légèrement les propriétés d'agglomération des fibres. En augmentant le niveau de broyage, on favorise une meilleure dispersion des fibres dans le composite, donc un potentiel d'amélioration des propriétés physico-mécaniques s'en suit.

Les résultats en extrusion indiquent que, lorsqu'on réduit la pression en bout de vis et qu'on augmente la vitesse de rotation des vis, on favorise la dispersion des fibres et leur alignement dans le panneau produit, comme le démontrent les figures 5.7 et 5.8. Il est possible de contrôler l'orientation des fibres et de préserver leur intégrité avec un choix de vis et de filières appropriées (Scott et Zauscher, 1997). On observe aussi un alignement préférentiel des fibres dans le sens de l'écoulement du polymère, ce qui est plus facile à obtenir à partir de fibres

papetières (Gamstedt et al., 2006). Bien que les fibres soient bien dispersées dans la matrice, dû à l'étape de mise en pastille, la majorité des panneaux extrudés possédaient de la peau de requin (Figure 4.10). Ce phénomène se stabilise après l'obtention du régime permanent et un ajustement des vitesses d'extrusion.

Les résultats des essais physico-mécaniques permettent de distinguer certaines propriétés des fibres dans les CBP et sont conformes aux attentes spécifiées dans la révision de littérature. Les fibres traitées chimiquement, où une portion des hémicelluloses et de la lignine sont enlevées, augmentent le ratio des atomes d'oxygène sur ceux de carbone en surface, améliorant ainsi les propriétés mécaniques des composites (Liu et al., 2005). Les fibres TMP, n'ayant subi aucun traitement chimique, offrent des résultats souvent comparables aux farines de bois conventionnelles (Pilarski et Matuana, 2006; Koubaa et al., 2004; Ibach et al., 2001; Falk et al., 1999).

La stabilité dimensionnelle ainsi que l'absorption d'eau constituent des critères de qualité importants, notamment pour les produits d'usages extérieurs et les cadres de fenêtre. L'exposition du bois à l'eau réduit aussi les propriétés mécaniques en flexion, en tension et en impact. Pour des composites contenant 40% de fibres de bois dans une matrice de polypropylène, une absorption de 9% d'eau engendre des baisses de 39% du module d'élasticité en flexion, 29% du module d'élasticité en traction et de 7 J/m pour l'énergie d'impact entaillée (Stark,

2001). Les fibres TMP offrent des résultats comparables aux sciures de tremble et d'érable (Koubaa et al., 2004; Ibach et al., 2001). Les zones amorphes dans le bois sont principalement constituées d'hémicellulose et de lignine (Lu et al., 2003). C'est ce qui expliquerait la vulnérabilité accrue à l'eau des composites fabriqués à partir des fibres CTMP, puisque le volume des zones propices à l'infiltration d'eau augmenterait suite à l'attaque chimique. L'élimination de la zone amorphe, suite au craquage de la lignine dans la lamelle moyenne des fibres Kraft augmente, le degré de cristallinité et la résistance à l'eau des composites fabriqués à partir de ces fibres.

L'accroissement des propriétés en flexion en fonction de la nature des fibres utilisées (TMP, CTMP, Kraft) est proportionnel au taux de lignine extraite en conformité avec les résultats rapportés dans la littérature (Ganan et Mondragon, 2002; George et al., 2001; Saheb et Jog, 1999). Il fut démontré que les propriétés des composites varient non seulement en fonction des propriétés des composants, mais aussi des propriétés de leur interface (Herrera-Franco et Valdez-Gonzalez, 2005). Ainsi, il ne serait pas nécessaire d'extraire totalement la lignine (tel le procédé Kraft) pour augmenter significativement le module d'élasticité du composite; le traitement de surface de la lignine par le procédé de mise en pâte CTMP semblerait suffisant.

Les fibres de papier, étant plus flexibles que les sciures de bois, offrent des valeurs de MOE en flexion (2,6-3,6 GPa) inférieures aux sciures d'érable (6,8 GPa), selon une formulation et des conditions similaires (Koubaa et al., 2004). Peu importe le type de fibres utilisé, on observe une nette amélioration du MOE en flexion par rapport à la matrice vierge (1-1,5 GPa). En comparant les MOR de l'érable (35,7 MPa) aux fibres TMP (34,1 MPa) provenant de résineux, on observe un mince écart, ce dernier est faible et sans signification pratique (Koubaa et al., 2004). Cette similarité pourrait s'expliquer probablement par la similarité des compositions chimiques des fibres TMP, comparativement aux sciures d'érable à sucre. En fait, le procédé de mise en pâte TMP protège l'intégrité de la fibre, notamment la composition chimique, par un défibrage à basse pression sous vapeur. Toutefois, les MOR des composites contenant des fibres traitées chimiquement sont nettement supérieurs (CTMP = 46,7 MPa, Kraft = 54,0 MPa) à ceux obtenus à partir des fibres TMP et des sciures d'érables. Cette amélioration s'explique par une meilleure affinité chimique entre les fibres et la matrice de PEHD comme il est mentionné au deuxième chapitre.

En traction, on observe aussi une diminution de l'allongement à la rupture, du module de rupture, du module d'élasticité et de l'énergie de rupture en fonction de l'abondance de la lignine. Une autre manière d'expliquer ce résultat serait que la présence, dans les fibres de bois, d'un polymère amorphe comme la lignine, réduirait le comportement viscoplastique des CBP. La lignine possède une

température de transition vitreuse supérieure au 170°C atteint en extrusion. Or, elle conserverait son comportement rigide (vitreux), affectant ainsi les propriétés du matériau extrudé.

En résilience, ce sont les composites chargés des fibres CTMP qui résistent le mieux à l'impact. Le fait qui pourrait expliquer ces résultats serait le fait que les énergies de liaison des papiers CTMP sont supérieures à celles des papiers Kraft et TMP, comme le démontre le tableau 2.3. Une autre hypothèse serait que le bois de bouleau, provenant d'un arbre feuillu, tirait un avantage comparativement, au bois plus mou résineux contenu dans les papiers TMP et Kraft. Selon nos résultats, nous pouvons observer que l'énergie d'impact est plus élevée pour les composites contenant 60% de fibres de papier (38-52 J/m) que pour ceux contenant 60% de sciures d'érable (30 J/m) et 60% d'écorce de peuplier faux tremble (35 J/m) dans la même matrice de PEHD (Koubaa et al., 2004).

Les essais de vieillissement accéléré démontrent que tous les panneaux perdent de la couleur suite à une exposition prolongée aux rayons UV. Ces changements sont facilement perceptibles à l'œil nu (Figure 5.22) et sont plus importants chez les composites chargés de fibres ayant subi un blanchiment lors de la mise en pâte (CTMP et Kraft). Les pertes de masses et de volumes observées suite à l'exposition aux rayons UV sont faibles et en moyenne inférieures à 1%. On peut en déduire qu'aucune composante volatile ne s'est

échappée ou qu'aucune réaction chimique majeure ne s'est produite suite à l'exposition accélérée aux rayons UV. Chez les fibres TMP, la conservation de la couleur suite à l'exposition aux rayons UV pourrait ainsi s'expliquer par une conservation de l'intégrité de la lignine. Il est bien connu que la lignine donne la coloration jaunâtre au bois. C'est d'ailleurs ce qui pourrait expliquer la différence observée pour le paramètre « b », en contraste aux similarités des paramètres « L » et « a » dans les CBP chargés de fibres TMP et CTMP. L'effet du traitement de blanchiment des fibres Kraft paraît même dans les composites, puisqu'on observe une valeur initiale de la luminosité plus élevée de ces composites.

Les fibres CTMP et Kraft sont blanches avant l'extrusion, tout comme le PEHD. Cependant, leurs composites ressortent avec une coloration plus foncée. Il est difficile d'interpréter ce changement de couleur au cours du procédé, mais nos résultats montrent que l'exposition aux rayons UV faciliterait le retour à la coloration initiale blanchâtre des fibres et du polymère. Des analyses plus approfondies seraient nécessaires pour expliquer davantage ces changements de couleur. Bien que le PEHD se dégrade rapidement aux rayons UV, ce phénomène est facilement contrôlable par l'ajout de stabilisant (Trotignon et al., 1996). Il est fort probable que les CBP extrudés offriraient une stabilité accrue aux rayons UV par l'ajout d'adjuvants appropriés au cours de leur fabrication.

Finalement, on constate aussi que les propriétés des fibres de bois influencent les propriétés des CBP extrudés, comme le démontrent les figures 5.23 et 5.24. On observe que les fibres Kraft offrent des rendements supérieurs aux fibres CTMP et TMP en traction autant chez les papiers que chez les CBP pour les valeurs des MOE et des MOR.

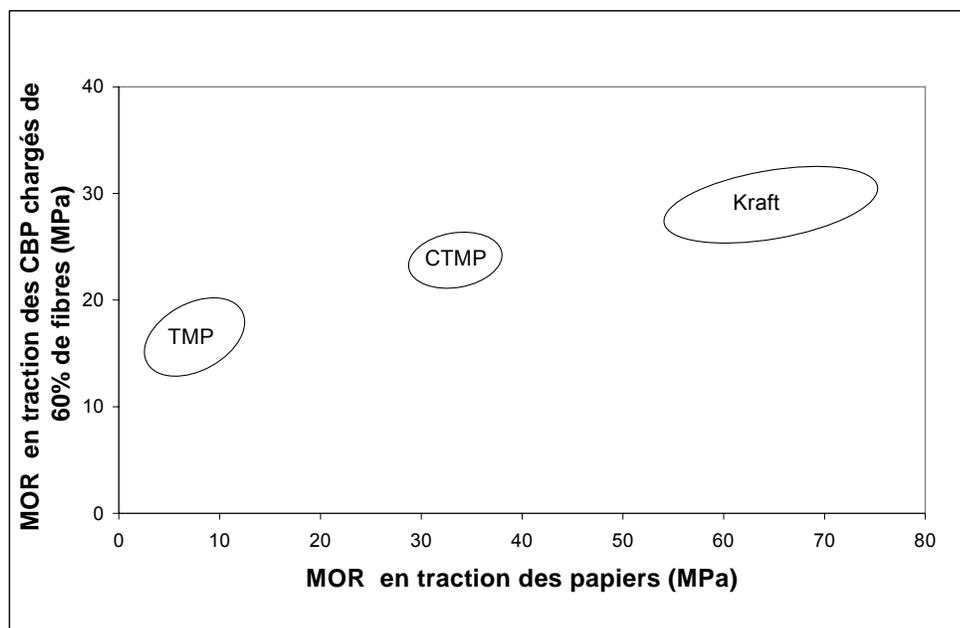


Figure 5.23 : Comparaison des modules de rupture en traction des papiers et des CBP chargés à 60% de fibres (Données sur les papiers adaptées de Koubaa 1996).

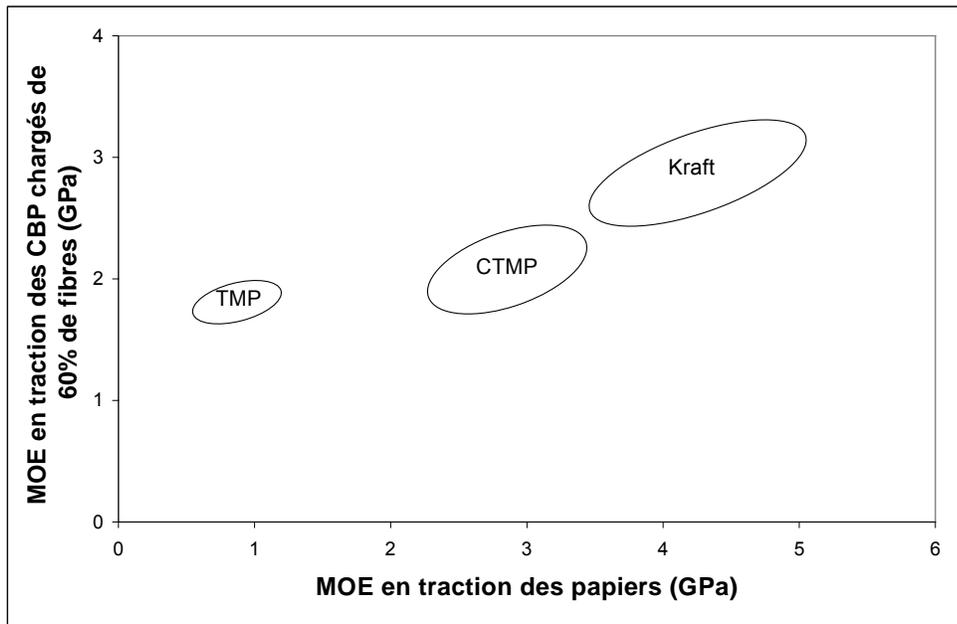


Figure 5.24 : Comparaison des modules d'élasticité en traction des papiers et des CBP chargés à 60% de fibres (Données sur les papiers adaptées de Koubaa 1996).

CHAPITRE 6

CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

6.1 Conclusions

Ce projet visait à évaluer le potentiel des fibres papetières issues des procédés Kraft, CTMP et TMP, pour la production de composites bois plastiques par extrusion. La démarche expérimentale a permis d'évaluer le comportement du polyéthylène haute densité vierge et chargé à différentes proportions de fibres, pour ensuite déterminer les paramètres optimums de mise en forme des CBP. L'effet de la nature sur les propriétés physico-mécaniques des CBP fut étudié. Il s'agit des propriétés de stabilité dimensionnelle, de densité, de résistance à la traction, à la flexion et à l'impact. Le comportement des CBP face au vieillissement accéléré fut également étudié.

Ces travaux ont permis de tirer les conclusions suivantes :

1. les travaux de rhéomètre à torque ont montré que les trois fibres papetières se comportent différemment dans la matrice polymérique;

- les fibres CTMP et Kraft ont une forte tendance à s'agglomérer;
- les papiers Kraft possèdent des indices d'écoulement supérieurs à ceux des CTMP et TMP;
- de manière générale, l'ajout de fibres au PEHD engendre une augmentation de la viscosité apparente jusqu'à une certaine limite et elle redescend par la suite.

2. Nous avons réussi à extruder les trois fibres :

- les fibres Kraft et CTMP s'avèrent très difficiles à extruder de manière conventionnelle, car elles nécessitent deux conditions opposées : de grandes vitesses de rotation pour attirer le mélange « polymère fibres » dans l'extrudeuse et de faibles pressions en bout de vis pour empêcher les fibres de s'agglomérer sous compression;
- l'extrusion des fibres Kraft, CTMP et TMP a été réalisée en deux étapes : la première étant la fabrication des pastilles « bois polymère » homogènes, la seconde étant la mise en forme des panneaux à partir de ces pastilles;

- les fibres TMP ont un comportement comparable aux sciures de bois conventionnellement utilisées pour la production de CBP et pourraient s'extruder en une seule étape;
 - les fibres CTMP constituent un intermédiaire entre les fibres TMP et Kraft au niveau de la mise en forme par un procédé d'extrusion. Elles ont tendance à s'agglomérer comme les fibres Kraft, mais étant plus denses, elles ont moins tendance à vouloir se dissocier des pastilles de polymère vierge dans la trémie d'alimentation de l'extrudeuse, lors de l'étape de la mise en pastille;
 - les fibres dans les CBP mis en forme par extrusion sont parfaitement alignées.
3. Les propriétés des CBP obtenus varient en fonction de la nature des fibres :
- les composites chargés de 60% de fibres Kraft offrent, dans l'ensemble, des propriétés mécaniques (MOE et MOR en flexion et traction) supérieures aux composites obtenus à partir de fibres CTMP et TMP. Ces différences s'expliquent par la teneur en lignine dans les trois fibres;

- les CBP fabriqués à l'aide des fibres Kraft montrent les meilleures propriétés de stabilité dimensionnelle, comparativement aux CBP des fibres CTMP et TMP;
- les fibres TMP possèdent des propriétés de stabilité dimensionnelle légèrement supérieures à celles des fibres CTMP et ce phénomène s'explique par la présence de la lignine en surface de ces dernières. De plus, la dispersion des fibres joue un rôle important pour la stabilité dimensionnelle des CBP;
- la résistance d'impact des CBP fabriqués à partir de fibres CTMP est supérieure à celle des CBP fabriqués avec des fibres Kraft et des fibres TMP. Ce résultat est expliqué par la meilleure résistance spécifique des fibres CTMP;
- les fibres TMP sont moins sensibles aux rayons UV. Les traitements engendrés par les procédés de mise en pâte Kraft et CTMP augmentent la photosensibilité aux rayons UV des CBP.

6.2 Recommandations

L'emphase de la démarche expérimentale de ce mémoire fut mise sur l'effet de la nature des fibres de bois dans la conception de CBP. Or, les paramètres

expérimentaux de mise en forme ont été maintenus constants pour les trois types de fibres papetières étudiées. Puisque les résultats révèlent des différences importantes autant dans le procédé de mise en forme que dans les propriétés physico-mécaniques, il serait intéressant d'optimiser les paramètres de mise en forme pour chacun des trois types de fibres étudiées et par la suite, d'évaluer les propriétés des panneaux obtenus par extrusion. L'optimisation devrait tenir en compte des facteurs, tels la morphologie et la proportion des fibres. Les résultats du présent projet indiquent que les CBP obtenus ne sont pas stables vis-à-vis l'exposition aux UV. L'ajout des agents antioxydants serait donc essentiel pour maintenir l'apparence du produit.

Selon moi, malgré le fait que les composites chargés de fibres Kraft offrent de meilleures performances mécaniques, il faudra trouver une méthode plus productive pour les mouler convenablement et envisager leur utilisation de manière rentable et efficace. Avec un plus grand rendement de matière et un gain appréciable des propriétés mécaniques, les papiers CTMP seraient les plus intéressants à utiliser pour la fabrication de CBP. La vulnérabilité à l'eau ne constitue pas un obstacle, puisqu'elle demeure quasiment négligeable chez les CBP, comparativement au bois. Cependant, le premier critère de sélection d'une source d'approvisionnement en fibres pour ces biomatériaux risque d'être lié davantage à leur disponibilité.

L'intérêt de ce projet consistait aussi à évaluer le potentiel des fibres recyclées pour les CBP en raison de la problématique d'approvisionnement. À la lumière de nos résultats, l'utilisation des papiers recyclés pour la production de composites bois plastiques est envisageable, moyennant une étape de triage, car chacune des sources de fibres utilisées avait leurs propres propriétés de mise en forme. Les traitements apportés aux fibres de papiers améliorent plusieurs propriétés physico-mécaniques par rapport aux fibres de bois. Donc, les fibres papetières pourraient être utilisées autant comme une source d'approvisionnement primaire en fibres qu'en faible proportion à titre d'additifs pour améliorer les propriétés physico-mécaniques des produits composites bois polymère conventionnels utilisant les farines de bois.

LISTE DES RÉFÉRENCES

- Achilleos, E. C., G. Georgiou et S. G. Hatzikiriakos. 2002. Role of Processing Aids in the Extrusion of Molten Polymers. *Journal of Vinyl & Additives Technology*, vol. 8, no 1.
- ASTM International. 1994. ASTM D2396-94: Standard Test Methods for Powder-Mix Time of Poly(Vinyl Chloride) (PVC) Resins Using a Torque Rheometer.
- _____. 1995. ASTM D2538-95: Standard Practice for Fusion of Poly(Vinyl Chloride) (PVC) Compounds using a torque rheometer.
- _____. 1999. ASTM D1037-99: Standard Test Method for Evaluating Properties of Wood-base Fiber and Particule Panel Materials.
- _____. 2002. D2538-02: Standard Practice for Fusion of Poly(Vinyl Chloride) (PVC) Compounds Using a Torque Rheometer.
- _____. 2000. ASTM G154-00: Standard Practice for Operating Fluorescent Light Apparatus for UV Exposure of Nonmetallic Materials.
- _____. 2003. ASTM D4442-03: Test Methods for Direct Moisture Content Measurement of Wood and Wood-Base Materials
- _____. 2003. ASTM D638-03: Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics.
- _____. 2003. ASTM D790-03: Standard Test Method for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials.
- _____. 2004. ASTM D7031-04: Standard Guide for Evaluating Mechanical and Physical Properties of Wood-Plastic Composite Products. 2004.
- _____. 2005. ASTM D256-05: Standard Test Method for Determining Izod Pendulum Impact Resistance of Plastic.
- _____. 2006. ASTM D2395-06: Standard Test Methods for Specific Gravity of Wood and Wood-Based Materials.

- Baillon J-P., et J-M Dorlot. 2000. Des matériaux. Les presses internationales polytechnique. 3^e edition.
- Behzad T., et M. Sain. 2006. Numerical Modeling of Hemp Fiber/Thermoset Composites for Automotive Applications. Progress in Wood & Bio Fibre Plastic Composites 2006 : International Conference.
- Bérard J., et al. 1996. Manuel de foresterie. Université Laval, p. 1315-1413.
- Berger, M. J., et N. M. Stark. 1997. Investigation of Species Effects in an Injection-Molding-Grade, Wood-Filled Polypropylene. Fourth International Conference on Woodfiber-Plastic Composites, Madison.
- Bird, R. B., W. E. Stewart et E. N. Lightfoot. 1960. Transport Phenomena. University of Wisconsin.
- Bostros, M., 2003. Development of New Generation Coupling Agents for Wood-Plastic Composites. Equistar Chemicals, LP.
- CEGFPQ. 2004. Rapport sur l'état de la situation et de la gestion des forêts publiques du Québec. Rapport présenté au ministre des ressources naturelles, de la faune et des parcs du Québec. Québec. p.1-307.
- Centre de Recherche Industrielle du Québec. 2003. Profil des produits forestiers, deuxième transformation : Produits composites bois-polymères. Publication du gouvernement du Québec.
- Chow, P., F. S. Nakayama, J. A. Youngquist, J. H. Muehl et A. M. Krzysik. 2002. Durability of Wood/Plastic Composites Made From Parthenium species. Thirty-third annual meeting of the International Research Group on Wood Preservation, Section 4, Processes and Properties. Stockholm, Sweden.
- Dintcheva, N. T., et F.P. La Mantia. 1999. Recycling of the "Light Fraction" from Municipal Post-consumer Plastics: Effect of Adding Wood Fibers. Journal of Polymer for Advanced Technologies, vol. 10, p. 607-614.
- Ek, C.-G., J. Kubat et M. Rigdahl. 1987. Stress relaxation, creep, and internal stresses in high density polyethylene filled with calcium carbonate. Journal of Rheologica Acta, vol. 26, p. 55-63.
- Falk, R. H., C. Felton et T. Lundin. 2001. Effects of weathering on color loss of natural fiber thermoplastic composites. Journal of Composite in manufacturing, vol. 17, no 4, p. 382-385.

- Falk, R. H., D. Vos et S. M. Cramer. 1999. The comparative performance of woodfiber-plastic and wood-based panels. 5th International Conference of Woodfiber-Plastic Composites, Madison Wisconsin.
- Farid, S.I., M. T. Kortschot et J. K. Spelt. 2002. Wood-Flour-Reinforced Polyethylene : Viscoelastic Behavior and Threaded Fasteners. Journal of Polymer Engineering and Science vol. 42, no 12, p. 2336-2350.
- Felix, J. M., et P. Gatenholm. 1993. Controlled Interactions in Cellulose-Polymer Composites. I : Effect on mechanical properties. Journal of Polymer Composites, vol. 14, no 6, p. 449-457.
- Freedonia Group Inc. 2002. Composites and Plastic Lumber in the United States. Étude de marché effectuée par le groupe Freedonia.
- Gamstedt, E. K., R. C. Neagu, K. Bogren et Mikael Lindström. 2006. Micromechanical Approaches to Development of Improved Wood-Fibre Biocomposites. Contribution to the Proceedings of the International Conference on Progress in Wood and Bio-fibre Plastic Composites, p. 1-10.
- Ganan, P., et I. Mondragon. 2002. Surface Modification of Figue Fibers. Effects on Their Physico-Mechanical Properties. Journal of Polymer Composite, vol. 23, no 3, p. 383-394.
- Garceau, J. J. 1987. Pâtes mécaniques et chimico-mécaniques. Université de Trois-Rivières.
- George J., M. S. Sreekala et S. Thomas. 2001. A Review on Interface Modification and Characteriation of Natural Fiber Reinforced Plastic Composites. Journal of Polymer Engineering and Science, vol. 41, no 9, p. 1471-1482.
- Gonzalez, E. C. G., D. M. R. Costa, L. L. Y. Viscont et R. C. R. Nunes. 2001. Silica and aluminum hydroxide filled coumpound. Processing and Vulcanization monitoring. Journal of Polymer testing, vol. 20, p. 703-706.
- Grande, C., et F. G. Torres. 2005. Investigation of Fiber Organization and Damage During Single Screw Extrusion of Natural Fiber Reinforced Thermoplastic. Advance in Polymer Technology, vol. 24, no 2, p. 145-156.
- Hakkou M., M. Pétrissans, P. Gérardin et A. Zoulalian. 2005. Investigations of the reasons fo fungal durability of heat-treated beech wood. Journal of Polymer Degradation and Stability, vol. 91, p. 393-397.

- Herrera-Franco, P. J., et A. Valadez-Gonzalez. 2005. A Study of the mechanical properties of short natural-fiber reinforced composites. *Journal of Composites*, part B, no 36, p. 597-608.
- Ibach, R. E., R. M. Rowell, S. E. Lange et R. L. Schumann. 2001. Effect of Wet-Dry Cycling on the Decay Properties of Aspend Fiber High-Density Polypropylene Composite. *The Sixth International Conference on Woodfiber-Plastic Composites*, Madison, Wisconsin.
- Isayev A. I., et M. Modic 1987. Self-Reinforced Melt Processible Composites : Extrusion, Compression, and Injection Molding. *Journal of Polymer Composite*, vol. 8, no 3, p. 158-175.
- Ismail S.H., et A. A. Bakar. 2006. Effects of Chemical Modification of Paper Sludge Filled Polypropylene (PP)/Ethylene Propylene Diene Terpolymer (EPDM) Composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 25, no 1, p. 43-52.
- Jaffer, S. A., V. L. Bravo et P. E. Wood. 2000. Experimental Validation of Numerical Simulations of the Kneading Disc Section in a Twin Screw Extruder. *Journal of Polymer Engineering and Science*, vol. 40, no 4, p. 892-901.
- Jozsef, B. 1982. *Mechanics of Wood and Woods composites*. Van Nostran Compagny Inc.
- Julson, J. L., G. Subbarao, D. D. Stokke et H. H. Gieselman. 2004. Mechanical Properties of Bionerewable Fiber/Plastic Composites. *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 93, p. 2484-2493.
- Koleske, J. V. 1995. *Paint and Coating Testing Manual*. ASTM Manual Series MNL 17, 14^e edition.
- Koubaa, A. 1996. Amélioration de la résistance des liaisons dans le papier et le carton par raffinage et par pressage et séchage simultanés. Thèse de doctorat de l'Université de Trois-Rivière.
- _____. 2004. *Caractéristiques du bois et des produits dérivés du bois*. Université du Québec.
- Koubaa A., A. Cloutier et E. Villeneuve. 2004. Potentiel de l'écorce pour la fabrication de panneaux composites par extrusion. Présentation dans le cadre du 72e congrès de l'ACFAS à Montréal.

- Le Baillif M., et K. Oksman. 2006. The influence of the extrusion process on the bleached pulp fiber and its composites. Progress in Wood & Bio Fibre Plastic Composite 2006. International Conference. Toronto, Canada.
- Li, H., S. Law et M. Sain. 2004. Process Rheology and Mechanical Property Correlationship of Wood Flour-Polypropylene Composites. Journal of Reinforced Plastics and Composites, vol. 23, no 11, p. 1153-1158.
- Li, Q., et L. M. Matuana. 2003. Surface of Cellulosic Materials Modified with Functionalized Polyethylene Coupling Agents. Journal of Applied Polymer Science, vol. 88, p. 278-286.
- Li, T.Q., et M. P. Wolcott 2003.. Rheology of HDPE-wood composites. I. Steady state shear and extensional Flow. Journal of Composites, part A, vol. 3, no 35 p. 303-311.
- Liu, W., A. K. Mohanty, L. T. Drzal et M. Misra. 2005. Novel Biocomposites from Native Grass and Soy Based Bioplastics: Processing and Properties Evaluation. Journal of Ind. Eng. Chem. Res., vol. 44, p. 7105-7112.
- Lu, X., M. Q. Zhang, M. Z. Rong, G. Shi et G. C. Yang. 2003. All-Plant Fiber Composites. II. Water Absorption Behavior and Biodegradability of Unidirectional Sisal Fiber Reinforced Benzylated Wood. Journal of Polymer Composites, vol. 24, no 3, p. 367-378.
- Matuana L. M., D. P. Kamdem et J. Zhang. 2001. Photoaging and Stabilization of Rigid PVC/Wood-Fiber Composites. Journal of Applied Polymer Science, vol. 80, p. 1943-1950.
- Migneault, S. 2006. Effets de la longueur des fibres sur la formation et les propriétés des « bois-plastiques ». Présentation dans le cadre de la 2e conférence de la chaire en caractérisation, valorisation et transformation du bois de l'UQAT.
- Nunez, A. J., J. M. Kenny M. M. Reboledo M. I. Aranguren et N. E. Marcovich. 2002. Thermal and Dynamic Mechanical Characterization of Polypropylene-Woodflour Composites. Journal of Polymer Engineering and Science, vol. 42, no 4, p. 733-742.
- Nuopponen, M., T. Vuorinen, S. Jämsä et P. Viitaniemi. 2004. Thermal Modifications in Softwood Studied by FT-IR and UV Resonance Raman Spectroscopies. Journal of Wood Chemistry and Technology vol. 24, no 1, p. 13-26.

- Organisation internationale de normalisation. 2003. ISO 4892-3 : Méthodes d'exposition à des sources lumineuses de laboratoire. Partie 3: Lampes fluorescentes UV.
- Pendleton, D. E., T. A. Hoffard, T. Adcock, B. Woodward et M. P. Wolcott. 2002. Durability of an Extruded HPDE/Wood Composite. *Forest Product Journal*, vol. 52, no 6, p. 21-27.
- Pilarski, J. M., et L. M. Matuana. 2006. Durability of Wood Flour-Plastic Composites Exposed to Accelerated Freeze-Thaw Cycling. II. High Density Polyethylene Matrix. *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 100, p. 35-39.
- Pritchard, G. 2004. Two technologies merge : wood plastic composites. *Journal of Reinforced Plastic*.
- Quintek Measurement Systems. 1999. QMS Tree Ring Analyser. User guide for model QTRS-01X.
- Raj R. G., et B. V. Kokta. 1991. Reinforcing High Density Polyethylene With Cellulosic Fibers. I. The Effect of Additives on Fiber Dispersion and Mechanical Properties. *Journal of Polymer Engineering*, vol. 31, no 18, p. 1358-1362.
- Reid, R. 2006. Composite decking gets off the ground. *Canplastics online Journal*.
- Rogers, J., et J. Simonsen. 2005. Interfacial shear strength of wood-plastic composites : a new pullout method using wooden dowels. *Journal of Adhesion Science Technology* vol. 19, no 11, p. 975-985.
- Rousset, P., P. Perré et P. Girard. 2004. Modification of mass transfer properties in poplar wood (*P. robusta*) by a thermal treatment at high temperature. *Holz Roh Werkst*, vol. 62, p. 113-119.
- Saengsuwan, S., S. Bualek-Limcharoen, G. R. Mitchell et R. H. Olley. 2003. Thermotropic liquid crystalline polymer (Rodrun LC5000)/polypropylene in situ composite films : rheology, morphology, molecular orientation and tensile properties. *Polymer Journal*, vol. 44, p. 3407-3415.
- Saheb, D. N., et J. P. Jog. 1999. Natural Fiber Polymer Composites : A Review. *Advance in Polymer Technology*, vol. 18, no 4. p. 351-363.

- Schramm, G. 1994. A Practical Approach to Rheology and Rheometry. Federal Haake Rheometers, Republic of Germany, p. 235-253.
- Scott, C. T., et S. Zauscher. 1997. Pulp Extrusion at Ultra High Consistency. Environmental Conference & Exhibit, vol. 2, p. 739-743.
- Sears K.D. 2001. Methods of making composites containing cellulosic pulp fibers. US Patent #6270883.
- Selden, R., B. Nyström et R. Langström. 2004. UV aging of poly(propylene)/wood-fiber composites. Journal of Polymer Composite, vol. 25, no 5, p. 543-553.
- Sherman, L.M. 2004. Rheometers : Which Type Is The Right For You? Journal of Plastic Technology, vol. 50, no 4, p. 64-73.
- Simonsen, J., C. M. Freitag, A. Silva et J. J. Morell. 2004. Wood/plastic ratio : Effect on the performance of borate biocides against a brown rot fungus. Holzforschung, vol. 58, p. 205-208.
- Stark, N. M. 1999. Wood Fiber Derived from Scrap Pallets Used in Polypropylene Composite. Forest Product Journal, vol. 49, no 6, p. 39-46.
- _____. 2001. Influence of Moisture Absorption on Mechanical Properties of Wood Flour-Polypropylene Composites. Journal of Thermoplastic Composite Materials, vol. 14, p. 421-431.
- Stokke, D.D. 2003. Fundamental Aspects of Wood as a Component of Thermoplastic Composites. Journal of Vinyl & Additives Technology, vol. 9, no 2, p. 96-104.
- Toriz, G., F. Denes et R. A. Young. 2002. Lignin-Polypropylene Composites. Part 1 : Composites From Unmodified Lignin and Polypropylene. Journal of Polymer Composites vol. 23, no 5, p. 806-813.
- Trotignon, J.P., J. Verdus, A. Dobraczynski et M. Piperau. 1996. Matières plastiques, structures-propriétés, mise en oeuvre, normalisation. Édition Nathan.
- Tucker, B. J., et D. A. Bender. 2003. Continuous ultrasonic inspection of extruded wood-plastic composites. Forest Product Journal, vol. 53, no 6, p. 27-32.
- Valeur au bois (Forintek Canada Corp. et Ressources naturelles Canada). 2006. Profil technologique : Application de la colorimétrie aux produits en bois d'apparence. TP-05-01E, p. 1-4.

- Ververis, C., K. Georghiou, N. Christodoulakis, P. Santas et R. Santas. 2004. Fiber dimensions, lignin and cellulose content of various plant materials and their suitability for paper production. *Journal of Industrial Crop and Products*, vol. 19, p. 245-254.
- Winandy, J. E., N. M. Stark et C. M. Clemons. 2004. Consideration in recycling of wood-plastic composites. 5th Global Wood and Natural Fibre Composites Symposium.
- Wolcott M.P., M. Chowdhury, D. Harper, T. Li, R. Heath et T. Rials. 2001. Coupling agent/lubricant interactions in commercial wood plastic formulations. Sixth International Conference on Woodfiber-Plastic Composites. Madison, WI.
- Wolcott, M.P. 2003. Production Methods and Platforms for Wood Plastic Composites. Non-Wood Substitutes for Solid Wood Products Conference, Melbourne, Australia.
- Yacykewych, A. 2004. Characterizing Colorants and Additives by Torque Rheometry. Society of Plastic Engineering, Color Appearance Division RETEC. Marco Island (FL), USA.
- Yang L., et S. Liu. 2005. Kinetic Model for Kraft Pulping Process. *Journal of Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 44, p. 7078-7085.
- Zaddi, E.H. 2002. Procédé de transformation des matières plastiques I. Université Laval.
- _____. 2003. Procédé de transformation des matières plastiques II. Université Laval.

ANNEXE 1

**ESTIMATION DES PARAMÈTRES DE LA LOI DE PUISSANCE À L'AIDE DE
MATLAB**

```

% Programme pour minimiser une fonction de loi de puissance à partir d'une
% courbe expérimentale
%
% Programmé par : Joël Soucy
%
% Ce programme utilise la méthode de Newton pour évaluer la valeur de beta.
% Parmi les paramètres de réglage, on retrouve beta(1) et D étant le
% critère de convergence.
%
clear all; clc;
format long;
global a betafinal eta0 Matrice;
% Entré la matrice des données (cisaillement, viscosité)
% T=180
% Matrice=[251 158 100 63.8 39.8 25.1 15.8 10 6.38 3.98 2.51 1.58 1 0.638 0.398;
903.756 1193.835 1594.43 2069.348 2586.738 3222.783 4111.33 5417.149
7158.592 9886.937 13638.78 17911.381 23850 33516.18 44430.48]'
% T=160
% Matrice=[251 158 100 63.8 39.8 25.1 15.8 10 6.38 3.98 2.51 1.58 1; 970.71
1276.115 1650.156 2139.34 2767.398 3537.442 4554.48 5831.91 7450.594
9647.782 12342.73 15640.66 20015.689]'
% T=200
Matrice=[251 158 100 63.8 39.8 25.1 15.8 10 6.38 3.98 2.51 1.58 1; 786.754
1015.251 1307.877 1622.638 2036.631 2720.875 3542.648 4599.734 5819.17
7447.281 9534.692 12128.33 15205.51]'

[a,b]=size(Matrice);%a=lignes, b=colonne;
Nbmax=1000; %Nombre d'itération maximale
beta=zeros(Nbmax+1,1);
beta(1)=0.5; %On pose une valeur initiale de beta
for z=1:Nbmax
F=0;Fprime=0;Fy=0;eta0=0;num=0;deno=0;denod=0;numd=0;eta0=0;etad=0;
% On pose une valeur de delta faible pour évaluer numériquement la dérivé
delta=0.0001;

```

```

%Calcul de eta0
for i=1:a
    num=num+Matrice(i,2)*Matrice(i,1)^(beta(z)-1);
    deno=deno+Matrice(i,1)^(2*beta(z)-2);
    denod=denod+Matrice(i,1)^(2*(beta(z)+delta)-2);
    numd=numd+Matrice(i,2)*Matrice(i,1)^((beta(z)+delta)-1);
end
eta0=num/deno;
eta0d=numd/denod;
for j=1:a
%Évaluation de F(b) à beta=beta(z)
F=F+(eta0*Matrice(j,1)^(beta(z)-1)-Matrice(j,2))*eta0*Matrice(j,1)^(beta(z)-
1)*log(Matrice(j,1));
%Évaluation de la F(b) à beta=beta(z)+delta
Fy=Fy+(eta0d*Matrice(j,1)^((beta(z)+delta)-1)-
Matrice(j,2))*eta0d*Matrice(j,1)^((beta(z)+delta)-1)*log(Matrice(j,1));
end
%Approximation de dF/db
Fprime=(F-Fy)/delta;
% Pas de la méthode de Newton
beta(z+1)=beta(z)-F/Fprime;
%critère d'arrêt
D=abs(F/Fprime);
if D<0.005
break %Si pas de convergence, on arrête.
Z;
betafinal=beta(z);
eta0;
[Matrice_Theorique,Rsquare]=result(a,Matrice,betafinal,eta0)
end
end
%Affichage de quelques résultats :
eta0
betafinal=beta(z)
[Matrice_Theorique,Rsquare]=result(a,Matrice,betafinal,eta0)

```

Fonction Result.m

```

% Fonction calculant la courbe du modèle théorique et le coefficient R2 de
% Pearson par rapport aux valeurs expérimentales
function [Matrice_Theorique,Rsquare]=result(a,Matrice,betafinal,eta0)
%Calcul des valeurs du modèle théorique
Matrice_Theorique=zeros(a,2);
%Insertion des valeurs de cisaillement dans la première colonne

```

```

Matrice_Theorique(:,1)=Matrice(:,1);
%Calcul des valeurs de viscosité du modèle théoriques
for k=1:a
    Matrice_Theorique(k,2)=eta0*Matrice(k,1)^(betafinal-1);
end
Matrice_Theorique;
%Calcul du coefficient R2 de Pearson
Diff=(((Matrice_Theorique(:,2)-Matrice(:,2))./Matrice_Theorique(:,2))).^2;
Rsquare=(1-sum(Diff(:)))
%Affichage Graphique des courbes théoriques et expérimentales
semilogy(Matrice(:,1),Matrice(:,2),'ro',Matrice_Theorique(:,1),Matrice_Theorique(:,2)
),'bs-');
title('Viscosité en fonction du cisaillement')
xlabel('Cisaillement (s-1)')
ylabel('Viscosité (Pa.s)')
legend('Expérimentale','Théorique')
end

```

ANNEXE 2

ESTIMATION DES COURBES DU RHÉOMÈTRE À TORQUE PAR DES POLYNÔMES DANS MATLAB

```

%Ce programme permet à partir des résultats bruts de tracer la courbe réponse du
couple en %fonction du temps obtenue dans le rhéomètre à torque.
%
%Programmé par : Joël Soucy
%
%
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%
clc;clear all;
global torq torqc50 torqc60 torqc70 torqk50 torqk60 torqk70 torqt50 torqt60 torqt70
Ordre1 Ordre2 x w
tic
%Saisie des données
torq=xlsread('VIRGINPOLYMERMOYEN.xls','180');
torqc50=xlsread('Results.xls','c50');
torqc60=xlsread('Results.xls','c60');
torqc70=xlsread('Results.xls','c70');
torqk50=xlsread('Results.xls','k50');
torqk60=xlsread('Results.xls','k60');
torqk70=xlsread('Results.xls','k70');
torqt50=xlsread('Results.xls','t50');
torqt60=xlsread('Results.xls','t60');
torqt70=xlsread('Results.xls','t70');
%Ordre du polynôme des 2 fonctions séparées
Ordre1=5;%Zone d'alimentation (A)
Ordre2=20;%Zone de fusion, mélange et stable (B)
%Matrices de résultats globales
R_pearson=zeros(10,2);%Coefficient de Pearson zone A (j=1) et B(j=2)
tmaxtorque=zeros(10,1);%Stockage du temps au torque maximum
Poly1=zeros(Ordre1+1,10);%Paramètres du polynôme zone A
Poly2=zeros(Ordre2+1,10);%Paramètres du polynôme zone B
Maximum_torque=zeros(10,1);%Torque Maximum

```

```

Emec=zeros(10,1);%Énergie Mécanique
Emec_courbe=zeros(10,1);%Énergie mécanique estimé
%Préparation de l'impression des résultats
x=Linspace(0, 20, 100);%Vecteur réponse pour tracer les graphique
[v,w]=size(x);
%Matrice de stockage des fonctions estimées
evaltorque=zeros(w,11);%Couple M
evaltime=zeros(w,11);%Temps t

for i=1:10
    if i==1
        torq=torq;
    elseif i==2
        torq=torqc50;
    elseif i==3
        torq=torqc60;
    elseif i==4
        torq=torqc70;
    elseif i==5
        torq=torqk50;
    elseif i==6
        torq=torqk60;
    elseif i==7
        torq=torqk70;
    elseif i==8
        torq=torqt50;
    elseif i==9
        torq=torqt60;
    elseif i==10
        torq=torqt70;
    end
    %Appel de la fonction torqueresult permettant de calculer l'énergie mécanique et
    d'estimer les fonctions
    [P1, S1, P2, S2, f1, f2, R, R11, Max_torque, Energie_mecanique,
    Energie_mecanique_courbe, tmaxtor,
    temps_final]=torqueresult(torq,Ordre1,Ordre2);
    %Compilation des données dans les matrices de résultat globales
    R_pearson(i,1)=R11(1,2);
    R_pearson(i,2)=R(1,2);
    Poly1(:,i)=P1(:);
    Poly2(:,i)=P2(:);
    Maximum_torque(i)=Max_torque;
    tmaxtorque(i)=tmaxtor;
    tmax(i)=temps_final-1;

```

```

Emec(i)=Energie_mecanique;
Emec_courbe(i)=Energie_mecanique_courbe;
end
%Appel de la fonction courbe permettant de tracer les graphiques
for k=1:10
[y,xx]=courbe(Poly1, Poly2, Maximum_torque, tmaxtorque, x, w, k, tmax);
evaltorque(:,k+1)=y(:);
evaltime(:,k+1)=xx(:);
end
%Affichage graphique et enregistrement au format bipmap.
plot(evaltime(:,3),evaltorque(:,3),'m','LineWidth',2)
hold on
plot(evaltime(:,4),evaltorque(:,4),'b-','LineWidth',2)
plot(evaltime(:,5),evaltorque(:,5),'--','LineWidth',2,'Color',[.6 .4 0])
hold off
title({'Torque variation as a function of the time and fiber load for the CTMP blend','
at 180 \circC and 20 RPM'},'fontsize',14)
xlabel('Time (min)','fontsize',12)
ylabel('Torque (N.m)','fontsize',12)
legend('50%','60%','70%')
legend boxoff
saveas(gcf,'FigureCTMP2','fig')
plot(evaltime(:,6),evaltorque(:,6),'m','LineWidth',2)
hold on
plot(evaltime(:,7),evaltorque(:,7),'b-','LineWidth',2)
plot(evaltime(:,8),evaltorque(:,8),'--','LineWidth',2,'Color',[.6 .4 0])
hold off
title({'Torque variation as a function of the time and fiber load for the Kraft pulp
blend','at 180 \circC and 20 RPM'},'fontsize',14)
xlabel('Time (min)','fontsize',12)
ylabel('Torque (N.m)','fontsize',12)
legend('50%','60%','70%')
legend boxoff
saveas(gcf,'FigureKraft2','fig')
plot(evaltime(:,9),evaltorque(:,9),'m','LineWidth',2)
hold on
plot(evaltime(:,10),evaltorque(:,10),'b-','LineWidth',2)
plot(evaltime(:,11),evaltorque(:,11),'--','LineWidth',2)
hold off
title({'Torque variation as a function of the time and fiber load for the TMP blend','at
\circ180 Celsius and 20 RPM'},'fontsize',14)
xlabel('Time (min)','fontsize',12)
ylabel('Torque (N.m)','fontsize',12)
legend('50%','60%','70%')

```

```

legend boxoff
saveas(gcf,'FigureTMP2','fig')
plot(evaltime(:,6),evaltorque(:,6),'m:','LineWidth',2)
hold on
plot(evaltime(:,3),evaltorque(:,3),'b-','LineWidth',2)
plot(evaltime(:,9),evaltorque(:,9),'--','LineWidth',2,'Color',[.6 .4 0])
hold off
title({'Torque variation as a function of the time and fiber load for the CTMP',' Kraft
and TMP pulps at 180 \circC, 20 RPM and 50% fiber load'},'fontsize',14)
xlabel('Time (min)','fontsize',12)
ylabel('Torque (N.m)','fontsize',12)
legend('Kraft','CTMP','TMP')
legend boxoff
saveas(gcf,'Figure50%2','fig')
plot(evaltime(:,7),evaltorque(:,7),'m:','LineWidth',2)
hold on
plot(evaltime(:,4),evaltorque(:,4),'b-','LineWidth',2)
plot(evaltime(:,10),evaltorque(:,10),'--','LineWidth',2,'Color',[.6 .4 0])
hold off
title({'Torque variation as a function of the time and fiber load for the CTMP',' Kraft
and TMP pulps at 180 \circC, 20 RPM and 60% fiber load'},'fontsize',14)
xlabel('Time (min)','fontsize',12)
ylabel('Torque (N.m)','fontsize',12)
legend('Kraft','CTMP','TMP')
legend boxoff
saveas(gcf,'Figure60%2','bmp')
plot(evaltime(:,8),evaltorque(:,8),'m:','LineWidth',2)
hold on
plot(evaltime(:,5),evaltorque(:,5),'b-','LineWidth',2)
plot(evaltime(:,11),evaltorque(:,11),'--','LineWidth',2,'Color',[.6 .4 0])
hold off
title({'Torque variation as a function of the time and fiber load for the CTMP','Kraft
and TMP pulps at 180 \circC, 20 RPM and 70% fiber load'},'fontsize',14)
xlabel('Time (min)','fontsize',12)
ylabel('Torque (N.m)','fontsize',12)
legend('Kraft','CTMP','TMP')
legend boxoff
saveas(gcf,'Figure70%2','fig')
xlswrite('polyfit.xls',evaltorque,'Torque');
xlswrite('polyfit.xls',evaltime,'Time');
toc

```

Fonction torqueresult.m

```

function [P1, S1, P2, S2, f1, f2, R, R11, Max_torque, Energie_mecanique,
Energie_mecanique_courbe, tmaxtor, temps_final]=torqueresult(torq, Ordre1,
Ordre2)
%une constante pour chaque test.
rpm=20;
%Calcul de n (le nombre de donnée saisie)
nn=size(torq);
n=nn(1);
%Affichage du temps final
temps_final=torq(n,1);
%Calcul de l'intégrale numérique
surface_totale=0;
%Calcul de la surface sous la courbe
for i=1:n-1
    surface_moyenne=(torq(i,2)+torq(i+1,2))*(torq(i+1,1)-torq(i,1))/2;
    surface_totale=surface_totale+surface_moyenne;
end
%Calcul de l'énergie mécanique totale en KJ
Energie_mecanique=2*pi*rpm*surface_totale/1000;
%Détermination du moment du couple maximal
Max_torque=max(torq(:,2));
indice=0;
for i=1:n
    if torq(i,2)==Max_torque
        indice=i;
        tmaxtor=torq(i,1);
    end
end
indice;
%Séparation de la fonction torq en 2 fonctions avant et après le couple
%maximal
tor1=zeros(indice,2);
tor2=zeros(n-indice+1,2);
for k=1:indice
    tor1(k,:)=torq(k,:);
end
w=0;
for k=indice:n
    w=k-indice+1;
    tor2(w,:)=torq(k,:);
end
%calcul des polynomes obtenus

```

```

[P1,S1]=polyfit(tor1(:,1),tor1(:,2),Ordre1);
[P2,S2]=polyfit(tor2(:,1),tor2(:,2),Ordre2);
f1=polyval(P1,tor1(:,1));
f2=polyval(P2,tor2(:,1));
%Calcul des coefficient de corrélation de Pearson
[R,P,RLO,RUP]=corrcoef(tor2(:,2),f2);
[R11,P11,RLO11,RUP11]=corrcoef(tor1(:,2),f1);
%Calcul de l'énergie mécanique a partir des 2 courbes estimé par polyfit
nn1=size(tor1);
nn2=size(tor2);
n1=nn1(1);
n2=nn2(1);
surface_totale_courbe=0;
for i=1:n1-1
    surface_moyenne1=(tor1(i,2)+tor1(i+1,2))*(tor1(i+1,1)-tor1(i,1))/2;
    surface_totale_courbe=surface_totale_courbe+surface_moyenne1;
end
for i=1:n2-1
    surface_moyenne2=(tor2(i,2)+tor2(i+1,2))*(tor2(i+1,1)-tor2(i,1))/2;
    surface_totale_courbe=surface_totale_courbe+surface_moyenne2;
end
Energie_mecanique_courbe=surface_totale_courbe*2*pi*rpm/1000;

```

Fonction courbe.m

```

function [y,xx]=courbe(Poly1, Poly2, Maximum_torque, tmaxtorque, x, w, k, tmax)
%Cette fonction stock dans une matrice chacun des points utilisé pour la
%création des graphiques
y=zeros(w,1);
xx=zeros(w,1);
xx=x;
%Création du vecteur y contenant les arguments réponses estimé par polyfit
for j=1:w
    if xx(j)<tmaxtorque(k)
        y(j)=polyval(Poly1(:,k),xx(j));
    elseif x(j)>=tmaxtorque(k)
        y(j)=polyval(Poly2(:,k),xx(j));
    end
end
%Éliminer les valeurs négatives et des points absurdes
for jj=1:w

```

```
if y(jj)>Maximum_torque(k);
    y(jj)=Maximum_torque(k);
elseif y(jj)<0
    y(jj)=0;
end
if xx(jj)>tmax(k)
    xx(jj)=tmax(k);
    y(jj)=y(jj-1);
end
end
%ajout du point au torque maximum
for z=2:w

    if tmaxtorque(k)<=xx(z)
        if tmaxtorque(k)>xx(z-1)

            xx(z)=tmaxtorque(k);
            y(z)=Maximum_torque(k);
        end
    end
end
end
```

ANNEXE 3

RÉSULTATS DES ESSAIS DE RÉSILIENCE IZOD



Centre de technologie minérale et de plasturgie inc. (CTMP)
 671, boulevard Frontenac Ouest, porte 8
 Thetford Mines (Québec) G6G 1N1
 Téléphone : (418) 338-6410 Télécopieur : (418) 338-9584
 ctmp@cegepth.qc.ca – www.ctmp.ca

IMPACT IZOD ASTM D256, Méthode A

Date: 14 mars 2006
Client: M. Joël Soucy
 UQAT, CRC-Bois
 445, de l'Université
 Rouyn Noranda, Qué.
 J9X 5E4

Pendule: 2 pi-lb
Température: 23°C
Humidité: 38%
Appareil: Impact tester TMI No.43-1
Temps de conditionnement après entaillles: 40 heures
Profondeur résiduelle: 10,16 mm
Facteur de correction: 0,03 pi-lb
Échantillons: TMP, Kraft et CTMP

Résultats:

TMP				
	Épaisseur (mm)	Impact corrigé (pi-lb)	Impact (J/m)	Impact (KJ/m ²)
1	9,20	0,25	36,84	3,63
2	9,26	0,26	38,07	3,75
3	9,22	0,27	39,70	3,91
4	9,29	0,26	37,95	3,73
5	9,29	0,27	39,40	3,88
6	9,25	0,26	38,11	3,75
7	9,21	0,25	36,80	3,62
8	9,30	0,27	39,36	3,87
9	9,20	0,26	38,32	3,77
10	9,24	0,27	39,62	3,90
<i>Moyenne:</i>			38,42	3,78
<i>Écart-type:</i>			1,08	0,11



Centre de technologie minérale et de plasturgie inc. (CTMP)
 671, boulevard Frontenac Ouest, porte 8
 Thetford Mines (Québec) G6G 1N1
 Téléphone : (418) 338-6410 Télécopieur : (418) 338-9584
 ctmp@cegepth.qc.ca – www.ctmp.ca

Kraft				
	Épaisseur (mm)	Impact corrigé (pi-lb)	Impact (J/m)	Impact (KJ/m ²)
1	9,97	0,27	36,72	3,61
2	9,64	0,31	43,60	4,29
3	9,76	0,33	45,84	4,51
4	9,72	0,32	44,64	4,39
5	9,77	0,31	43,02	4,23
6	9,61	0,29	40,91	4,03
7	9,77	0,29	40,24	3,96
8	9,96	0,30	40,84	4,02
9	9,84	0,33	45,47	4,48
10	9,86	0,32	44,00	4,33
<i>Moyenne:</i>			42,53	4,19
<i>Écart-type:</i>			2,93	0,28

CTMP				
	Épaisseur (mm)	Impact corrigé (pi-lb)	Impact (J/m)	Impact (KJ/m ²)
1	9,15	0,35	51,86	5,10
2	9,21	0,36	53,00	5,22
3	9,24	0,36	52,82	5,20
4	9,20	0,37	54,53	5,37
5	9,16	0,35	51,81	5,10
6	9,23	0,33	48,47	4,77
7	9,18	0,35	51,69	5,09
8	9,14	0,34	50,44	4,96
9	9,17	0,34	50,27	4,95
10	9,22	0,36	52,94	5,21
<i>Moyenne:</i>			51,78	5,10
<i>Écart-type:</i>			1,72	0,17

N'hésitez pas à communiquer avec nous pour des informations complémentaires

Eric Leclair, Ing.

ANNEXE 4

**EXEMPLE DE SCRIPT SAS AVEC PROCÉDURE GLM PERMETTANT DE
VÉRIFIER L'EFFET SIGNIFICATIF DES VARIABLES**

```
proc glm data=c; *programmer un anova;
class fibres; *Pour vérifier si la nature des fibres a un effet
significatif sur une variable;
model MOE_traction=fibres/E3; *On veut étudier l'effet sur le module
d'élasticité en traction;
contrast 'TMP vs CTMP' fibres -2 1 1/Etype=3; *On compare les fibres TMP
aux fibres CTMP;
contrast 'KRAFT vs CTMP' fibres 0 1 -1/Etype=3; *On compare les fibres
Kraft au fibres CTMP
run;
```

The GLM Procedure					
Dependent Variable: MOE_Traction					
MOE Traction					
Source	DF	Somme des carrés	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
Model	2	3882179.603	1941089.802	37.27	<.0001
Error	18	937568.890	52087.161		
Corrected Total	20	4819748.493			
R-carré 0.805473 Coeff Var 9.838190 Racine MSE 228.2261 MOE_Traction Moyenne 2319.798					
Source	DF	Type III SS	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
Fibres	2	3882179.603	1941089.802	37.27	<.0001
Contraste	DF	Contraste SS	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
TMP vs CTMP	1	3713093.691	3713093.691	71.29	<.0001
KRAFT vs CTMP	1	169085.912	169085.912	3.25	0.0884

La nature des fibres à un effet significatif sur les valeurs de module d'élasticité en traction.