# Caractérisation mécanique d'un composite Bois-Polymère moulé par injection

# Mohamed Ali LAHMAR<sup>1</sup>, Emmanuel FERRIER<sup>1</sup>, Amir SI LARBI<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Université Claude Bernard Lyon 1, IUT Lyon1, Laboratoire des Matériaux composites pour la Construction (LMC2) Mails : <u>emmanuel.ferrier@univ-lyon1.fr</u> mohamed-ali.lahmar@univ-lyon1.fr

<sup>2</sup>Univ de Lyon, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Saint-Etienne (ENISE), Laboratoire de Tribologie et de Dynamique des Systèmes (LTDS). Mail : <u>amir.si-larbi@enise.fr</u>

*RÉSUMÉ* : Le but de cette étude est de développer un nouveau matériau composite à base d'une matrice polypropylène renforcée par des microfibres de bois pour un usage en isolation par l'extérieur sous forme de panneaux de bardage. Plusieurs mélanges ont été préparés avec différents taux de renfort en utilisant deux types de granulométrie de farine de bois (1 mm et 200 µm) et deux types de Polypropylène. Des essais de Traction, Flexion et de dilatation thermique ont été effectués sur chaque mélange. Nous avons constaté une augmentation de la rigidité du composite avec l'augmentation du taux de renfort en fibres de bois. On a remarqué que les mélanges à 30% de renfort en fibre de bois ont des propriétés mécaniques similaire quelle que soit la granulométrie de la farine utilisée et le type du polypropylène. Une diminution de la dilatation thermique a été observée avec l'augmentation du taux de bois. Nous avons également utilisé la technique de tomographie à rayons X pour déterminer le pourcentage volumique de vides et de fibres dans le composite. Ces données nous ont permis de comparer les différents modèles de prédiction du module d'élasticité du composite.

*ABSTRACT:* The purpose of this study was to develop a new composite material based on a polypropylene matrix reinforced with wood microfiber for external insulation purposes using cladding panels. Several mixtures were prepared with different levels of reinforcement using two types of wood flour (1 mm and 200 microns) and two types of polypropylene. Traction, bending and thermal expansion tests were carried out on each mixture. We noticed an increase in the stiffness of the composite with the increase in reinforcement factor. Regardless of the size of the flour particules and the type of polypropylene, it was noted that the mixtures with 30% of fiber have similar mechanical properties. A decrease of thermal expansion was observed with the increase in the wood flour rate in the composite. We also used the X-ray tomography technique for determining the volume percentage of voids and fibers in the composite. These data allowed us to compare different prediction models of the elastic modulus.

MOTS-CLÉS : bois-polymère, WPC, microfibres, polypropylène, tomographie, modèles analytiques.

 $KEY \ WORDS: \ wood-polymer, \ WPC, \ microfibers, \ polypropylene, \ tomography, \ analytical \ models.$ 

## 1. Introduction

L'utilisation de fibres naturelles comme renfort dans les matières plastiques est largement répandue dans de nombreuses industries (voitures, avions, etc.). Ces fibres peuvent être utilisées pour se substituer à des matériaux plus couteux et moins écologiques. Les deux types de composites bois-polymères les plus communs sont en polyéthylène (PE) ou polypropylène (PP) renforcés avec farine/fibres de bois. Les propriétés des composites bois-polymères dépendent des caractéristiques de la matrice, des fibres de bois, la fraction du renfort, l'interaction chimique entre les fibres de bois et le polymère, l'absorption de l'humidité, des conditions de mise en œuvre, etc. [PRA 03, HRI 08, GAM 06]. Nous nous sommes intéressés dans cette étude à l'utilisation de la farine de bois/nano-fibres de bois (déchets de sciure) dans le renforcement d'une matrice thermoplastique en polypropylène (PP). Le premier avantage de ce matériau est la recyclabilité du PP et la biodégradabilité du bois, ce qui confère au composite un profil plus écologique. Plusieurs études ont montré qu'il était possible d'obtenir de meilleures propriétés mécaniques par rapport au PP pur et aussi une meilleure durabilité que le bois seul [STA 02]. L'une des principales limitations de ce composite est l'incompatibilité entre les fibres de bois et la matrice polymère. Les Polymère ont un caractère hydrophobe, ce qui contraste avec le caractère hydrophile des fibres de bois. Ces caractéristiques affectent fortement l'adhérence entre les deux matériaux [TRA 13]. De nombreuses études ont porté sur ce problème particulier, ainsi que les principales solutions trouvées pour améliorer la compatibilité sont l'utilisation de prétraitements de la fibre et / ou un polymère de bois par un traitement de revêtement de surface, ou l'utilisation d'agents de couplage, qui améliorent les propriétés mécaniques et l'absorption d'eau [MAL 08].

#### 2. Détails expérimentaux

#### 2.1. Préparation des éprouvettes

Le dosage des mélanges sous forme de pellets a été réalisé à l'aide d'une extrudeuse bi-vis de type Leitritz D34, puis les éprouvettes ont été moulée par injection à l'aide d'une presse de type BILLION HERCULE 200 H470. Le polymère utilisé est le Polypropylène grade 12 qui est un thermoplastique semi-cristallin. La farine utilisée est issue des déchets de sciure de bois. Deux types de farine de granulométries différentes ont été utilisées 1mm et 200µm.

#### 2.2. Essais de traction et de flexion

Les essais de traction et de flexion à température ambiante ont été réalisés à l'aide d'une machine universelle Zwick/1475 conformément à la norme ISO 527-1[EN 12] pour la traction et EN 15534-1[EN 14] pour la flexion. Cinq éprouvettes ont été testées pour chaque mélange. L'ensemble des mélanges testés est montré dans le Tableau 1. La force de traction en KN est mesurée par un capteur de force sur la machine, et les mesures de la déformation longitudinale en traction sont faites à l'aide des jauges de déformation de 10mm collé sur la surface de chaque éprouvette. Une deuxième jauge a été utilisée pour mesurer la déformation transversale, ce qui nous permet par la suite de déterminer le coefficient de poisson du matériau. Le module élastique en traction est déterminé à l'aide de l'équation [1] avec Et et Em présentent respectivement le module en traction et en flexion conformément à la norme ISO 527-2 [EN 96]. Des essais de traction à 60°C ont été réalisés sur des éprouvettes de composites à 50% de farine 200µm. Le module en flexion a été calculé à l'aide de l'équation [2].

$$E_t = \frac{\sigma_{0.0025} - \sigma_{0.0005}}{\varepsilon_{0.0025} - \varepsilon_{0.0005}}$$
[1]

$$E_m = \frac{l_1^3 (F_2 - F_1)}{4.b.h^3.(a_2 - a_1)}$$
<sup>[2]</sup>

Avec :

l1 : entraxe.

b : largeur.

h : épaisseur.

(F1-F2) : incrément de charge en N. F1 et F2 doivent correspondre approximativement à 10% et 20% de la charge maximale.

(a1-a2) : incrément de flèche correspondant à (F1-F2).

#### Tableau 1. Mélanges testés.

Pourcentage de renfort en fibres de bois	Type de mélange
0%	Polypropylène Pur
	Farine 1mm
30% et 50%	Farine 200µm
	80% 1mm + 20% 200μm

#### 2.3. Essais de dilatation thermique

Les tests de dilatation thermique ont été effectués sur les mêmes échantillons utilisés dans les tests de flexion selon la norme ISO 11359-2[EN 99]. Les tests consistent à mettre les échantillons dans une chambre climatique, puis appliquer la plage de température souhaitée, qui correspond à une variation de -25 ° C à 60 ° C. Sur la surface de chaque éprouvette une jauge de déformation a été collée pour enregistrer la déformation longitudinale. Un échantillon de contrôle qui, stable dans la plage de température considérée, a été introduit afin d'enregistrer et puis éliminer la déformation des jauges due aux variations de température.

#### 3. Résultats et discussions

#### 3.1. Propriétés en traction et en flexion

L'évolution du module élastique en traction en fonction du taux de renfort en fibres de bois est représentée sur la figure 1(a). Cette évolution est presque linéaire quel que soit le type de farine utilisée. Le module de traction augmente avec l'augmentation du taux de renforcement. Par exemple, pour le composite renforcé avec seulement 10% de farine de 200µm, on note une augmentation de 95% de module par rapport au Polypropylène. Avec l'augmentation de la rigidité, on note aussi la diminution de la résistance à la traction et de l'allongement plastique à la rupture (figure 2(a)). Ces résultats sont conformes à ceux de Julson et al [JUL 04]. On constate que l'effet du type de farine ne se manifeste de manière significative qu'à partir de 40% de taux de renfort. L'utilisation d'une seconde jauge pour mesurer les déformations transversales a permis de tracer les courbes de déformations transversales en fonction des déformations longitudinales (figure 10). Le coefficient de Poisson qui est calculé à partir de la pente de la partie linéaire des courbes est de 0,35. Considérant que d'abord les courbes pour tous les mélanges sont confondues au départ, la première conclusion est que le coefficient de Poisson est indépendant du type et de la teneur en fibres. On constate le début de l'endommagement du matériau qui est marqué par la perte de proportionnalité entre la direction transversale et longitudinale et qui correspond sensiblement à 50% de la contrainte de traction maximale.

Des essais de traction à 60°C ont été effectuées sur le mélange à 50% de farine 200 $\mu$ m. Ce mélange possède le plus haut module d'élasticité à 25°C. Le module d'élasticité initialement de 4750 MPa à 25°C, diminue à 1566 MPa à 60°C, ce qui représente une perte de 67% de la rigidité. La résistance à la traction initialement de 22,40 MPa à 25°C chute de 57,5% à 60°C pour passer à 9,50 MPa. Cette perte de propriétés mécaniques du composite à 60°C est liée à la perte des propriétés du polymère, car le bois se détériore à 200°C. Les courbes de la figure 4 montrent une comparaison entre les résultats des tests à 60°C et 25°C.







Figure 2. Résistance à la traction (a) et en flexion (b) en fonction de la fraction massique des fibres.

Le module de flexion est représenté sur la figure 1(b). Identiquement à ce qui a été observé dans les essais de traction, le module de flexion augmente avec l'augmentation du taux de renfort d'une manière linéaire. L'influence du type de farine utilisée dans le mélange n'apparait qu'à 50% de taux de renfort. De 10% à 40% les valeurs des modules pour les différentes farines sont très proches voire identiques. La résistance à la flexion (figure 2(b)) augmente avec le taux de renfort jusqu'à atteindre un maximum à 30% de fibres, puis la tendance s'inverse. Ce résultat s'explique par l'augmentation des quantités de fibres qui ne sont pas correctement enrobées par le polymère. L'observation des échantillons après le test montre que la rupture a lieu par traction sur la face inférieure des éprouvettes.

#### 3.2. Résultats de dilatation thermique

L'essai décrit dans 2.3 a été répété trois fois avec les mêmes conditions et sur les mêmes échantillons. Les données de l'essai nous ont permis de tracer la courbe déformation – température dans la figure 3. Dans la figure 15, nous avons choisi de présenter les résultats des mélanges à 10% et 50% de renfort pour les deux types de farine. Nous remarquons que les pentes des courbes augmentent entre le premier et le second test, puis restent stable dans le troisième test. Ce résultat indique que la déformation du composite due à la variation de la température est plus importante au cours du 2éme et 3éme essais. En effet, au cours du premier essai, l'adhérence entre les particules de bois et la matrice de polypropylène a empêché une déformation importante du matériau composite, ensuite cette adhésion est dégradée par effet de dilatation de la matrice. Ces courbes nous ont permis de calculer le coefficient de dilatation thermique linéaire représenté sur la figure 5 pour le mélange avec la farine de 200 $\mu$ m. On remarque que le CDT diminue avec l'augmentation du taux de fibres. Ces résultats s'expliquent par un plus faible CDT des fibres de bois par rapport à la matrice en PP.



Figure 3. Courbes déformation – Température.



Figure 4. Résultats de traction à 60°C et 25°C.



40

50

60

#### 4. Modélisation analytique

#### 4.1. Résultats de la tomographie

Afin de mieux comprendre les résultats mécaniques, nous avons effectué une analyse par tomographie rayon x sur nos composites. L'observation des échantillons par cette technique a été réalisée sur un tomographe GE Phoenix v | tome | xs. Aucun traitement préalable n'est nécessaire sur les échantillons. La résolution sélectionnée est de 6 µm qui est tout à fait suffisante pour l'observation de la distribution des fibres et des vides à l'intérieur de l'échantillon. Dans le cadre de cet article, on ne présentera que les résultats des mélanges à 10% et 50% de fibres. Les images brutes (avant traitement) pour les mélanges à 10% et 50% de fibres de 200µm sont montrées dans la figure 6. Sur ces images, nous pouvons déjà distinguer les fibres, la matrice et les vides avec la différence dans leur échelle de niveau de gris.





Les particules de petite taille dans la farine de 200 µm sont réparties d'une façon plus homogène, ce qui peut être expliqué par une viscosité plus faible de ce mélange par rapport à celui de farine 1mm et qui est conforme aux résultats de Migneault [SEB 08] et BALAMOTOFF [ALE 11]. Après le traitement des images brutes, les fibres ou vides peuvent être isolés pour calculer leur fraction volumique. La figure 7 présente la répartition dans les mélanges des fibres isolées.

À l'aide du logiciel ImageJ, il a été possible de déterminer la fraction volumique de fibres et de vides dans les divers mélanges (tableau 2). Les résultats montrent une faible fraction volumique de vides dans les différents mélanges. Les vides sont essentiellement concentrés dans le noyau de l'échantillon.

Type de fibres	Fraction massique des fibres $x_f$	Fraction volumique des fibres $v_f$	Fraction volumique des vides	Fraction volumique des fibres pris dans les modèles
1mm	10	8,3±0,6	<1%	9
	30	27,3±2,5	1%	28
	50	44,3±4,5	2%	45
200µm	10	8±1	<1%	8
	30	26,7±2,9	1%	27
	50	42,7±6,7	1%	43

**Tableau 2.** Fraction volumique des vibres et des vides dans le composite.



Figure 7. Distribution des fibres isolées dans le composite.

#### 4.2. Prédiction du module élastique

Dans cet article, on va présenter deux modèles analytiques qui ont la même forme mathématique. Le modèle MFS (Mass Fraction based Simple) qui utilise directement les fractions massiques de fibres et le modèle de BB (Bowyer-Bader) qui utilise les fractions volumiques. Chacun de ces deux modèles possède un coefficient ajustable. Ces coefficients qui sont  $\alpha_v$  et  $\alpha_m$  respectivement pour les modèles BB et MFS représentent les coefficients de travail ou d'efficacité des fibres dans le composite. Les modèles BB et MFS sont présenté respectivement par les équations [3] et [4].

$$E_c = E_m v_m + \alpha_v E_f v_f$$
<sup>[3]</sup>

$$E_c = E_p x_p + \alpha_m E_f x_f \tag{4}$$

Avec :

Ec : Module élastique du composite.

 $v_f$  et  $v_m$  : Fraction volumique de fibre et de la matrice.

 $X_f$  et  $X_p$  : fraction massique de fibre et de polymère.

Si on fixe les valeurs de Ep à 1200MPa et Ef à 10000MPa, la valeur du paramètre dans chacun des modèles ( $\alpha v$  et  $\alpha m$ ) doit être ajusté de telle manière que les courbes (Ec - Em) =f (vf) et (Ec - Ep) =f (xf) correspondent aux données expérimentales pour le modèle BB et la courbe.

Les résultats de la validation des modèles sont présentés dans les figures 8 et 9. Les valeurs des paramètres ajustables sont présentées dans le tableau 3.

Tableau 3.	Valeurs	des	paramètres	ajustables.
------------	---------	-----	------------	-------------

Type de farine	$\alpha_v$ (BB model)	$\alpha_m$ (MFS model)
1mm	0,85	0,82
200µm	0,9	0,82

Les résultats du modèle MFS illustré à la figure 8 montrent que ce modèle prédit de manière satisfaisante le module d'élasticité du composite, malgré le fait qu'il ne prend en compte la fraction massique des composants. Nous constatons que les deux modèles donnent des résultats très proches des valeurs expérimentales pour 30% et 40% de fraction massique pour de les deux types farine.



Figure 8. Comparaison des résultats expérimentaux avec le modèle BB : (a) farine 200µm et (b) farine 1mm.



Figure 9. Comparaison des résultats expérimentaux avec le modèle MFS : (a) farine 200µm et (b) farine 1mm.

### **5.** Conclusion

Sur cette étude, il a été démontré à travers les tests de traction et de flexion que la rigidité du matériau composite bois-polymère augmente avec le taux de renfort. De plus, nous pouvons dire que le type de farine utilisée comme renfort n'a pas trop d'influence sur les résultats si le taux de renfort reste inférieur à 50%.

Les résultats de l'essai de traction à  $60^{\circ}$ C du mélange à 50% de farine 200µm montrent une diminution significative de 67% de la rigidité et de 57,5% de la résistance à la traction du matériau par rapport aux valeurs initiales à 25°C. Mais il faut aussi noter que la déformation à la rupture reste à peu près la même. Ces résultats peuvent être expliqués par la mauvaise performance de polypropylène à haute température.

En ce qui concerne la dilatation thermique, il a été montré que l'augmentation du taux de fibres réduit le coefficient de dilatation thermique linéaire. Ce résultat est dû à la bonne performance du bois en ce qui concerne la dilatation thermique.

Les modèles semi-empiriques Mass fraction based simple (MFS) et Bowyer-Bader (BB) décrivent avec succès le module élastique du composite. Les paramètres ajustables dans les deux modèles sont des paramètres empiriques, et leurs significations physiques prend sens comme le degré de contribution des fibres dans le composite (ou coefficient d'efficacité des fibres).

Pour conclure, le modèle MFS étant basé sur les fractions massiques des fibres, il est alors plus commode de travailler avec ce modèle dans la mesure où il donne des résultats satisfaisants.

## 6. Bibliographie

[ALE 11] Balamoutoff A., Barres C., Gauthier C., Hajji Ph., Adrien J., "Caractérisation de la dispersion et de l'orientation de la farine de bois dans des composites PVC/BOIS", 12éme session du club image 3D Noesis, 2011, Quentin Fallavier.

[EN 12] EN ISO 527-2, "Plastics – Determination of tensile properties – Part 2: test conditions for moulding and extrusion plastics", European Standard, 1996.

[EN 14] EN 15534-1, "Composites à base de matières cellulosiques et de thermoplastique (communément appelés composites bois-polymères (WPC) ou composites fibres d'origine naturelle (NFC)) - Partie 1 : Méthodes d'essai pour la caractérisation des compositions et des produits", Norme Européenne, 2014.

[GAM 06] Gamstedt E.K, Neagu K, Lindröm N.M, Micromechanical approaches to development of improved wood-fiber bicomposites, contribution to the proceedings of the international conference on progress in wood and bio-fiber plastic composites, 1-10, 2006.

[HRI 08] Hristov V, Vlachopoulos J. Effects of polymer molecular weight and filler particle size on flow behaviour of wood polymer composites. Polymer Composites 2008; 29:831e9.

[JUL 04] Julson J., Subbarao G., D Stokke D., Muthukumarappan K., "Mechanical properties of biorenewable fiber/plastic composite", Journal of applied polymer science, vol. 93, 2004, p. 24-84.

[MAL 08] MALKAPURAM R, Kumar V, Yuvraj SN. Recent development in natural fibre reinforced polypropylene composites. J Reinf Plast Compos 2008; 28:1169-89.

[PRA 03] Prachayawarakorn J, Anggulalat K. Influence of Meranti sawdust aspect ratios and amount of loadings on mechanical and morphological properties of composites from polypropylene and Meranti sawdust. Journal of Science and Technology 2003; 25:595e606.

[STA 02] Stark NM, Rowlands RE. Effects of wood fibre characteristics on mechanical properties of wood/polypropylene composites. Wood and Fibre Science 2002; 35:167e74.

[SEB 08] Migneault S., effet de la longueur des fibres et du procédé de mise en forme sur les propriétés des composites boisplastique, centre de recherche sur le bois, 2008, Université du Québec

[TRA 13] Tran LQN, Fuentes CA, Dupont-Gillain C, Van Vuure AW, Verpoest I. Understanding the interfacial compatibility and adhesion of natural coir fibre thermoplastic composites. Compos Science and Technology 2013; 81:23–30.