



Ecole doctorale des Sciences Exactes et de leurs Applications ED 211

Utilisation d'une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique de composites bois/plastique 'WPC'

Par Talel BEN'MBAREK

Mémoire de thèse présenté le 16 décembre 2011 en vue de l'obtention du titre de
Docteur de l'Université de Pau et des Pays de l'Adour
Discipline : Génie des procédés

Composition du Jury :

M. Bertrand CHARRIER, Professeur à l'UPPA, Mont de Marsan
M. Mohamed EL GANAOU, Professeur à l'UHP, Nancy
M. Alain GRACIAA, Professeur à l'UPPA, Pau
Mme Françoise HUGOT, Maître de Conférences HDR, ENSCI, Limoges
Mme Nadine LE BOLAY, Professeur à l'ENSIACET, Toulouse
M. Jean José ORTEU, Professeur, Ecole des Mines, Albi
M. Laurent ROBERT Maître Assistant, Ecole des Mines, Albi

Directeur de Thèse
Rapporteur
Examineur
Examineur
Rapporteur
Président de Jury
Examineur



SOMMAIRE

Remerciements	4
Introduction	6
Chapitre I : Etude bibliographique	9
I. 1. Le composant plastique du composite bois/plastique (WPC : Wood Plastic Composite).....	10
I. 1. 1. Les thermodurcissables (Michaud, 2003 (1))	10
I.1 2. Les thermoplastiques (Michaud, 2003 (1)).....	11
I.2. Le composant bois du WPC	13
I. 2. 1. Introduction.....	13
I. 2. 2. Les fibres de plantes.....	14
I. 2. 3. Morphologie des fibres	15
I. 2. 4. Quelques généralités sur le matériau bois.....	17
I. 2. 5. Anatomie du bois	18
I. 2. 6. Composition chimique du bois	19
I. 2. 7. Les Farines de bois.....	22
I. 2. 8. Les copeaux de bois	23
I. 3. Les particularités des fibres de bois dans la filière WPC.....	23
I. 4. Le composant « additif » du WPC.....	26
I. 4. 1. Notion d'adhésion	26
I. 4. 2. Interface bois /polymère thermoplastique.....	26
I. 4. 3. Modification de la surface par les méthodes physiques.....	27
I. 4. 4. Modifications physico-chimique	27
I. 5. Les procédés de fabrication des composites WPC	32
I. 5. 1. L'extrusion	33
I. 5. 2. L'injection.....	37
I. 6. Caractérisation du composite bois plastique :.....	41
I. 6. 1. Propriétés physico-mécanique et chimique du WPC.....	41
I.6. 2. Amélioration de l'interface bois/polymère	47
I. 6. 3. Caractérisation par des méthodes optiques	53
I. 7. Perspectives à l'issue de l'étude bibliographique	57
Chapitre II : Matériels et méthodes.....	58
II. 1. La matrice plastique (polyéthylène haute densité 'PEHD')	59
II. 2. Fibres de renfort	59
II. 2. 1. Aspect et géométrie des fibres.....	59
II. 2. 3. Traitement au MAPE (aWPC).....	61
II. 3. Mise en œuvre des composites (WPC).....	61
II. 3. 1. Tamisage de la matière	61
II. 3. 2. Etuve, extrusion du composite.....	61
II. 3. 3. Injection sous presse	63
II. 4. Analyse thermo différentielle	65
II. 5. Observations en microscopie électronique à balayage (MEB).....	68
II. 6. Bancs d'essais mécaniques et méthodes expérimentales	69
II. 6. 1. Essai de traction.....	69
II. 6. 2. Essai de flexion 4 points	70

II. 7. Mesure optique de champs	71
II. 7. 1. Mesure de champs par corrélation d'images numériques	71
II. 7. 2. Limite de l'application de la corrélation d'images 2D	73
II. 7. 3. Méthode de stéréo-corrélation d'images numériques (3D-DIC)	73
II. 7. 4. Logiciel Vic 3-D®	76
II. 7. 5. Application de la technique au WPC	77
II. 7. 6. Etude des performances métrologiques	79
Chapitre III. Intérêt des mesures de champs par stéréo-corrélation dans la caractérisation expérimentale du composite bois/plastique WPC.....	83
III. 1. Hypothèses de staticité et modèle de comportement	84
III. 1. 1. Limite des hypothèses de staticité	85
III. 1. 2 Modèle rhéologique : Maxwell-Bingham	85
III. 1. 3. Estimation des paramètres de comportement.....	86
III. 2. Mesure de champs par stéréo-corrélation d'images.....	88
III. 2. 1. Intérêt de l'utilisation de la stéréo-corrélation d'image (3D-DIC).....	88
III. 2. 2. Comparaison entre mesures par stéréocorrélation d'images et par extensomètre mécanique.....	89
III. 3. Effet du procédé sur la qualité du WPC.....	93
III. 4. Caractérisation du comportement mécanique du WPC.....	95
III. 4. 1. Comportement en traction uniaxiale	95
III. 4. 2. Analyse des évolutions du comportement mécanique à partir d'observations microstructurales	114
III. 4. 3. Comportement en flexion 4 points du WPC	120
III. 5. Synthèse du chapitre	129
Conclusion générale et perspectives	131
Références	136
Annexes	144
T. Ben MBarek, L. Robert, F. Hugot and J.J. Orteu. Mechanical behavior of wood–plastic composites investigated by 3D digital image correlation Journal of Composite Materials 2011 in press.	145
ICRACM2010 - 3rd International Conference on Recent Advances in Composite Materials	159
Résumé de la thèse de Talel Ben MBAREK	167
Summary of Talel Ben MBAREK pHD Thesis	167

Remerciements

Cette thèse a été rendue possible grâce au soutien de plusieurs personnes et institutions que je souhaiterais remercier à travers ces quelques lignes.

Je tiens tout d'abord à remercier le Ministère de l'Enseignement Supérieur et Recherche scientifique en Tunisie et le Laboratoire d'Energétique et des Transfert Thermique et Massique (LETTM-Tunisie) d'avoir assuré le financement durant mon stage en France ainsi que l'Ecole Doctorale de Pau et des Pays de l'Adour et le Institut Clément Ader - Albi de m'avoir assuré le logement et les frais de déplacements et des congrès.

Je tiens aussi à remercier infiniment l'ICA-Albi de m'avoir accueilli en son sein durant toute la période de mon stage en France et d'avoir mis à ma disposition le matériel dont j'avais besoin pour effectuer mes expériences.

C'est sous la direction de Monsieur Habib SAMMOUDA, Professeur à l'Ecole Supérieure de la Technologie de Hammam Sousse (ESST-Tunisie) que ce travail a été effectué. C'est sans aucun doute grâce à ses conseils avisés que ce travail a pu être mené à bien. Qu'il trouve ici un témoignage de mon profond respect.

Je souhaite exprimer ma profonde gratitude à Monsieur Bertrand CHARRIER, professeur à l'Université de Pau et des Pays de l'Adour, pour m'avoir accordé sa confiance et avoir dirigé cette thèse.

Je remercie Monsieur Jean-José-ORTEU, Professeur à l'Ecole des Mines d'Albi et Monsieur Laurent ROBERT, Maître Assistant à l'Ecole des Mines d'Albi de m'avoir aidé beaucoup pour réaliser cette thèse. Je les remercie de m'avoir toujours suivi et soutenu dans mes orientations. Je suis aussi reconnaissant de la disponibilité, de la sincérité et de l'attention qu'ils ont eu à mon égard durant la période de mon stage au sein du la boratoire CROMeP/ICA-Albi.

Madame Françoise HUGOT, Maitre de conférences à l'Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs de Limoges qui a régulièrement suivi l'évolution de ce travail. Qu'elle trouve ici ma sincère gratitude.

Je remercie Monsieur Mohamed EL GANAOUI, Professeur à l'Université Henri Poincaré (Nancy) d'avoir accepté d'être rapporteur de ce travail puis de participer au jury de ce mémoire, qu'il trouve ici le témoignage de mon profond respect.

Madame Nadine LE BOLAY, Professeur de l'Ecole Nationale Supérieure des Ingénieurs en Arts Chimiques et Technologiques (Toulouse) m'a fait l'honneur d'accepter d'être rapporteur de ce travail. Je la remercie vivement.

Mes remerciements vont au Monsieur Alain GRACIAA, Professeur à l'Université de Pau et des Pays de l'Adour qui a manifesté spontanément sa disponibilité à participer au jugement de ce mémoire. Merci d'avoir accepté d'être membre de jury.

Introduction

Les composites sont des matériaux qui ont permis le développement et le changement rapide des produits, des pratiques technologiques et industrielles. Ces composites peuvent être soit peu coûteux, soit très performants, parfois les deux à la fois. Par exemple, l'utilisation du bois dans la conception des matériaux composites permet d'associer un matériau résistant, léger, non abrasif, structuré et à faible coût, avec de nombreux matériaux tels que les métaux, les plastiques, les fibres synthétiques et les bétons. Parmi eux, les composites bois/plastiques (WPC : Wood Plastic Composite) sont composés de polymères thermoplastiques, souvent recyclés, et de fibres de bois en plus ou moins grande proportion. Ce type de matériau tire profit de la densité relativement faible du bois, de son faible coût, de ses propriétés mécaniques ainsi que de sa capacité à être recyclé. La fraction thermoplastique réduit la fragilité tout en procurant une meilleure résistance à la moisissure et aux attaques biologiques. Les polymères thermoplastiques présentent un certain nombre de qualités (souplesse, faible densité, bas coût) et sont largement disponibles dans l'industrie. Les caractéristiques du bois dans le composite vont imposer un choix adéquat du composant plastique du WPC. De nos jours, les WPC sont utilisés dans plusieurs domaines tels que les mobiliers de jardin, le bâtiment (infrastructure et finition). Pourtant, assez peu d'études sont consacrées à évaluer et comprendre leur comportement mécanique.

Dans ce travail nous proposons d'étudier le comportement mécanique et l'endommagement de WPC en traction et en flexion. Ces WPC sont obtenus à partir de l'injection de fibres de bois (Pin maritime) dans une matrice de Polyéthylène Haute Densité (PEHD). Les fibres de bois sont considérées comme un renfort permettant l'amélioration des propriétés mécaniques des composites bois/plastique tout en réduisant leur coût et leur poids. L'originalité de l'approche proposée dans ce travail de thèse réside dans l'utilisation d'une méthode de mesure de champs cinématiques pour toutes les caractérisations mécaniques : la corrélation d'images. C'est pourquoi l'ensemble des essais fut réalisé à l'Institut Clément Ader à Albi (Ecole des Mines d'Albi), en collaboration avec le groupe « Métrologie Identification Contrôle Surveillance » (MICS).

En effet, la plupart des études sur le comportement mécanique de composite fibre de bois/PEHD sont effectuées à l'aide d'essais mécaniques et par les moyens expérimentaux classiques d'extensométrie mécanique ou électrique. Elles permettent la détermination des déformations à la surface de

l'éprouvette, le plus souvent à travers l'extensomètre et de jauges de déformation. Ces moyens de mesure apportent une simplicité de mise en œuvre, des mesures en temps réel, une bonne résolution ainsi qu'une grande précision. Par ailleurs, il peut être délicat de mesurer correctement les déformations de ces composites en traction et en flexion par ces moyens de mesures classiques, car ceux-ci donnent une information globale alors que le WPC est un matériau hétérogène. De plus, ces composites sont sujets à la fissuration qui mène à la localisation de la déformation, ce qui complique l'interprétation de la mesure extensométrique puisqu'elle est sensible à la position de l'extensomètre par rapport à la fissure. En raison de l'ensemble de ces inconvénients, les méthodes optiques de mesure de champ cinématiques sans contact ont connu depuis une quinzaine d'années une véritable révolution, liée à l'évolution des technologies d'acquisition et de traitement d'images. Par exemple, les techniques de corrélation d'images numériques et de stéréo-corrélation ont potentiellement un très grand intérêt en mécanique expérimentale pour de nombreuses applications. On s'est donc attaché dans cette étude à analyser le comportement mécanique de WPC à l'aide de mesures par stéréo-corrélation d'images. Ces mesures de champs vont permettre d'accéder à l'ensemble du champ de déformations surfaciques et de ne plus être dépendant de la position du capteur extensométrique. L'utilisation de la stéréovision permet de s'affranchir des défauts classiquement liés à la corrélation bidimensionnelle (par exemple, hypothèse que les déformations sont planes, parallèles au plan focal, et le restant au cours du temps, etc.).

Toutefois, l'adhésion des fibres de bois hydrophiles aux matières plastiques (PEHD) hydrophobes est une opération complexe. De ce fait, nous avons étudié les effets, d'une part, de l'ajout d'un agent de couplage tel que l'anhydride maléique de polyéthylène (MAPE), et d'autre part du traitement des fibres de bois par acétylation (greffage de chaîne de carbone) pour améliorer le comportement mécanique du WPC.

Le plan de ce manuscrit se décline donc comme suit : le **premier chapitre** présentera une synthèse bibliographique détaillée sur les différents plastiques, fibres de bois et additifs utilisés dans les composites WPC, la constitution des bois et les traitements des fibres permettant d'améliorer l'interface entre le renfort hydrophile et la matrice hydrophobe. La deuxième partie de ce chapitre portera sur les procédés de fabrication des matériaux composites bois/plastique (injection, extrusion). Le chapitre s'achèvera par une présentation des techniques de caractérisation des propriétés des WPC utilisées dans la littérature.

Le **deuxième chapitre** sera tout d'abord dédié à la description des constituants du WPC : une matrice de polyéthylène haute densité (PEHD), des fibres de bois traités (Pin maritime), un agent de couplage (anhydride maléique de polyéthylène, MAPE). La deuxième partie de ce chapitre sera consacrée à la présentation de la mise en œuvre des composites par injection. Enfin, les différentes techniques de caractérisation sont présentées : analyse thermo-différentielle, essais mécanique en traction et en

flexion, microscopie électronique à balayage, mesure optique de champs par stéréo-corrélation d'images. Cette dernière méthode, qui est au cœur de la thèse, est largement détaillée.

Dans **le troisième chapitre**, nous exposerons les résultats de caractérisation du WPC (00%, 10% et 30%) par mesures de champs par stéréo-corrélation en traction uniaxiale et en flexion 4 points (traction et compression). En premier lieu, nous rappellerons les hypothèses de staticité au cours d'un essai de traction uniaxiale et nous décrirons le modèle utilisé pour déterminer le module d'élasticité. Nous validerons par la suite les mesures de stéréo-corrélation en traction pure par des mesures effectuées à l'aide d'un extensomètre mécanique, en étudiant l'erreur et l'erreur relative sur la déformation longitudinale ainsi que l'influence du procédé de fabrication (injection) sur les qualités et les propriétés du WPC. Dans un second temps nous focaliserons sur les résultats de la caractérisation mécanique des WPC. Afin de définir correctement la limite élastique du WPC et de distinguer la transition entre le comportement linéaire et le comportement non linéaire, nous effectuerons un essai cyclique et nous étudierons de plus près l'effet du cisaillement sur le lieu de la rupture des éprouvette testées, ceci en utilisant la stéréo-corrélation. Concernant les propriétés mécaniques macroscopiques des WPC, nous calculerons les modules à la rupture et les modules d'élasticité pour l'ensemble des formulations (pourcentage de bois). Ces derniers seront évalués sur un modèle de Maxwell-Binhgam ajusté sur les courbes expérimentales de traction. Puis, nous étudierons les propriétés mécaniques du WPC dont les fibres de bois sont traitées avec du MAPE (greffage par copolymérisation) et/ou acétylées par greffage de chaînes de carbone. D'autre part, pour observer et caractériser la morphologie à l'interface fibre de bois/PEHD, nous utiliserons le microscope électronique à balayage afin d'analyser les faciès de rupture. Par ailleurs, afin de comparer les propriétés mécaniques macroscopiques des WPC avec 10% et 30% de bois aux essais de traction, le module d'Young (MOE) sera aussi évalué à partir des essais de flexion. Nous déterminerons aussi l'écart type spatial du champ de déformation longitudinale lors de l'endommagement du composite en traction et en flexion 4 points, en fonction du degré d'hétérogénéité lié aux différents pourcentages de bois (0%, 10% et 30%) afin de mieux comprendre le comportement à l'endommagement de ces composites.

En conclusion, nous rappellerons les principaux résultats ainsi que les perspectives que nous avons dégagées à l'issue de ces travaux.

Chapitre I : Etude bibliographique

Caractérisation et comportement du WPC

I. 1. Le composant plastique du composite bois/plastique (WPC : Wood Plastic Composite)

De tous temps, les polymères naturels avaient été utilisés par l'Homme sous la forme de matériaux ou de fibres textiles (*Michaud, 2003 (1)*). La rareté de certains d'entre eux a poussé les chercheurs à transformer chimiquement les polymères naturels en polymères artificiels. Une étape importante avait été franchie avec la production industrielle des premiers polymères synthétiques (Bakélite, caoutchoucs synthétiques). La rapidité de leur mise en œuvre et la possibilité de réutiliser les déchets de production ont favorisé leur emploi. Les polymères présentent les caractéristiques suivantes : une faible masse volumique ($\rho = 0,9 \text{ à } 1,5 \text{ g / cm}^3$), un coefficient de dilatation élevé ($\alpha(T) = 50 \text{ à } 200 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$), un faible module d'élasticité ($E = 1 \text{ à } 10000 \text{ MPa}$), une faible limite d'élasticité ($\sigma_y = 10 \text{ à } 100 \text{ MPa}$) et une faible limite à la rupture ($\sigma_R = 10 \text{ à } 100 \text{ MPa}$). Grâce à leurs caractéristiques mécaniques et leurs légèretés, l'exploitation des composites renforcés à matrice polymère évolue progressivement.

On distingue plusieurs grandes familles de polymères :

- Les polymères naturels constitués des protéines sont les éléments de base des fibres naturelles (gélatine, laine, soie, bois etc...) et de macro-molécules (cellulose, la lignine).
- Les élastomères (le polyisoprène (caoutchouc naturel), le polybutadiène (caoutchouc artificiel), le polychloroprène (néoprène)).

Les deux dernières familles sont les polymères synthétiques (les thermodurcissables et les thermoplastiques). Ils appartiennent aux deux grandes classes utilisées pour élaborer des composites bois/plastique (wood plastic composite (WPC)).

I. 1. 1. Les thermodurcissables (Michaud, 2003 (1))

Ils sont obtenus par polycondensation, c'est-à-dire à la suite d'une réaction chimique qui entraîne la formation d'un sous-produit (par exemple de l'eau) ; le polymère thermodurcissable est constitué d'un réseau tridimensionnel de macromolécules reliées par des liaisons covalentes ; on parle de polymère réticulé. La polymérisation peut être engendrée par une montée en température, l'action de radiations, ou de produits chimiques (catalyseurs, durcisseurs, ...). Les thermodurcissables ne peuvent être mis en œuvre qu'une seule fois. Ils deviennent infusibles et insolubles après polymérisation. Une fois durcis, leur forme ne peut plus être modifiée. La plupart des résines utilisées dans l'industrie des composites sont thermodurcissables. Les résines thermodurcissables représentent la grande majorité des résines adhésives (*Michaud, 2003 (1)*). Ces résines sont largement utilisées dans les composites à base de bois (*Pizzi, 1983(2)*) et pour le collage du bois. *Park et al, 2003 (3) et Kamoun et Pizzi, 2000 (4)* ont

étudié l'effet de la masse moléculaire moyenne des résines thermodurcissables sur les performances des composites WPC.

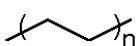
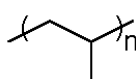
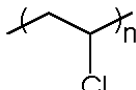
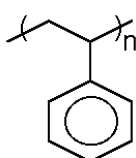
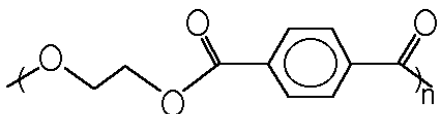
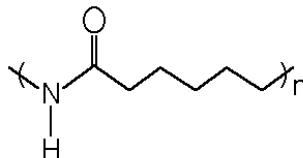
Parmi les principales résines thermodurcissables, on rencontre :

- les polyesters insaturés ;
- les uréthanes ;
- les époxydes ;
- les phénoliques ;
- les polyimides.

I.1 2. Les thermoplastiques (Michaud, 2003 (1))

Contrairement aux thermodurcissables, les thermoplastiques peuvent être mis en œuvre plusieurs fois puisque lorsqu'on les chauffe, ils deviennent malléables et pâteux. En se refroidissant, ils se solidifient et peuvent à nouveau être fondus, ce qui entraîne peu de modification chimique mais plutôt une modification de l'agencement intermoléculaire (le volume libre). Cette aptitude confère aux déchets thermoplastiques des propriétés de recyclage très intéressantes. Les thermoplastiques peuvent se cristalliser partiellement, on parle alors de polymère semi-cristallin. Ces polymères représentent 80% du marché mondial des plastiques. Pour la fabrication des composites bois/plastique (wood plastic composite WPC), les polymères synthétiques seront choisis en fonction des applications retenues et devront répondre à des besoins spécifiques en termes de caractéristiques physiques, mécaniques ou même électriques. Par ailleurs, étant donné que le bois possède des constituants (lignine, cellulose, hémicellulose) qui commencent à se dégrader à une température au delà de 180 °C, il convient d'utiliser des matières plastiques dont le point de fusion se situe au dessous de 180 °C. Les polymères thermoplastiques les plus répandus, les moins chers, qui répondent à cette exigence et largement utilisés pour élaborer les WPC industrialisés dans plusieurs domaines tels que les bâtiments et l'automobile (*Panthapulakkal et al, 2006 (5)*), sont: le polyéthylène basse densité (LDPE), le polyéthylène haute densité (HDPE), le polypropylène (PP), le polychlorure de vinyle (PVC) et le polystyrène (PS). A noter toutefois une entrée discrète des bioplastiques à base d'amidon, tels que le PLA, ou à base de lignine. Le tableau 1 présente les structures moléculaires des principaux polymères industriels

Tableau 1. Structure moléculaire de quelques polymères industriels

Sigle	Structure moléculaire	Désignation courante
PE		polyéthylène
PP		polypropène
PVC		poly(chlorure de vinyle)
PS		polystyrène
PET		poly(téréphtalate d'éthylène)
PA-6		polycaprolactame

Le **polyéthylène** est le polymère synthétique le plus communément utilisé à la fois sous forme vierge ou recyclé. Ce matériau peut être facilement stabilisé contre la dégradation thermique au cours du processus de fabrication. Tous les grades de polyéthylène sont utilisables lors de la production de composites bois-polymères, i.e. LDPE, MDPE, HDPE.

Le **polypropylène** est également utilisé. Il nécessite cependant des taux plus élevés d'additifs pour éviter sa dégradation. A basse température, la résistance à l'impact est inférieure à celle du polyéthylène mais la rigidité et le point de fusion sont plus élevés que ceux du HDPE.

Le **polychlorure de vinyle** est la première matière plastique qui a été utilisée dans les matériaux composites bois-polymères. Le PVC possède un point de fusion relativement faible, autour de 150 °C. Les avantages sur les polyoléfines (PE, PS) sont une rigidité plus élevée et une meilleure résistance au feu. D'autres matières polymériques sont l'objet d'une attention particulière, notamment : le polystyrène à haute résistance à l'impact (HIPS) et le copolymère acrylonitrile butadiène styrène (ABS).

La gamme de la température de fusion des polyoléfines (tableau 2) varie de 127-135°C pour le HDPE et de 165-171 °C pour le PP (*Osso et al, 1999 (6)*) ce qui convient aux fibres de bois qui contiennent de la cellulose, des lignines et de l'hémicellulose. C'est pour cette raison qu'actuellement les matières thermoplastiques les plus utilisées pour la fabrication du WPC sont le polypropylène (PP), le polyéthylène (PE), tant sur le marché US que sur le marché européen.

Des études sur les possibilités d'utilisation du polystyrène à haute résistance à l'impact (HIPS) et du copolymère acrylonitrile butadiène styrène (ABS) comme matrice thermoplastique pour les WPC sont déjà engagées aux Etats-Unis compte tenu de la disponibilité en matière plastique issue du recyclage des réfrigérateurs et des automobiles estimée à environ 93.000 tonnes (*University of California 2011 (7)*).

Tableau 2. Propriétés de quelques matières thermoplastiques (*Osso et al, 1999 (6)*)

Propriétés	HDPE	PP	PVC	HIPS	ABS
Masse volumique	0.94 – 0.97	0.90 – 0.90	1.03 – 1.58	1.03 – 1.06	1.03 – 1.58
Température de fusion °C	127 – 135	165 – 171	160 – 220		
Résistance à la traction, MPa	21-38	31 – 41	41 – 52	22 – 34	41 - 52
Module de traction, GPa	0.41 – 1.24	1.10 –1.55	2.41 – 4.14	1.79 – 3.24	2.07 – 2.76
Allongement à la rupture, %	20 – 130	100 – 600	2 – 80	13 – 50	5 – 25
Résistance à l'impact (Izod), J/m	27 – 1068	21 – 53	21 – 1068	27 – 587	160 - 320
Température de distorsion à chaud	60 – 88	225 –250	57 – 82	75 – 95	102 - 107

1.2. Le composant bois du WPC

1. 2. 1. Introduction

Le bois est un matériau anisotrope qui ne possède pas de propriétés mécaniques équivalentes dans les trois directions (Bowyer et Haygreen, 1982 (8)). Le bois est apprécié pour ses propriétés mécaniques en tant que matériau, son pouvoir calorifique, sa ressource en produits chimiques pour l'industrie et sa résistance est très forte dans le sens longitudinal et peut se fendre aisément dans le sens radial (Prat, 2005 (9)). Ces propriétés permettent de choisir le type de découpe selon l'utilisation souhaitée. Le bois est un matériau de premier ordre, dans le bâtiment et l'industrie papetière notamment. En France, l'ensemble de la filière bois emploie près de 450 000 personnes et représente un chiffre d'affaires de 40 milliards d'euros. La forêt française est la troisième forêt résineuse d'Europe et la quatrième pour les feuillus. Cette ressource représente un important vivier de matière première renouvelable à la

fois pour la production de matériau ou d'énergie. Actuellement seulement 60% de la croissance annuelle de la forêt sont exploités. Malgré les tempêtes (Martin et Lauthar 1999 (10), Klaus 2009 (11)), les perspectives de valorisation de la forêt sont nombreuses. Le rapport Puech en 2009 (12) confirme les objectifs du Grenelle de l'environnement de mobiliser 20 Mm³ de bois en plus de la récolte actuelle (estimée à environ 45 Mm³), en 2020. En ce qui concerne les ressources forestières tunisiennes, celles-ci couvrent environ 830 000 ha. Elles se composent de forêts naturelles (Pin d'Alep, chêne liège, chêne zen, pin maritime). Les forêts artificielles sont plantées d'essences exotiques (eucalyptus, acacia, cauarina) et indigènes (pin maritime, pin pignon, pin d'Alep et cyprès). Les autres formations forestières (44%) sont composées de maquis et de garrigues. Actuellement, 10% du bois sont utilisés comme bois d'oeuvre, 20% comme bois d'industrie, 10% comme bois de service et 60% comme bois de chauffage. A une toute autre échelle que la forêt française, la ressource tunisienne (forêt, oasis...) génère également plusieurs types de matière première potentiellement utilisables pour la production de WPC.

I. 2. 2. Les fibres de plantes

Historiquement, les fibres de plantes ont été utilisées pour la production de tissus dans l'industrie textile et la fabrication de multiples objets artisanaux. Les fibres peuvent être classées en deux grands groupes synthétiques et naturels. Les fibres naturelles (bois, banana, hemp, etc...) sont disponibles en quantités élevées dans de nombreux pays, et elles représentent une ressource renouvelable.

Le tableau 3 présente les plus importantes fibres naturelles (*Jacob et Thomas, 2011 (13)*).

Tableau 3. Fibres naturelles (*Jacob et Thomas, 2011 (13)*)

Fiber source	Species	Origin
Abaca	<i>Musa textilis</i>	Leaf
Bagasse	-	Grass
Bamboo	(>1250 species)	Grass
Banana	<i>Musa indica</i>	Leaf
Broom root	<i>Muhlenbergia macroura</i>	Root
Cantala	<i>Agave cantala</i>	Leaf
Caroa	<i>Neoglaziovia variegata</i>	Leaf
China jute	<i>Abutilon theophrasti</i>	Stem
Coir	<i>Cocos nucifera</i>	Fruit
Cotton	<i>Gossypium sp.</i>	Seed
Curaua	<i>Ananas erectifolius</i>	Leaf
Date palm	<i>Phoenix dactylifera</i>	Leaf
Flax	<i>Linum usitatissimum</i>	Stem
Hemp	<i>Cannabis sativa</i>	Stem
Henequen	<i>Agave fourcroydes</i>	Leaf
Isora	<i>Helicteres isora</i>	Stem
Istle	<i>Samuela carnerosana</i>	Leaf
Jute	<i>Corchorus capsularis</i>	Stem
Kapok	<i>Ceiba pentandra</i>	Fruit
Kenaf	<i>Hibiscus cannabinus</i>	Stem
Kudzu	<i>Pueraria thumbergiana</i>	Stem
Mauritius hemp	<i>Furcraea gigantea</i>	Leaf
Nettle	<i>Urtica dioica</i>	Stem
Oil palm	<i>Elaeis guineensis</i>	Fruit
Piassava	<i>Attalea funifera</i>	Leaf
Pinneapple	<i>Ananus Comosus</i>	Leaf
Phormium	<i>Phormium tenax</i>	Leaf
Roselle	<i>Hibiscus sabdariffa</i>	Stem
Ramie	<i>Boehmeria nivea</i>	Stem
Sansevieria	<i>Sansevieria</i>	Leaf
Sisal	<i>Agave sisilana</i>	Leaf
Sponge gourd	<i>Luffa cylindrica</i>	Fruit
Straw (cereal)	-	Stalk
Sun hemp	<i>Crotolaria juncea</i>	Stem
Cadillo/urena	<i>Urena lobata</i>	Stem
Wood	(>10,000 species)	Stem

Les fibres de plantes présentent beaucoup d'avantages tels que leur caractère écologique (elles fixent le carbone et sont renouvelables), leur aptitude au recyclage grâce à leur biodégradabilité, un coût bas, une nature non-abrasive, une faible consommation d'énergie, une faible densité et une large variété de types de fibre. Ces caractéristiques leur permettent de les inclure dans des marchés importants tels que ceux de l'industrie automobile et du bâtiment.

I. 2. 3. Morphologie des fibres

L'étude de la morphologie des fibres consiste à décrire la forme et l'aspect de la surface des fibres. Pour cela on utilise des outils d'observation comme la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage ou encore la microscopie électronique à transmission.

I. 2. 3. 1 Longueur de la fibre

La longueur de la fibre correspond à la longueur de sa ligne centrale (figure 1).

Afin d'obtenir les renseignements désirés sur la valeur moyenne (l_{moy}), écart type, etc, il faut réaliser un traitement statistique de mesure.

$$l_{moy} = \frac{\sum l}{N_t} \quad (1)$$

Avec l la longueur de chaque fibre et N_t le nombre total de la fibre.



Figure 1. Longueur de fibre (*Passas, 2008 (14)*)

I. 2. 3. 2. Largeur de la fibre


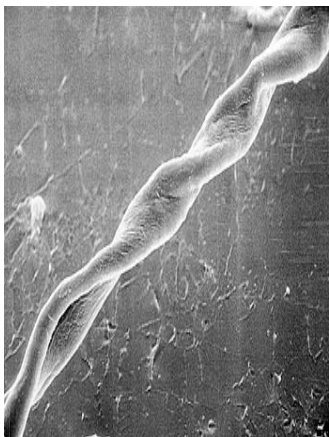
Etant donnée la différence de largeur de la fibre entre ses extrémités et son centre (figure 2), la détermination de cette grandeur pose le problème suivant : à quel endroit doit-on mesurer ? Les appareils automatiques, comme le MorFi (analyseur morphologique des fibres), permettent de

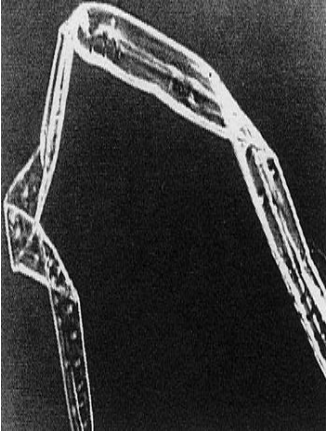
déterminer la largeur d'une fibre comme étant la valeur moyenne de la largeur sur toute la longueur de la fibre.

I. 2. 3. 3. Déformation de la fibre

Les fibres peuvent avoir des déformations d'origine naturelle (présence de ponctuations), d'origine chimique ou mécanique. Le tableau 4 illustre les différentes déformations des fibres qui peuvent être observées.

Tableau 4. Différents types de déformation d'une fibre (*Passas, 2008 (14)*)

<p>La courbure (C)</p>	<p>Information sur la souplesse des fibres.</p> $C = 100 \cdot \left(\frac{A}{l}\right) \quad (2)$ <p>Avec A : Arc de la fibre, l : longueur de la fibre.</p>	 <p>(a)</p>
<p>Le vrillage</p>	<p>Les fibres des plantes qui ont le plus de tendance de vriller sont celles du coton</p>	 <p>(b)</p>

La fibrillation	Après un traitement mécanique, on observe un détachement en partie de petites parties de parois de la structure de la fibre	
Le pliage		 <p>(d)</p>
La porosité	<ul style="list-style-type: none"> - Naturelle (ponctuations) - Occasionnée (traitement mécanique ou chimique) 	

I. 2. 4. Quelques généralités sur le matériau bois

Le bois est un matériau hygroscopique, anisotrope et hétérogène (*Cloutier, 2005 (15)*). Il tend constamment vers un équilibre hygrothermique avec l'air qui l'entoure : à cet équilibre correspondent une teneur en humidité ainsi que des propriétés définies du bois. Au regard de son anisotropie, le bois ne présente pas les mêmes caractéristiques physiques et mécaniques dans toutes les directions. On lui reconnaît trois directions principales : la direction longitudinale (L), la direction tangentielle (T) et la direction radiale (R) (figure 2).

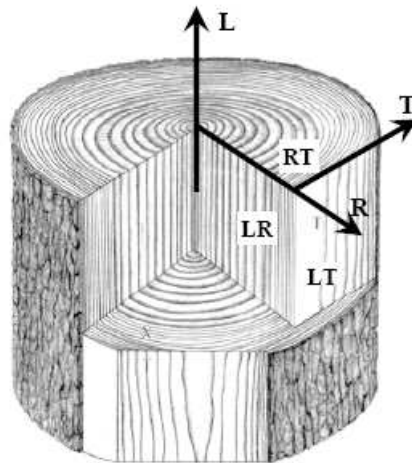


Figure 2. Directions principales dans une pièce de bois. (*Adapté de Cloutier 2005 (15)*)

L'hétérogénéité du bois a pour origine sa composition en différents éléments résultants du métabolisme de l'arbre. En outre, le bois présente des variabilités étendues sur plusieurs aspects tels que les caractéristiques morphologiques et chimiques. Cette variabilité rend l'utilisation du bois plus complexe.

I. 2. 5. Anatomie du bois

Le bois est un ensemble de tissus cellulaires, hétérogènes et organisés qui constituent la masse principale du tronc des arbres (*Harrington, 1998 (16)*). Ces tissus naissent suite au fonctionnement de l'assise génératrice libéro-ligneuse, appelée également cambium, située sous l'écorce. Les essences de bois sont généralement classées en deux grands groupes, désignés sous le nom de résineux et de feuillus. Les feuillus sont des végétaux plus évolués que les résineux. Ils sont caractérisés par un bois plus complexe, des cellules plus spécialisées, des plans ligneux plus variés et leur identification est généralement plus facile. Les rôles de conduction de la sève et de soutien mécanique sont principalement assurés par les vaisseaux et les fibres ligneuses. Quant aux résineux, végétaux plutôt primitifs, ils présentent des cellules de bois peu spécialisées et un plan ligneux simple. Les trachéides longitudinales constituent environ 90 % du volume du bois des résineux. La figure 3 illustre la structure anatomique d'un bois de résineux.

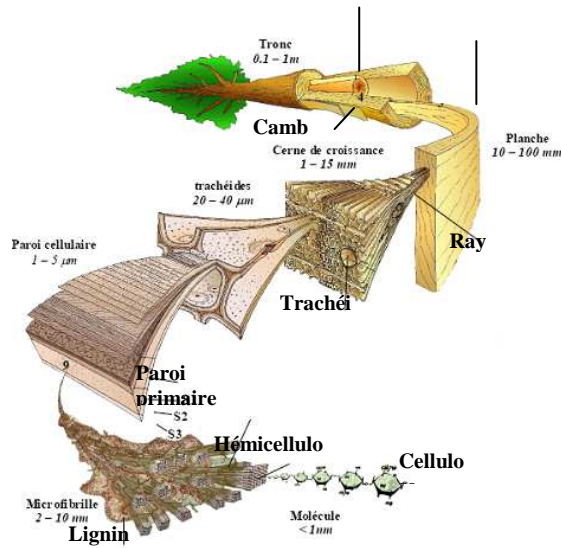


Figure 3. Différentes échelles d'observation d'un bois de résineux : les tissus, la cellule et la paroi cellulaire (Harrington, 1998 (16)).

I. 2. 6. Composition chimique du bois

Le bois, matière organique, est composé de trois polymères principaux que sont la cellulose, la lignine et les hémicelluloses. Ces constituants se trouvent étroitement emmêlés dans les parois cellulaires. La figure 4 représente les interactions entre les différents constituants chimiques dans une fibre du bois (Harrington, 1998 (16)). La cellulose est concentrée à l'intérieur de la fibre tandis que la lignine et les hémicelluloses constituent les parois extérieures. La jonction inter-fibre est assurée principalement par la lignine. A ces trois principaux constituants viennent s'ajouter des substances de faible poids moléculaire, les extractibles et les cendres, qui sont généralement plus spécifiques de certaines espèces du bois.

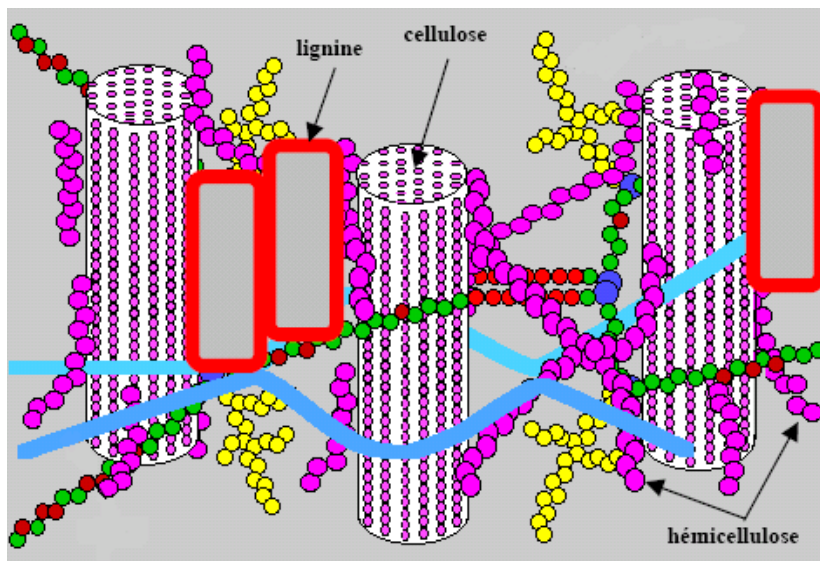


Figure 4. Représentation schématique d'une fibre de bois (www.snv.jussieu.fr/bmedia/).

L'analyse chimique permet de différencier le bois de résineux, qui est plus riche en lignine, du bois de feuillus, possédant plus de carbohydrates et de composés extractibles. En moyenne, la proportion des macromolécules contenues dans la paroi cellulaire représente 95 % du matériau bois ; 40 à 50 % pour la cellulose, 15 à 30 % pour la lignine et 10 à 30 % pour les hémicelluloses (*Sjostrom, 1993(17)*).

I. 2. 6. 1. La cellulose

La cellulose est un biopolymère linéaire de très haut degré de polymérisation supérieur à 1500. Elle est constituée d'unités anhydroglucopyranose reliées par des liaisons $\beta(1-4)$ glucosidiques. L'unité répétitive de la cellulose est le cellobiose (figure 5).

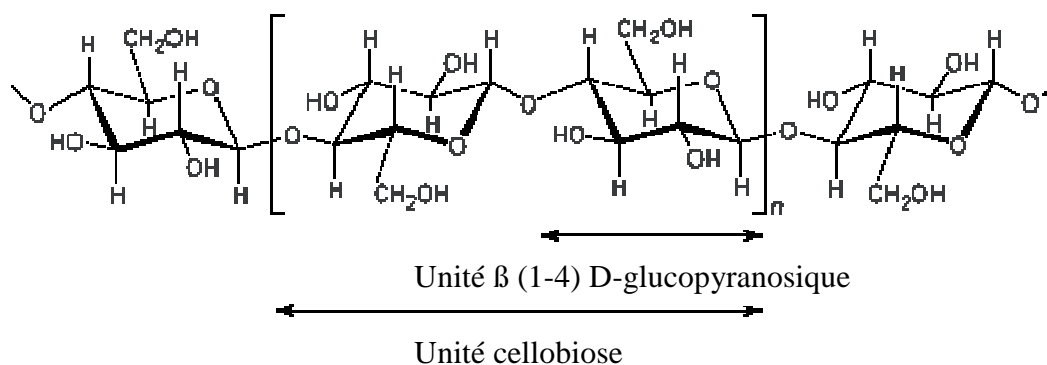


Figure 5. Structure chimique de la cellulose

Bien que la structure chimique de la cellulose soit bien connue, sa structure à l'échelle tertiaire, incluant sa structure cristalline et fibreuse, n'est pas complètement élucidée. Les macromolécules de la cellulose sont assemblées en microfibrilles dont l'enchevêtrement constitue la fibre. La chaîne de cellulose n'est pas plane et elle offre des possibilités de liaisons d'une part, intra-chaînes entre maillons successifs et d'autre part, inter-chaînes tout au long du biopolymère. Elle se trouve dans les proportions de 40 à 42 % chez les résineux et de 35 à 40 % chez les feuillus.

I. 2. 6. 2. Les hémicelluloses (polyoses)

Les hémicelluloses sont des polysaccharides originellement reconnus comme intermédiaires dans la biosynthèse de la cellulose (*Sjostrom, 1993 (17)*). Elles diffèrent de la cellulose par des unités différentes d'oses (pentoses, hexoses), des acides uroniques, des chaînes moléculaires beaucoup plus courtes et par des ramifications sur la chaîne principale. Il existe une grande variété d'hémicelluloses comme les xylanes, les glucomannanes mais la classe la mieux étudiée correspond aux xyloglucanes

(figure 6). Ils sont constitués d'une chaîne de glucose (bêta 1-4) et de courtes chaînes latérales de xylose, galactose et fructose. Les hémicelluloses représentent 20 à 25 % chez les résineux et 30 à 35 % chez les feuillus.

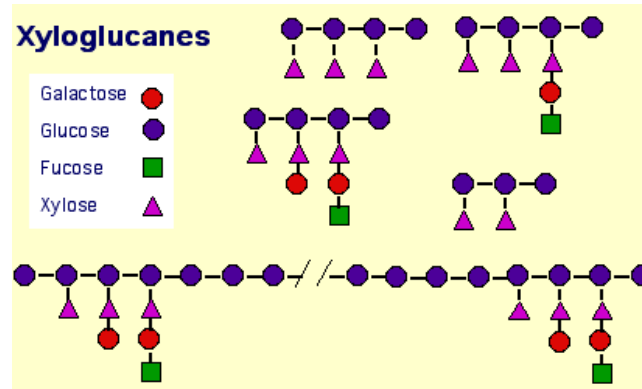


Figure 6. Structure de la chaîne de xyloglucanes (www.snv.jussieu.fr/bmedia/)

I. 2. 6. 3. La lignine

La lignine est un polymère tridimensionnel, aromatique, structuré à partir de 3 unités : parahydroxyphényle, guaiacyle et syringyle (figure 7). C'est la fraction non saccharidique la plus abondante et la plus importante après la cellulose. Elle accroît les propriétés de résistance mécanique du bois. La lignine a originellement dans le bois une couleur blanche. Une fois extraite, sa couleur devient jaune pâle allant jusqu'au brun foncé. Elle constitue entre 26 et 32 % de la masse sèche des bois résineux et entre 20 et 25 % de la masse sèche des bois feuillus (*Sjostrom, 1993 (16)*).

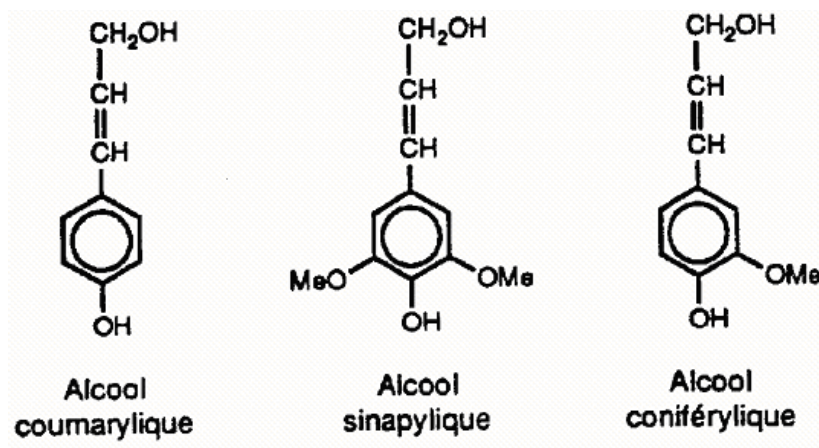


Figure 7. Structure chimique des unités précurseurs de la lignine

I. 2. 6. 4. Les extractibles

Les substances extractibles du bois recouvrent un grand nombre de constituants qui peuvent être extraits avec des solvants polaires (acétone) ou apolaires (éther de pétrole). Elles peuvent être infiltrées dans les parois cellulaires du bois ou bien déposées à la surface des lumens (*Cloutier, 2005 (15)*), ou encore présentes dans les éléments anatomiques spécialisés (canaux résinifères, etc.). Bien que ces substances représentent un faible pourcentage de la masse du bois, elles peuvent avoir une influence importante sur les propriétés et la qualité des bois. Leur proportion varie dans le bois de chaque espèce selon différents paramètres. Les extractibles représentent plusieurs familles de composés organiques dont les polyphénols (tanins, etc.) et les oléorésines (constitutifs de la térébenthine) sont les plus importants.

I. 2. 6. 5. Les composés minéraux

Les composés minéraux sont analysés dans les cendres après combustion totale du bois à 600-850 °C. Ces minéraux sont essentiels pour la croissance de l'arbre. La proportion de ces composés dans les bois des zones tempérées est de 0,2 à 0,5 % ; essentiellement représentés par le potassium (K), le calcium (Ca) et le magnésium (Mg). Quant aux bois tropicaux, ils présentent des teneurs en minéraux plus élevés atteignant 3,4 % chez l'iroko et contiennent d'autres éléments tels que le silicium (Si) sous forme de silice.

I. 2. 7. Les Farines de bois

Il s'agit d'une forme particulière de bois obtenue par séchage et broyage de sciure. Toute une gamme de tailles de particules est disponible et les facteurs de forme varient de 2:1 à 4:1. Les farines de bois disponibles sur le marché sont classées par gammes de grain, i.e. 50-150 µ, 100-200 µ, 250-450 µ, 450-700 µ. La teneur en humidité n'excède pas 8 %.

Depuis la fin des années 90, de nombreuses équipes de recherche se sont intéressées aux composites farines de bois/ plastique. Ainsi *Grubbström et Oksman 2009 (18)* ont étudié l'effet de la farine de bois humide sur les WPC. Ils ont trouvé que les propriétés physiques décroissent en présence d'humidité. *Takatani et al, 2000 (19)* ont montré par ailleurs que l'ajout de la farine de bois (steam-exploded 'SE') augmente la force à la rupture et la résistance à l'eau. D'autre part, *Danyadi et al 2007(20)* ont observé que les propriétés mécaniques dépendent de l'orientation et de l'anisotropie de la farine de bois.

I. 2. 8. Les copeaux de bois

Issus des scieries et des menuiseries, ce type de matériau possède des formes et facteurs de formes très divers. Les copeaux et les particules consistent en des fragments de fibres et des fibres de bois liés ensemble par la lignine. D'une manière générale, les copeaux ont entre 25 et 40 mm de longueur, 10 à 100 mm de largeur et 5 à 15 mm d'épaisseur. Il s'agit donc d'un matériau très hétérogène mélangé avec de la poussière ; ce matériau nécessite une préparation par des broyages successifs à sec et un tamisage. Cette préparation au moyen d'un raffineur est une condition requise pour l'obtention d'un matériau homogène qui puisse être utilisé dans la fabrication de WPC.

I. 3. Les particularités des fibres de bois dans la filière WPC

Les matériaux écologiques tels que les panneaux à base de fibres de bois, présentent de meilleurs résultats que leurs concurrents synthétiques, non pas sur le plan de la résistance thermique mais sur le plan du confort intérieur dans l'habitat au niveau de leur inertie et de leur propriété de régulation de l'humidité de l'air.

Les fibres de bois se trouvent en concurrence avec les fibres de verre mais également avec les fibres naturelles lignocellulosiques (chanvre, lin) ou cellulosiques (coton, laine..). Elles trouvent de plus en plus d'applications dans le domaine des composites, au-delà du secteur automobile (*Ashori, 2008 (21)*). D'autre part, les performances des fibres de bois sont plus faibles que celles des fibres de verre, mais rapportées à la masse volumique, les propriétés spécifiques des fibres de bois peuvent devenir sensiblement équivalentes. Les propriétés sont variables d'une espèce à l'autre, au sein d'une même espèce et également selon ses conditions de préparation et son vieillissement (tableau 5).

Tableau 5. Comparaison des principales caractéristiques des fibres de renfort
(Michaud, 2003 (1))

Fibre	Masse volumique	Longueur de fibre (mm)	Diamètre (µm)	Résistance à la traction, (MPa)	Module de traction (Gpa)	Module de Young (Gpa)
Bois	1.5	0.5 – 3.8	20 – 40	350 – 1500	-	75
Coton	1.48 – 1.52	25 – 32	12 – 25	-	6 – 10	-
Lin	1,5	4 – 8.5	12 – 30	650 – 1000	50 – 70	20 - 85
Chanvre	1,5	20 - 50	16 - 50	700 – 1000	30 – 60	9 – 32
Jute	1,5	2.5	18	500 – 1000	20 – 55	60
Sisal	1.2 – 1.5	100 – 125	100 – 400	530 – 850	9 – 22	3 – 98
Kénaif	-	2.5 – 4.5	14 – 33	-	60	-
Verre E	2.6	3 – 13	5 – 24	2000 4000	-	73 - 75
Carbone HR	1.75	-	7	3000 3500	-	220 - 240

Comparée aux autres fibres naturelles, la fibre de bois a l'avantage d'être uniforme, facilement disponible mais présente l'inconvénient d'être courte, entre 1 et 3,8 mm en moyenne, par rapport aux fibres de lin (4-8mm) et de chanvre (20 – 50 mm). Toutefois, les fibres issues de plantes annuelles présentent comme inconvénient une structure cellulaire hétérogène.

Les fibres de bois sont complexes au regard de leur structure chimique principalement composée de cellulose, d'hémicelluloses et de lignine. Elles contiennent aussi des extractibles tels que les tannins, les cires, les graisses... La figure 8 montre la répartition de ces derniers.

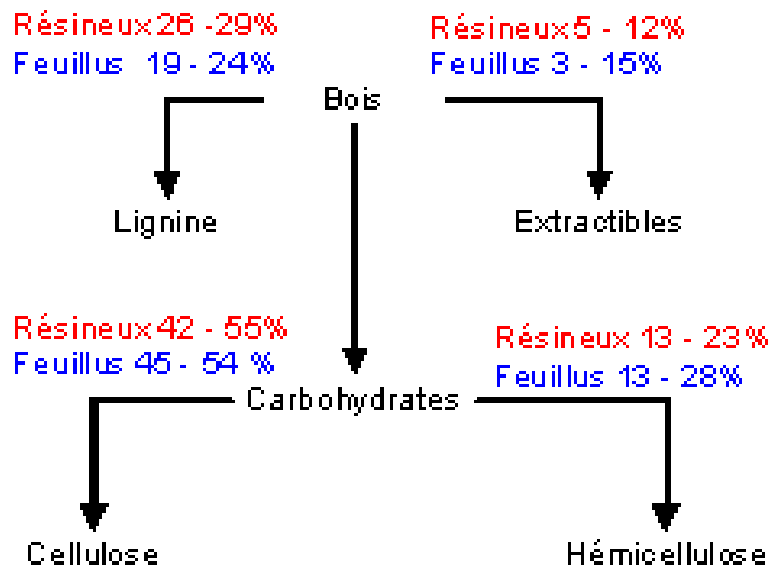


Figure 8. Les constituants chimiques du bois (*Passas, 2008 (14)*)

La structure de la fibre de bois peut être considérée comme un biopolymère tridimensionnel dont la matrice serait composée de lignine enrobant une structure cristalline et amorphe très rigide qu'est la cellulose et ayant un module d'élasticité égal à 136 GPa supérieur à celui de la fibre de verre (75 GPa) (*Michaud, 2003 (1)*). Les différents constituants de la fibre de bois tels que la cellulose et la lignine donnent une grande variabilité sur les propriétés physico-mécaniques (*Rowell et al, 1997 (22)*). C'est pour cette raison que de nombreux travaux ont été effectués afin d'améliorer leurs propriétés. Les fibres à base de cellulose, dérivées du bois, peuvent être traitées mécaniquement ou chimiquement (*Studinka, 1989 (23)*).

Kompella et Lambrous, 2002 (24) ont caractérisé les propriétés mécaniques de différentes fibres de cellulose et ont déterminé le module d'élasticité, la résistance à la traction et l'élongation à la traction du coton et des fibres de bois. D'autre part l'arrangement du réseau cristallin de la cellulose peut influencer les propriétés mécaniques et le comportement à la rupture. *Meyer et al, 1937 (25)* ont étudié les positions des atomes dans le nouveau modèle spatial de la cellulose. *Zugenmaier, 2001 (26)* a étudié l'arrangement cristallin de la molécule de la cellulose. À cause de sa haute cristallinité et de sa forme non ramifiée, la cellulose est le composant du bois le moins accessible aux solvants. *Fengel et*

Wegener, 1989 (27) ont étudié l'agrégation des molécules de cellulose susceptibles de provoquer par leur formation des liaisons hydrogènes intra et inter moléculaires.

L'utilisation des fibres de bois et plus généralement des fibres naturelles dans les composites tels que les WPC présente un certain nombre d'inconvénients : ainsi, la faible résistance à l'humidité conduit au gonflement et à la présence des vides à l'interface (*Bismarck et al., 2006 (28)*). Par conséquent, les propriétés mécaniques de ces composites diminuent et leur instabilité dimensionnelle se réduit. D'autre part, la cellulose des fibres de bois est sensible à la chaleur ce qui peut poser des problèmes durant les procédés de fabrication à chaud des WPC. Pour cette raison, certains chercheurs ont étudié les propriétés thermiques de la cellulose. Ainsi, *Wu et Dollimore, 1998 (29)* ont analysé le comportement à la dégradation thermique de différentes espèces du bois. Ils ont mesuré l'énergie d'activation par la méthode des dérivées. *Kim et al, 2006 (30)* ont utilisé les analyses thermiques différentielles et thermogravimétriques pour tester différents échantillons de cellulose (Halocynthia, coton et la cellulose microcristalline commerciale Funacel). Ils ont montré que la structure cristalline de la cellulose n'affecte pas l'énergie d'activation de la dégradation thermique mais par contre la taille des cristaux affecte la température de dégradation thermique.

Un autre facteur qui a été étudié par *Sheila et al, 2004 (31)* est l'adsorption d'un copolymère modèle, représentant le complexe lignine-carbohydrate (pullulan abietate, DS 0.027) sur une surface cellulosique modèle (films de cellulose régénérée de type Langmuir-Blodgett), en utilisant une approche biomimétique. Ils ont obtenu une modification rapide de la surface, spontanée et résistante à la désorption. Ces résultats sont un premier pas important vers une modification permanente de la surface des fibres cellulosiques à l'aide d'une couche de molécules qui pourraient, soit se réticuler par voie enzymatique pour l'obtention de composites à base de bois, soit se consolider en un édifice thermoplastique.

Les fibres de bois présentent plusieurs avantages, de leur utilisation comme renfort dans la fabrication du composite WPC jusqu'à leur élimination. Ainsi, le cycle de vie de la fibre de bois permet d'apporter une vraie réponse écologique pour l'isolation thermique et phonique et offre une bonne résistance au vieillissement des composites. De plus, les panneaux en fibres de bois sont composés à partir de "déchets" de bois récupérés dans les scieries (délignures, copeaux, ...). Dans la majorité des produits d'isolation, aucun liant synthétique n'est ajouté. La lignine du bois suffit à lier les fibres entre elles.

I. 4. Le composant « additif » du WPC

I. 4. 1. Notion d'adhésion

L'adhésion est l'ensemble des phénomènes physico-chimiques qui se produisent à l'interface entre deux matériaux mis en contact intime dans le but de créer une résistance mécanique à la séparation. L'adhésion dépend de la nature des surfaces des deux matériaux mis en jeu.

L'énergie nécessaire, pour réaliser la séparation lorsque le contact entre les deux matériaux est établi, s'appelle énergie d'adhésion. Les performances du composite ainsi que les propriétés de l'interface dépendent des interactions spécifiques qui s'établissent entre les deux matériaux (*Bledzki et al, 1996 (32); Dányádi et al, 2007 (20)*).

I. 4. 2. Interface bois /polymère thermoplastique

Le bois et le plastique sont comme l'eau et le pétrole, ils ne se mélangent pas. La plupart des thermoplastiques sont hydrophobes car composés de substances non polaires, qui ne sont pas compatibles avec les fibres de bois hydrophiles (substances polaires). Ceci conduit à une incompatibilité naturelle entre le polymère et la fibre dans le WPC.

Cette incompatibilité empêche d'une part le mélange des deux constituants pour obtenir une bonne dispersion du bois dans le polymère thermoplastique et d'autre part elle empêche le mouillage qui est le lieu du transfert des contraintes. Le mouillage a un rôle essentiel dans l'adhésion à l'interface. Cependant, même si un bon mouillage des fibres de cellulose est une condition nécessaire, elle n'est pas suffisante pour obtenir une bonne adhésion avec un polymère.

A l'interface (zone de liaison entre le renfort et la matrice) bois-polymère, différents types de liaisons peuvent avoir lieu : des liaisons physiques et chimiques de type liaisons hydrogène, de Van der Waals ou encore des interactions acide/base (*Van Oss, 1993 (33); Dilsiz et Wightman, 2000 (34)*). L'adhésion à l'interface augmente si le polymère mis en jeu est polaire. Dans le cas de matrices non polaires tels que le polyéthylène (PE) et le polypropène (PP), les liaisons à l'interface avec le bois sont faibles. La faible énergie libre de surface que possèdent le renfort et le polymère mène à des interactions chimiques très faibles entre ces deux composants (*Chtourou et al, 1997 (35); Bledzki et al, 1998b (36); Kazayawoko et al, 1999a (37)*). Entre les polymères thermoplastiques et les composants du bois un seul lien naturel est possible, c'est le lien mécanique.

Plusieurs techniques ont été utilisées afin d'améliorer l'interface bois/thermoplastique. Ces techniques aboutissent à des modifications physiques, chimiques et physico-chimiques à l'interface du composite WPC.

I. 4. 3. Modification de la surface par les méthodes physiques

Les méthodes physiques entraînent des changements au niveau de la surface et de la structure de la matrice thermoplastique ou de la fibre de bois. Parmi les méthodes physiques on a l'étirement, le calandrage, les traitements thermiques etc... Ces modifications ont fait l'objet de multiples études (*Belgacem et al, 1995 (38), Belgacem et al, 1996 (39) et Liu et al, 1998 (40)*) mais ne sont pas les plus utilisées pour le traitement de surface des fibres cellulosiques. Ces méthodes sont utilisées surtout pour purifier les fibres lignocellulosique en enlevant les impuretés sur la surface du substrat. Les modifications physiques des fibres-cellulosiques peuvent être traitées en parallèle par voie chimique. Il s'agit dans ce cas d'une modification physico-chimique

I. 4. 4. Modifications physico-chimique

Les modifications physico-chimiques ont fait l'objet de plusieurs études (*Belgacem et Gandini, 2005 (41)*), leurs objectifs consistent à purifier les fibres cellulosiques, au travers de traitement d'oxydation et activation de groupements chimiques à leur surface.

I. 4. 4. 1. Irradiation par rayonnement Ultra-Violet

L'irradiation par le rayonnement Ultra-Violet (forme d'énergie électromagnétique) est une méthode permettant de greffer les surfaces de polymères.

Carrasco et al, 2001 (42) ont étudié l'évolution des propriétés du HDPE irradié par Ultra-violet en fonction du temps et les résultats qu'ils ont trouvés montrent une augmentation du module d'Young liée à une augmentation de la rigidité du composite.

Zhao et al, 2007 (43), ont étudié la dégradation polyéthylène du PE- TiO_2 par irradiation Ultra-Violet. Ils ont dans ce cas, observé (figure 9) une dégradation du PE- TiO_2 sous l'effet de l'irradiation.

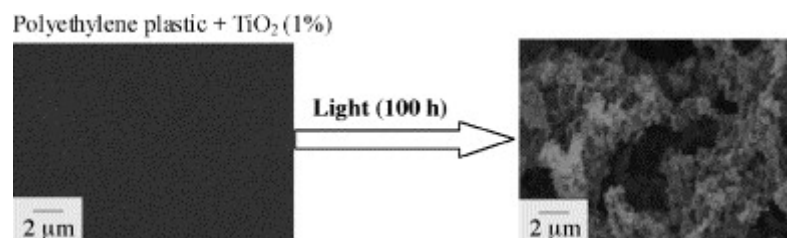


Figure 9. Dégradation du PE- TiO_2 par rayonnement Ultra-Violet

(*Zhao et al, 2007 (43)*)

I. 4. 4. 2 Traitements par décharge électrique (plasma, corona)

Le traitement des fibres cellulosiques par décharge électrique est très efficace puisque les modifications induites augmentent les propriétés mécaniques, l'hydrophobicité et réduisent la viscosité du WPC. Le coût de ces traitements reste élevé. [Morales et al, 2006 \(44\)](#) ont montré que l'adhésion à l'interface augmente pendant les quatre premières minutes de l'exposition au plasma mais ensuite, l'adhésion diminue à cause de la dégradation de la fibre cellulosique. Il existe aussi un autre type de traitement de surface de polymères thermoplastiques : le corona (figure 10). Cette technique modifie la surface à la fois physiquement et chimiquement. L'effet couronne augmente l'énergie de la surface du polymère thermoplastique (par oxydation) et génère une microporosité qui a pour conséquence d'améliorer l'imperméabilité. Un traitement puissant peut engendrer une destruction de la couche superficielle du polymère mis en jeu.



Figure 10. Effet Corona (activation de la surface d'un polymère par oxydation)

Il existe d'autres méthodes physiques telles que le traitement à l'ozone (oxyfluorination), la mercerisation (exposition à de la soude concentrée). Les fibres gonflent alors et se raccourcissent d'environ 25%, induisant une déformation durable de la structure). Les agents dispersifs et d'autres additifs sont largement utilisés dans les composites à base de bois. Ils agissent sur les propriétés de la surface des composants en modifiant la tension à l'interface ([Panaïtescu et al, 2007 \(45\)](#)). Ces techniques ne restent pas faciles à mettre en œuvre dans le domaine des WPC.

I. 4. 4. 3. Modification de la surface par des méthodes chimiques

Les modifications de la surface par des méthodes chimiques assurent un bon couplage entre les fibres cellulosiques fortement hydrophiles (renfort) et les thermoplastiques hydrophobes (matrice). Le tableau 6 donne le classement des mécanismes de couplage des matériaux d'après [Bledzki et Gassan, 1999 \(46\)](#).

Tableau 6. Mécanismes de couplage dans les matériaux par *Bledzki et Gassan, 1999 (46)*

Couches limites faibles	Elimination par les agents de couplage
Couches déformables	Produites par les agents de couplage
Couches contraintes	Développement par l'agent de couplage d'une interphase fortement réticulée
Le mouillage	Amélioration du mouillage en diminuant l'angle de contact entre les deux matériaux.
Liaisons chimiques	Créer par les agents de couplage des liaisons covalentes entre le polymère et le substrat cellulosique.
Acides bases	Altération par l'agent de couplage de l'acidité de la surface du substrat cellulosique.

Le développement d'une théorie définitive pour le mécanisme de liaison par des agents de couplage dans les matériaux composites est un problème complexe. Les principales liaisons chimiques sont insuffisantes à expliquer le mécanisme d'adhésion. Ainsi, d'autres concepts apparaissent nécessaires, et comprennent la morphologie de l'interface, les réactions acide-base à l'interface, l'énergie de surface et les phénomènes de mouillage.

I. 4. 4. 3. 1. Les agents de couplages chimiques

Les agents de couplages chimiques assurent le lien entre les fibres cellulosiques hydrophiles et la matrice thermoplastique hydrophobe en construisant des ponts chimiques (*Bledzki et Gassan, 1999 (46)*). Les agents chimiques (additifs) constituent une gamme de produits auxiliaires indispensables à la fabrication des composites bois/polymères, et en règle générale, leur proportion se situe entre 2 et 4 % en masse. L'additif est collé à la fibre de bois puis il se mélange avec la chaîne polymère (*Yang et al, 2007 (47)*). Ces modifications chimiques consistent à utiliser les groupements hydroxyles (-OH) (qui rendent les fibres cellulosiques fortement polaires) comme site de fixation de nouveaux groupements fonctionnels (figure 11).

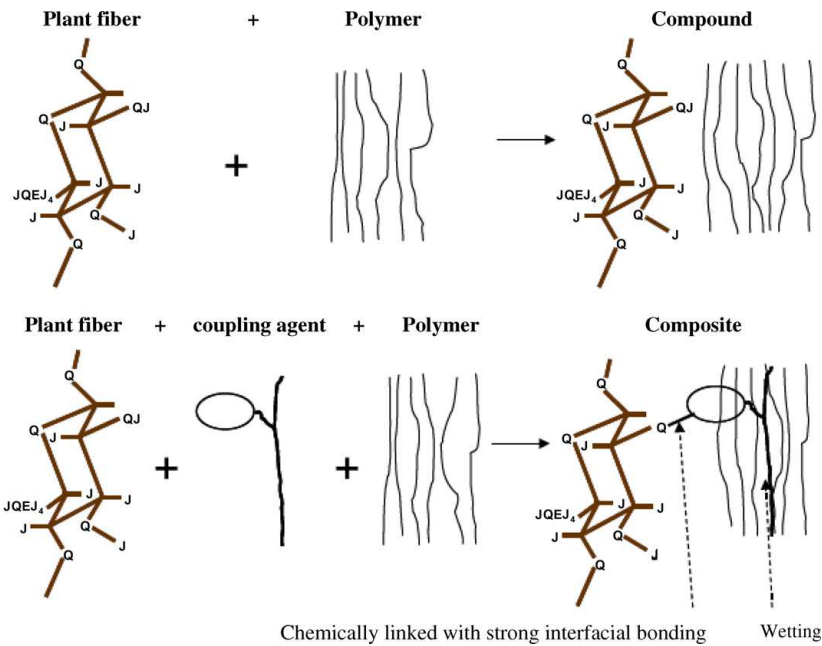


Figure 11. Mécanisme de couplage entre la fibre cellulosique la matrice polymère
(Ashori, 2008 (21))

Les agents de couplage se divisent en trois catégories :

- Les agents de couplages organiques (les anhydrides, les isocyanates, les polymères, les acides acryliques et méthacrylates, les époxydes, etc...) qui sont très utilisés pour renforcer les composites WPC.
- Les agents de couplages inorganiques (silicates) sont beaucoup moins utilisés dans les WPC que les agents organiques.
- Les agents de couplage organique-inorganique (silanes et titanates)

Pour renforcer l'adhésion à l'interface, il existe donc différents traitements possibles (tableau 7) sur les fibres ou agents de couplage (Michaud et al, 2003 (1)).

Tableau 7. Traitements sur les fibres ou agents de couplage présentant des affinités pour les renforts cellulosiques et la matrice polymère (*Michaud et al, 2003 (1)*).

Traitement	Effet à l'interface
Isocyanates (<i>Gatenholm et al, 1992 (48)</i>)	-Amélioration des propriétés physiques.
Anhydride -Anhydride maléique (MA) -Anhydride succinique (SA ; <i>Rozman et al, 1994 (49)</i>)	-L'anhydride présente une chaîne moléculaire de taille réduite qui atténue les améliorations d'adhésion et conduit à son utilisation dans les copolymères greffés (MAPE, MAPP, SMA, SEBS-MA, etc...)
Groupes méthylols (-CH ₂ OH)	-La formation de liaisons covalentes stables et de liaison d'hydrogène avec les fibres cellulosiques (<i>Lu et al 2000, (50)</i>).
Méthanol mélamine	-Absorption d'eau -Amélioration des propriétés mécaniques humides.
Acides acryliques et méthacrylates	-Une forte adhésion interfaciale. (<i>Chen et al, 1995 (51)</i>)
La triazine et ses dérivées	-Diminution de la prise d'humidité. -Gonflement des fibres cellulosiques. (<i>Zadorecki et Flodin, 1985 (52)</i> ; <i>Zadorecki et Flodin 1986 (53)</i>)
Les copolymères par greffe (MAPE, MAPP, etc...)	-Augmente l'adhésion à l'interface des WPC.

Pour améliorer la liaison interfaciale entre le bois et le polymère, dans le cas de matrice PE ou PP, l'adjonction d'un agent de couplage tel que l'anhydride maléique (MA) – sous forme de polypropylène greffé avec de l'anhydride maléique (MAPP) - assure une bonne liaison entre la surface hydrophile du bois et la surface hydrophobe de la matrice plastique, garantissant ainsi de bonnes propriétés mécaniques.

I. 4. 4. 3. 2. Procédé d'imprégnation des fibres

Les fibres sont imprégnées par des monomères qui sont compatibles avec le polymère du WPC. Ce procédé crée une très forte liaison entre les fibres naturelles et les résines thermodurcissables. Cela

permet d'obtenir des composites qui ont des propriétés mécaniques équivalentes à celles des composites renforcés avec des fibres de verre.

Par ailleurs, il existe d'autres méthodes chimiques de modification de la surface telles que la thermoplastification du bois (liquéfaction du bois ou du plastique) et la modification de l'énergie de surface. Outre ces agents de couplages indispensables, d'autres produits auxiliaires peuvent être utilisés tels que les lubrifiants et adjuvants de fabrication. Ils apportent les fonctionnalités suivantes : réduction de la viscosité – accroît l'indice de fluidité ; dissipation de la chaleur ; résistance aux marques de coulée ; réduction de la viscosité à des vitesses de cisaillement élevées ; réduction de l'adhésion entre la résine et les parois de l'extrudeuse ; réduction du frottement entre la résine et le matériel de fabrication ; dispersion – favorisation de l'incorporation et de la dispersion des charges. Le tableau 8 donne plusieurs exemples d'additifs utilisés dans la production de WPC.

Tableau 8. Exemple d'additifs utilisés pour la production du WPC (*Michaud et al, 2003 (1)*)

Additif	Fonction	Type	HDPE, LDPE, LLDPE		POLYPROPYLENE	
			Produits	Taux utilisation	Produits	Taux utilisation
Agent de couplage	Améliore adhésion et dispersion	Polyoléfine traitée MAH	Polybond 3009	1 – 4 %	Polybond 3000 ou 3200	1 – 4 %
Stabilisant Antioxydant	Evite dégradation pendant process	Antioxydants phénols et phosphite	Naugard 76 Naugard 524	0.01- 0.02% 0.04-0.08%	Naugard B25	0.1-0.25%
Stabilisant anti UV	Evite dégradation lumière de la résine	HALS	Chemasorb 944 Tinuvin 770	0.1- 0.25 %	Chemasorb 944 Tinuvin 770	0.1 – 0.25%
Absorbeur UV	Evite la dégradation du bois	Benzophénone ou Benzotriazole	Cyasorb 531 Tinuvin 327	0.5 %	Cyasorb 531 Tinuvin 327	0.5 %
Tampon	Piège les résidus Cl (résine en poudre)	Stéarates métalliques ou EBS	Stéarate de calcium ou de zinc Lubrazinc W	0.05 – 0.1 %	Stéarate de calcium ou de zinc Lubrazinc W	0.05 – 0.1 %
Lubrifiants	Améliore la fluidité	Sels d'acides gras, huiles, cires, CaSt, ZnSt	Lubrazinc w Huiles blanches Cires PE	0.25 – 2 %	Lubrazinc w Huiles blanches Cires PE	0.25 – 2 %

1. 5. Les procédés de fabrication des composites WPC

De nombreuses technologies permettent la mise en œuvre des plastiques : le thermoformage, l'injection moulage, l'injection multiphasée, l'injection soufflage, l'extrusion, l'extrusion soufflage, l'extrusion gonflage, le calandrage, le moulage par réaction (RIM) ou réaction renforcée (RRIM), le rotomoulage, le soudage etc... Ces différents procédés ne sont pas seulement conçus en fonction des propriétés physico-chimiques du polymère mais aussi des caractéristiques recherchées pour le produit final tels que les composites bois/plastique (*Agassant et al, 1996 (54)*) . Par ailleurs, il existe deux grands processus de fabrication des WPC. L'un relève des techniques de la plasturgie et l'autre des

procédés de l'industrie du bois. Parmi les techniques plasturgistes les plus utilisées pour la fabrication du WPC, on trouve l'extrusion (monovis et bivis) et l'injection.

I. 5. 1. L'extrusion

L'extrusion est un procédé continu. C'est la méthode de fabrication la plus classique pour la production de masse de produits thermoplastiques permettant de transformer la matière de l'état granulaire ou poudre en un profilé (*Trotignon et al, 1996 (55)*). La figure 12 présente un schéma technique d'une extrudeuse de thermoplastique industrielle.

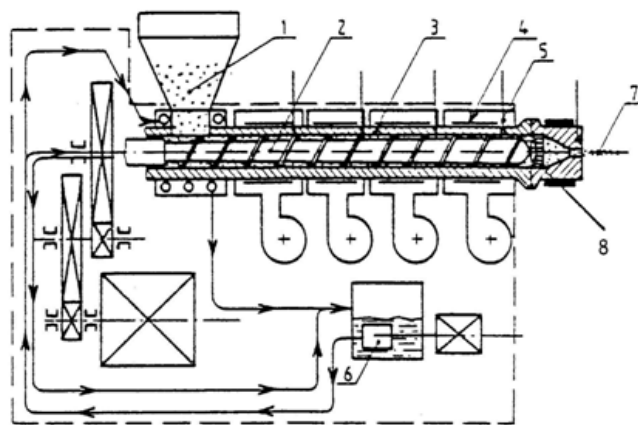


Figure 12. Schéma d'une extrudeuse (*Trotignon et al, 1996 (55)*) . 1- Matière, 2-Vis, 3-fourreau, 4-Collier chauffant, 5-thermocouple, 6-Pompe à eau, 7-Profilé extrudé, 8- Grille

La plupart des matières thermoplastiques peuvent, à quelques exceptions près, être transformées avec des additifs, des charges et des renforcements fibreux ; des matières thermodurcissables réactives peuvent également être extrudées. On distingue deux grandes familles d'extrudeuses : les extrudeuses monovis et les extrudeuses bivis.

I. 5. 1. 1. Extrusion monovis

Dans le domaine de la plasturgie, c'est en 1879 que le premier brevet d'une extrudeuse monovis (Single Screw Extruder, SSE) a été déposé pour isoler des câbles à bases de gutta percha (*Agassant et al, 1996 (54)*). Depuis, cette technologie n'a pas cessé d'être optimisée. Actuellement, les extrudeuses

monovis disposent d'un système vis-fourreau constitué d'une vis d'Archimède généralement conique qui tourne dans un fourreau cylindrique réglé en température, et au bout duquel est fixée une filière. L'extrusion reste de loin la méthode la plus répandue pour la fabrication de produits en WPC, notamment avec des extrudeuses mono-vis. Au cours de l'extrusion, les fibres sont mélangées avec le thermoplastique fondu à l'aide d'un système à vis à trois zones. La vis à trois zones est, aujourd'hui, la plus utilisée (Figure 13).

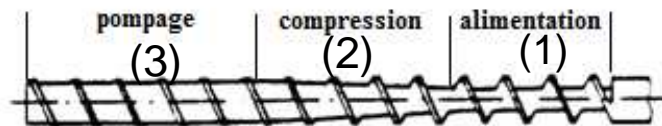


Figure 13 . Vis à trois zones (Agassant et al, 1996 (54))

La description de ces trois zones :

- La zone d'alimentation (1) qui possède la profondeur du filet la plus grande et permet l'avancé du polymère.
- La zone de compression (2) qui assure la plastification (fusion) et le dégazage convenable du fondu. Dans cette zone, le diamètre du noyau de la vis augmente constamment (la profondeur du filet est constante).
- La zone de pompage (3) qui permet d'homogénéiser le mélange de polymère fondu et les fibres de renforts. C'est dans cette zone où se déroule la dernière étape du procédé que nécessite parfois l'ajout de blocks de malaxage (kneading blocks) à la même vis. A la sortie de l'extrudeuse se trouve la filière qui donnera la forme finale au matériau extrudé.

D'autre part, il existe différentes vis où la longueur de chaque zone varie (cf figure 14).

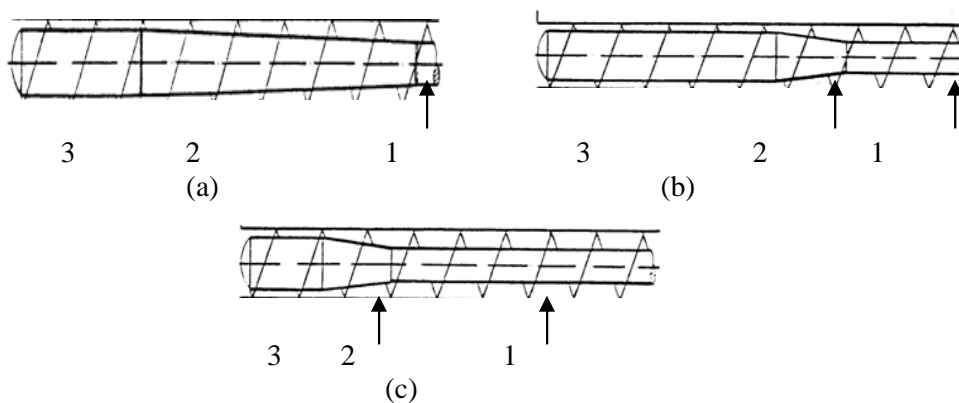


Figure 14. (a) Vis à zone de compression longue, (b) Vis à zone de sortie longue
(c) Vis à zone de compression courte (source inconnue)

Dans un extrudeur mono-vis, le transport des matières premières est assuré par les forces de frottement et son efficacité dépend essentiellement de l'adhérence des matériaux sur le fourreau. L'utilisation de fourreaux très longs, ou de système de refroidissement de la paroi, ou de vitesses de vis importantes est souvent nécessaire pour éviter le collage de la matière à la vis. Plusieurs travaux ont mis en évidence l'importance de la géométrie de la vis dans les phénomènes de transport et de fusion du polymère au cours de l'extrusion (*Agassant et al, 1996 (54); Rosato, 2000 (56)*).

I. 5. 1. 1. 1. Influence des conditions du procédé de fabrication dans la fabrication de composites bois

Plusieurs paramètres (la vitesse de rotation des vis, le profil de température etc...) du procédé de fabrication influencent considérablement les propriétés du composite bois/plastique.

I. 5. 1. 1. 2. Influence de la vitesse de rotation de la vis

Généralement, l'extrusion provoque une dégradation des fibres et engendre dans la plupart des cas des cassures (*Gamstedt et al, 2006 (57)*). Selon *Le Baillif et Oksman, 2006 (58)*, l'utilisation de températures et/ou de vitesses très élevées provoque une dégradation des fibres. Une étude a été menée par *Englund et Olson, 2007 (59)* sur des éprouvettes à base de HDPE et de PP et de 60% de Pin. Ces auteurs ont montré que la vitesse de la vis a un effet sur l'absorption d'humidité du WPC et n'influence pas significativement la résistance à la flexion du composite.

Burgstaller et Stadlbauer, 2007 (60) ont observé l'influence de ces paramètres au cours d'expériences réalisées sur des WPC à matrice PP renforcées par des fibres de bois avec des pourcentages de bois variant entre 30 et 70%. Cette observation a mené aux conclusions suivantes :

1. Pour des pourcentages de fibres de bois $\leq 50\%$, les composites sont plus stables au cours du procédé, tandis que dans des conditions extrêmes, la couleur et la résistance du WPC sont fortement modifiées.

2. Pour des pourcentages des fibres de bois $\geq 50\%$, il y a une importante influence du cisaillement.

I. 5. 1. 1. 3. Influence des propriétés élastiques et de viscosité sur les courbes caractéristiques débit-pression d'une extrudeuse monovis

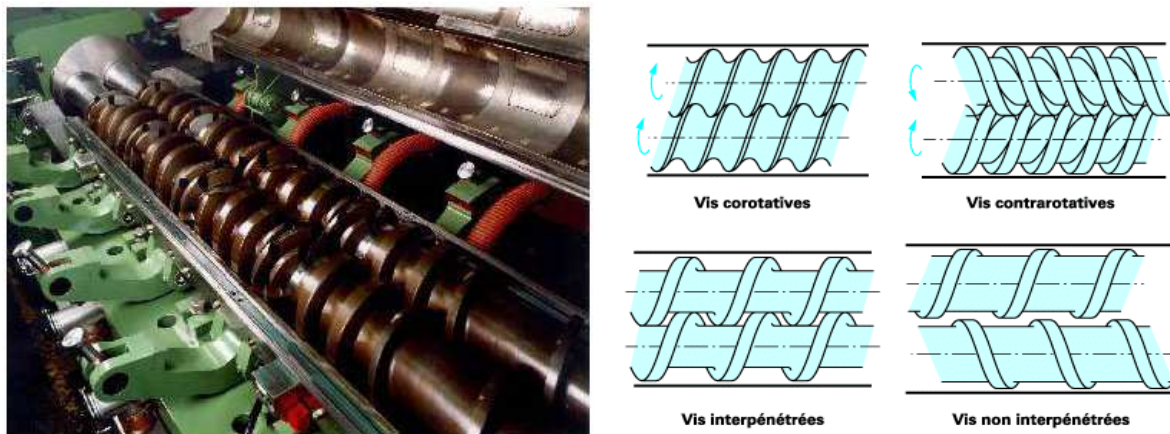
Khalifeh et Clermont, 2005 (61) ont montré (à l'aide des simulations numériques tridimensionnelles en situation non isotherme, pour des fluides à caractère rhéofluidifiant, anélastiques et viscoélastiques, dans une géométrie de type vis-fourreau et en utilisant la méthode de volumes finis) des courbes

caractéristiques d'extrudeuse. En tenant compte des propriétés rhéologiques des fluides, relatives aux variations de viscosité (rhéofluidification) et aux aspects élastiques, les auteurs montrent que les propriétés élastiques et la viscosité influencent clairement les courbes caractéristiques débit-pression en sortie de vis, qui conduit les auteurs à considérer des conditions de fonctionnement différentes suivant la nature du fluide mis en œuvre au sein de l'extrudeuse.

I. 5. 1. 2. L'extrusion bivis

Une extrudeuse bi-vis comporte deux vis sans fin tournant à l'intérieur d'un fourreau réglé thermiquement (figure 15 a). L'extrusion bivis présente certaines particularités (la transformation et la mise en forme des plastiques) comparativement à celle monovis. Elle présente une alimentation plus régulière à cause de son fonctionnement qui ressemble à une pompe à vis et assure l'homogénéité de la matière en phase fondu. En plus, les débits peuvent être augmentés.

Parmi les différents types traditionnels d'extrudeuses, on distingue aussi les extrudeuses bivis (Twin Screw Extruders TSE) parallèles co-rotatives et contra-rotatives, les extrudeuses bivis coniques contra-rotatives et interpénétrantes ou non (Figure 15 b).



(a)

(b)

Figure 15. (a) Machine bivis : partie active (*source CLEXTRAL*)
 (b) Les principales configurations d'extrudeuses bivis (*source CLEXTRAL*)

Le choix de la configuration adéquate dépend essentiellement de l'action à exercer sur la matière. De nombreux travaux ont été effectués pour étudier l'effet d'extrudeuse bivis sur la matière végétale tels que :

Marechal, 2001 (62) qui a analysé les principaux facteurs impliqués dans le fractionnement combiné de pailles et de sons de blé en extrudeur bi-vis pour l'obtention d'agro-matériaux. Il a montré une augmentation de l'affinité des fibres pour les résines thermodurcissables en extrudant de la paille et des tiges.

Le *Peyrat, 2000 (63)* qui a étudié le procédé de transformation thermo-mécano-chimique en extrudeur bivis d'un nouveau composite biodégradable obtenu à partir de maïs plante entière. Il a trouvé une modification de la fraction pariétale de la matière végétale afin de lui faire acquérir des propriétés thermoplastiques. Le *Geneau, 2006 (64)* qui a analysé le comportement rhéologique du tourteau de tournesol en phase fondue, au rhéomètre capillaire et qui a observé que l'extrusion bivis modérée améliore l'écoulement de ce composite hydraté à 30% et à 120 °C.

Par ailleurs, une autre technique a été exploitée par *Kasliwal et Jones, 2004 (65)* pour la fabrication du WPC par un procédé qui soit à la fois dispersif et distributif. Cette technique nécessite un dédoublement de la vis de telle manière que la seconde trémie d'alimentation se trouve dans la seconde zone après les 3 zones pour le polymère (figure 16). Ce système permet aux fibres de bois ajoutées au polymère fondu d'avoir le temps nécessaire pour se mélanger sans une contrainte mécanique trop élevée. Le choix de la température doit être convenable pour que la dégradation thermique de la fibre soit minimale.

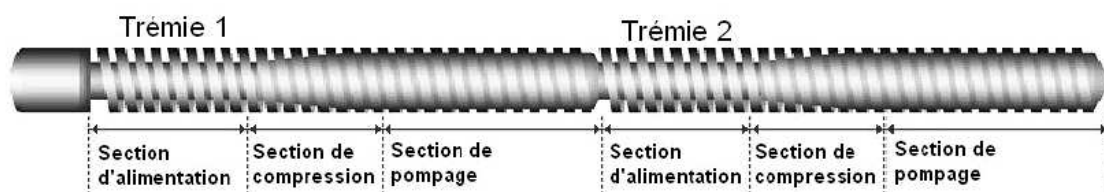


Figure 16. Vis extrudeuse (dédoublement de la vis) (*Kasliwal et Jones, 2004 (65)*)

I. 5. 2. L'injection

Le procédé d'injection est un procédé semi-continu. Il permet de réaliser la mise en forme d'un thermoplastique à l'état fondu chargé de renfort court ou non dans un moule tempéré et d'obtenir des pièces minces jusqu'à quelques millimètres d'épaisseur à cause de la faible conductivité thermique des thermoplastiques (figure 17). La matière fondue conserve la forme de l'empreinte, le moule peut être ouvert et le composite éjecté (figure 18). L'injection du WPC donne des produits plus complexes, mais la teneur en bois est inférieure à ce qu'on obtient en extrusion si on veut remplir les canaux étroits du système d'injection. L'une des façons pour produire des composites bois/plastique est l'injection RTM (Resin Transfer Moulding). C'est un système de moulage à pression où la résine thermodurcissable, mélangée au catalyseur est injectée dans un moule fermé. Cette opération est réalisée sous presse ou table chauffante et le moule contient un renfort compacté ou préformé. Après polymérisation, l'ensemble est refroidi.

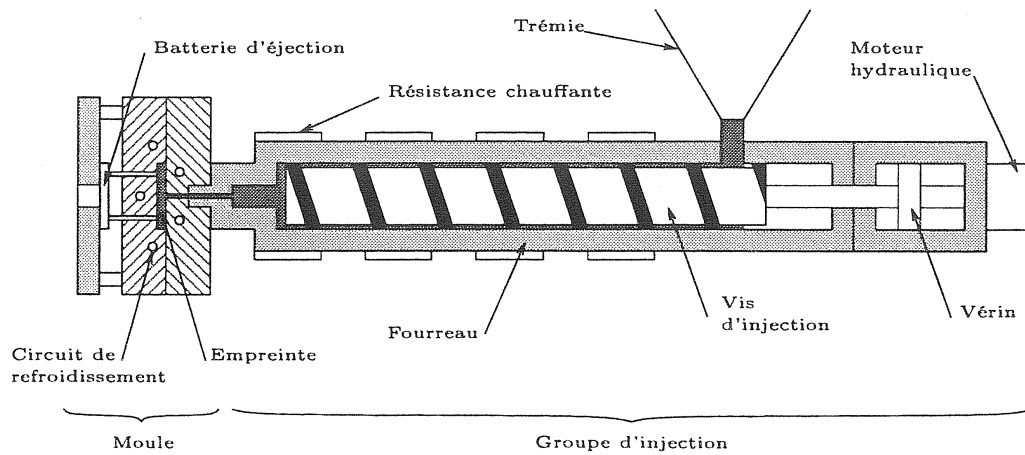


Figure 17. Principaux éléments d'une presse d'injection (Trotignon et al, 1996 (55))

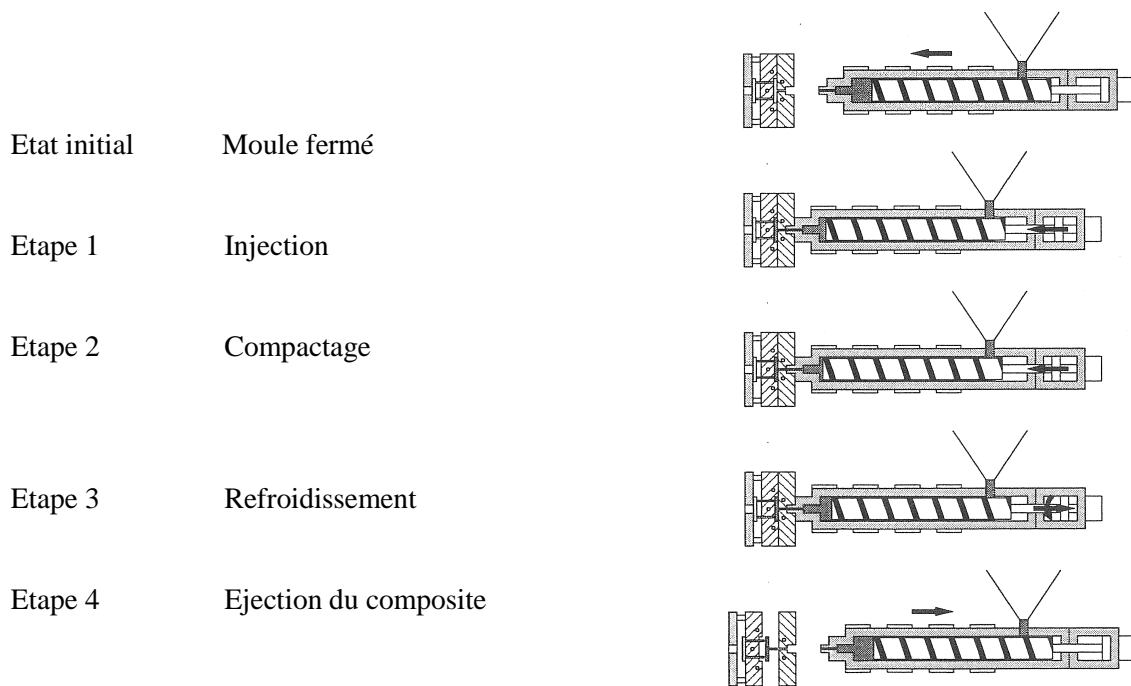


Figure. 18. Principe du procédé d'injection (Trotignon et al, 1996 (54))

Au cours de la mise en forme des WPC par le procédé d'injection, des défauts peuvent générer une dégradation de la qualité du produit final.

I. 5. 2. 1. Les défauts d'injection

I. 5. 2. 1. 1. Défauts visuels de surface :

De nombreux facteurs différents peuvent provoquer des défauts au niveau de la surface du WPC tels que :

- Les conditions du moulage par injection (vitesse d'injection, température de fondu...)
- La présence des fibres de bois dans le mélange.
- La condition de l'unité d'injection.
- La conception du moule.
- L'ajout d'additifs.
- La nature du thermoplastique contenu dans le mélange de moulage.

Pour éliminer un de ces défauts, il faut observer la surface durant le processus d'injection afin d'identifier la localisation, ainsi que le moment où il est apparu.

I. 5. 2. 1. 2. Défauts dimensionnels

La forme des produits injectés et le non-respect des dimensions sont les plus graves défauts. Généralement, une faible température de moule peut conduire à des pièces incomplètes et une température de moule trop élevée peut conduire à l'apparition d'un refus du produit final au cas où le temps de refroidissement n'est pas adapté à cette température. L'obtention des dimensions incorrectes est due à la température du moule qui peut varier ou être inadaptée. Pour cela, il est conseillé d'augmenter le temps de refroidissement de telle manière qu'il soit ajusté à la température du moule.

I. 5. 2. 1. 3. Défauts structurels

Un mauvais choix des conditions de moulage peut conduire à des produits de WPC n'ayant pas les propriétés mécaniques souhaitées. Par exemple, une augmentation de l'apparition de retassures et vacuoles peut être due à une température de moule trop faible.

Plusieurs recherches ont été effectuées pour optimiser le procédé d'injection afin d'aboutir à des pièces injectées de bonne qualité.

Saidi et al, 2010 (66) ont identifié les paramètres d'injection les plus influents sur la qualité des caisses de légume en PEHD en suivant une méthode de plan d'expérience afin d'apporter une amélioration de la qualité du produit final. A travers cette étude ils ont pu élaborer un modèle d'optimisation du procédé permettant de déterminer les paramètres optimaux du moulage par

injection. Son application leur a permis d'aboutir à un gain aussi bien de temps, que de matière et par conséquent une diminution du coût de production.

Gosselin et Rodrigue, 2006 (67) ont étudié la relation entre les conditions de traitement et la morphologie finale des composites de bois/plastique moussés ceux-ci, ayant été au préalable fabriqués par une méthode de moulage par injection. Ils ont montré à l'aide de l'observation par microscope optique à balayage que la température de moule n'a pas d'influence sur la taille des cellules puisque cette dernière reste inchangée.

Yeh et Gupta, 2008 (68) ont examiné l'effet des conditions de la variation des paramètres d'injection sur le taux d'absorption d'humidité du composite fibre de bois/polypropylène. D'autre part, **Bourmaud et Baley, 2008 (69)** ont effectué des essais de traction, thermiques, rhéologiques et microscopiques afin d'étudier l'influence du nombre de cycle d'injection sur les propriétés de mélanges Polypropylène (PP)/sisal et chanvre. En comparant les résultats qu'ils ont obtenus sur du PP anhydride maléique/chanvre et du PP/fibres de verre, ils montrent que les propriétés mécaniques du PP ou du PP/verre sont fortement affectées par le nombre d'injection alors que celles des PP/fibres végétales sont remarquablement stables. A travers cette étude ils ont pu mettre en évidence une importante diminution des longueurs et rapport d'aspect des fibres végétales avec le recyclage.

Par ailleurs, des recherches ont montré que les composites fabriqués par injection avaient des performances supérieures à ceux fabriqués par extrusion. Ainsi, **Stark et al, 2004 (70)** ont comparé les performances des éprouvettes obtenues à partir de farine de *Pinus ponderosa* (50%)/HDPE fabriqués par moulage d'injection et extrusion. Ils ont montré que le module d'élasticité (MOE) en flexion est presque le même pour les deux types d'échantillons. Par contre les WPC injectés présentent le module à la rupture le plus élevé.

Bledzki et Faruk, 2004 (71) ont également comparé les performances mécaniques des éprouvettes (particule de bois (30%)/ HDPE) fabriquées par moulage d'injection et par extrusion en effectuant des essais de traction. Ils ont observé que la résistance de celles injectées était également plus importante que celle des échantillons extrudés.

Migneault et al, 2009 (72) ont étudié à l'aide d'un rhéomètre à couple le comportement du polyéthylène haute densité (PEHD) chargé de fibres végétales. Celles-ci ont été formées à partir de différentes tailles de fibres, par extrusion et par moulage par injection. Ils ont montré à travers les résultats trouvés que les WPC moulés par injection avaient de meilleures propriétés physiques et

mécaniques que les WPC extrudés et que ceci peut être expliqué en partie par un meilleur alignement des fibres dans les échantillons injectés.

I. 6. Caractérisation du composite bois plastique :

La vérification de la conformité du WPC à ses spécifications nécessite un ensemble de tests physico-chimique. Pour cette raison, plusieurs méthodes dans la littérature ont été utilisées pour étudier le comportement mécanique à l'échelle micro/macro, les propriétés à l'interface et les propriétés à la surface du WPC.

I. 6. 1. Propriétés physico-mécanique et chimique du WPC

I. 6. 1. 1. Effet de l'espèce, la taille et du pourcentage du renfort sur les propriétés physiques du composite bois/plastique

Les propriétés mécaniques des composites bois/plastique sont étroitement liées à l'orientation, la taille et le taux des fibres et des grains de bois. Cependant, plusieurs études ont été effectuées en utilisant différentes méthodes pour étudier l'effet du renfort dans la matrice plastique.

Yemele et al, 2010 (73) ont étudié l'effet de l'espèce, la taille et les proportions (50% et 60%) de la fibre de bois (sapin noir et peuplier tremble) sur les propriétés mécaniques du composite bark fibre/polyéthylène à haute densité à l'aide des essais de traction et de flexion. Ils ont trouvé que :

- L'augmentation du pourcentage des fibres dans la matrice du HDPE augmente le module à l'élasticité (MOE) en flexion et en traction pour les deux espèces.
- Les fibres longues améliorent l'élasticité mais diminue la dureté et la contrainte à la rupture à la traction pour les deux espèces.
- Le composite d'écorce de sapin noir (BSB) est plus rigide que celui du composite d'écorce de peuplier tremble (TAB) malgré un comportement plus fragile. Les courbes du comportement (stress-strain) de la figure 19, illustrent un domaine linéaire plus large du BSB par rapport à celui de TAB. Ils ont conclu que le BSB présente globalement des propriétés mécaniques plus élevées que celles du TAB.

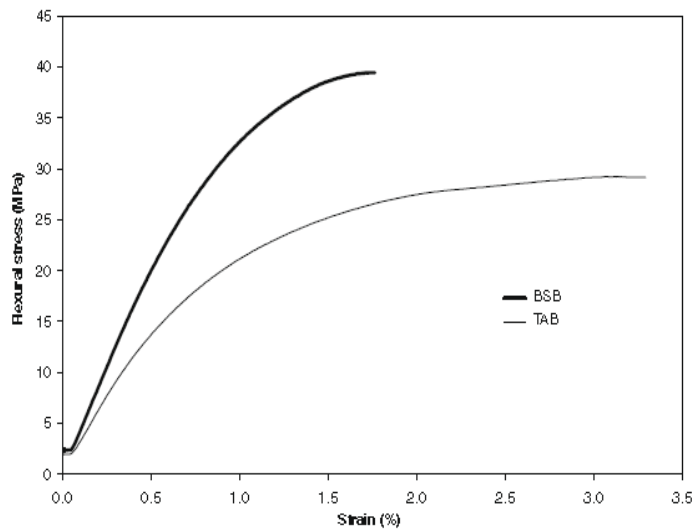


Figure 19. Influence de l'espèce sur la résistance à la flexion de composite écorce - plastique (BSB=écorce de sapin noir, TAB= écorce de peuplier tremble) (Yemele et al, 2010 (73))

Renner et al, 2009 (74) ont suivi la déformation micromécanique du composite fibre de bois/PP en utilisant des mesures par émission acoustique (Acoustic Emission 'AE') au cours d'un essai de traction. Cette technique consiste à mettre un microphone sur l'éprouvette pour détecter le bruit produit par les déformations locales autour des zones hétérogènes au cours de l'essai. Sur la figure 20 les petits cercles indiquent les événements acoustiques détectés, qui sont dus principalement au déchaussement et au craquage des fibres. Ils ont observé (figure 20, qui illustre la courbe du comportement), un nombre très important d'événements acoustiques pour un composite possédant des particules ayant un grand diamètre (210 μm) contrairement au composite possédant des particules ayant un petit diamètre (30 μm) où le nombre d'événements acoustiques a clairement diminué ainsi que l'amplitude du signal (figure 21). Ces résultats leur ont permis de conclure que le déchaussement et le craquage des fibres diminuent pour des particules ayant un faible diamètre (30 μm), provoquant ainsi une modification du comportement micromécanique du composite.

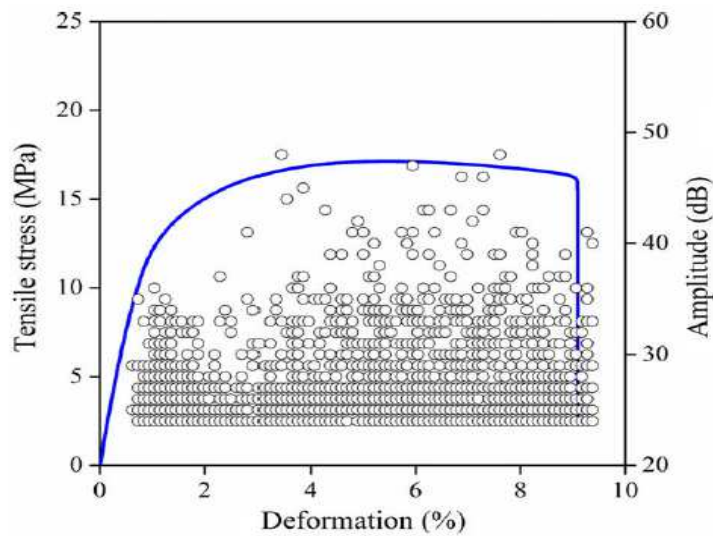


Figure 20. Signal d'émission acoustique pendant le test de traction de composite (PP/ Bois) contenant de grandes particules (EFC 1000, $d=210 \mu\text{m}$) (Renner et al, 2009 (74)).

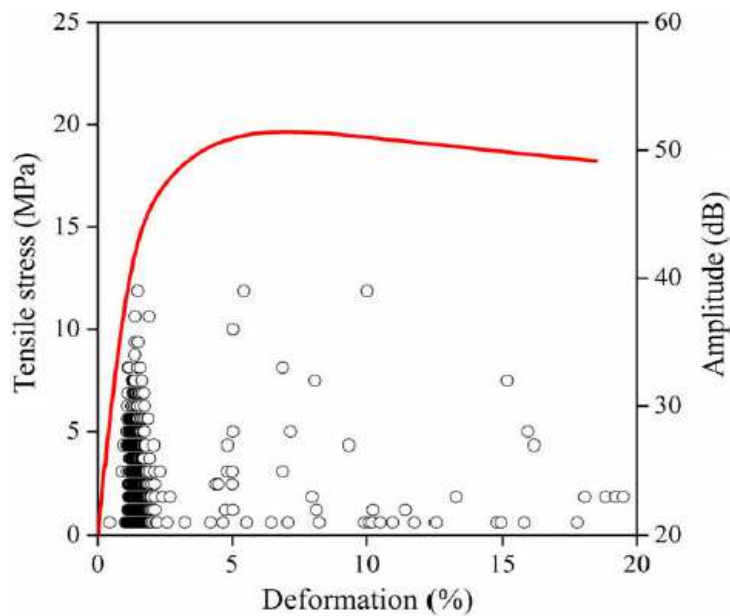


Figure 21. Signal d'émission acoustique pendant le test de traction de composite (PP/ Bois) contenant de petites particules (CW 630, $d=30 \mu\text{m}$) (Renner et al, 2009 (74)).

Les récents travaux de *Dobircau et al, 2009 (75)* prouvent au travers d'analyses de diffraction aux rayons X que pour un composite fibre de coton/plastique l'évolution de l'intensité des pics en fonction de l'angle de diffraction croit avec l'augmentation du taux de fibre (0%, 5%, 7.5%, 10% et 15%) et que la superposition des diagrammes de rayon X prouve que les caractéristiques de signal de

la matrice sont presque semblables quelque soit le taux de fibres (figure 22). L'analyse qualitative par MEB a prouvé la nature hétérogène du composite. Les courbes de comportement de la figure 23 montrent que le module d'élasticité croît avec l'augmentation des fibres et par conséquent une amélioration des propriétés en traction du composite mis en jeu. Par ailleurs, l'addition des fibres de coton n'a pas d'influence sur la conductivité thermique et la résistivité du composite.

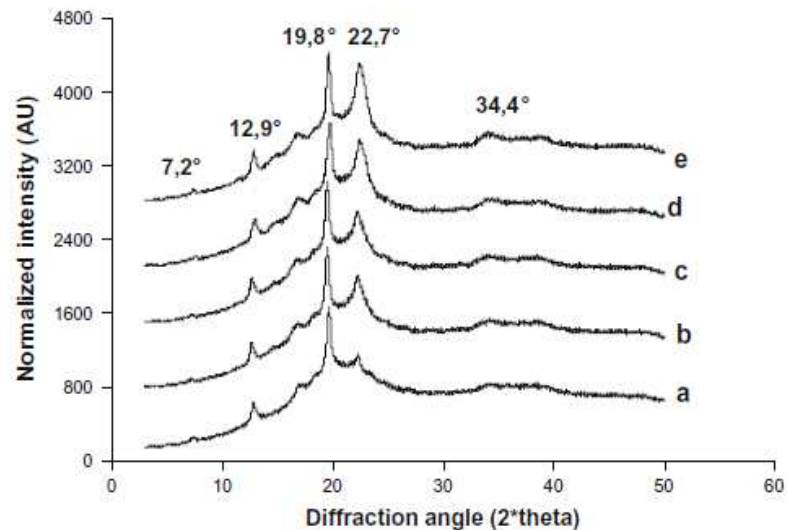


Figure 22. Diagramme aux Rayons X obtenu à partir de farine de blé et de fibre de coton (a = 0% w/w, b = 5% w/w, c = 7.5% w/w, d = 10% w/w et e = 15% w/w). (Dobircau et al, 2009 (75)).

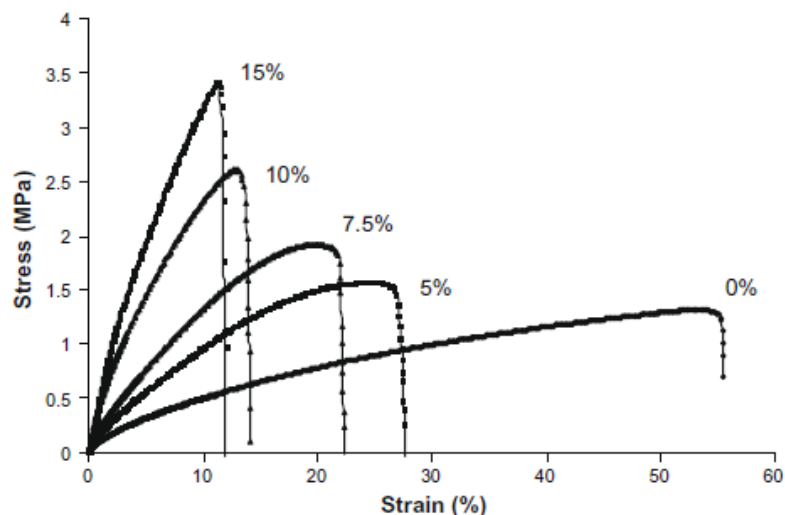


Figure 23. Courbes de déformation à la contrainte de composites de farine de blé contenant plusieurs concentrations de fibre de coton (0%, 5%, 7.5%, 10% et 15% w/w). (Dobircau et al, 2009 (75)).

Cui et al, 2008 (76) ont étudié aussi l'effet de l'augmentation du pourcentage et de la longueur de la fibre de bois sur le WPC en flexion, ils ont trouvé que le module à l'élasticité en flexion croît avec l'augmentation de la taille des fibres tandis que la résistance à la flexion et au choc diminue.

A l'Université de Michigan (departement of forestry), *Nzokou et al, 2005 (77)* ont utilisé une technique d'évaluation non destructive (Non Destructive Evaluation technique 'NDE') de vibration transverse (transverse vibration technique) afin d'examiner la relation entre le MOE déterminé par cette technique (NDE-MOE) à celui (static-MOE) déterminé par un essai classique (flexion-4-points) en fonction de la taille de la section d'un panneau de WPC. Les résultats trouvés ne montrent pas de corrélation étroite entre le NDE-MOE et le static-MOE dans le cas du WPC (hétérogène) comme dans le cas d'un panneau de bois pur (homogène). Les auteurs ont conclu à l'issue de ces résultats que la technique de vibration transverse n'est pas efficace pour évaluer les performances mécaniques des WPC.

Beldzki et al, 2003 (78) ont renforcé une matrice de polypropylène avec 4 types de fibres de bois (dur, tendre, longue et déchet) et ils ont examiné l'effet de la nature de la fibre sur le composite en effectuant des essais standard de flexion et de traction. A partir de ces essais, ils ont pu montrer qu'en présence d'agent de couplage (MAH-PP (5%)), les composites renforcés par des déchets de bois (wood chips) sont les plus rigides (figure 24). Ces résultats ont permis aux auteurs de conclure que les composites fibres (déchets de bois)/ PP possèdent les meilleurs propriétés mécaniques en traction et en flexion que ceux renforcés de fibres tendres, dures ou longues (cf figure 24).

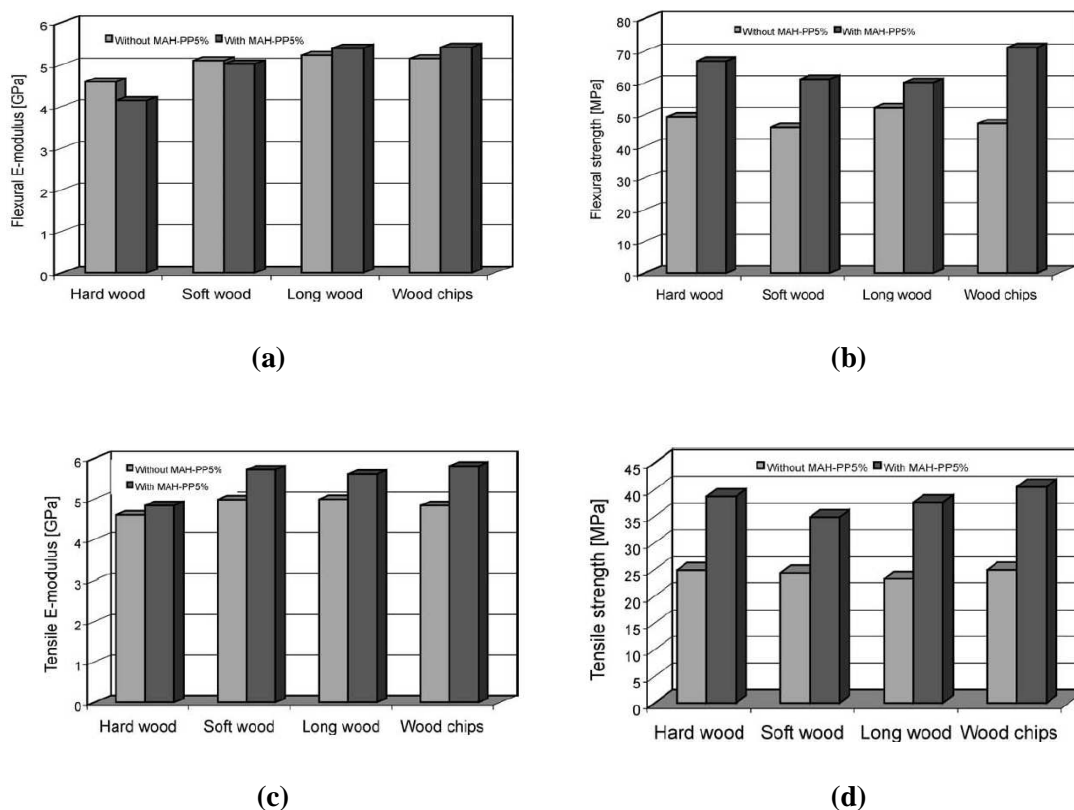


Figure 24. **a)** module d'élasticité en flexion (Flexural E -modulus), **b)** contrainte à la flexion (Flexural strength), **c)** module d'élasticité à la traction et **d)** contrainte à la traction (tensile strength) de différents composites fibres de bois / PP avec et sans agent de couplage par *Beldzki et al, 2003(78)*

Sretenovic et al, 2006 (79) ont utilisé l'ESPI (electronic speckle pattern interferometry) comme technique pour mesurer la distribution du cisaillement à l'interface le long d'une fibre de bois et la matrice LDPE. Ils ont montré que le cisaillement est nul au centre de la fibre tandis qu'il atteint son maximum aux extrémités de la fibre (figure 25). Cette étude a prouvé que le transfert d'effort peut se faire à travers les extrémités et les cotés de la fibre vers la matrice plastique. Ces résultats expérimentaux ont été validés par un modèle numérique (Méthode des éléments finis) et par une étude analytique.

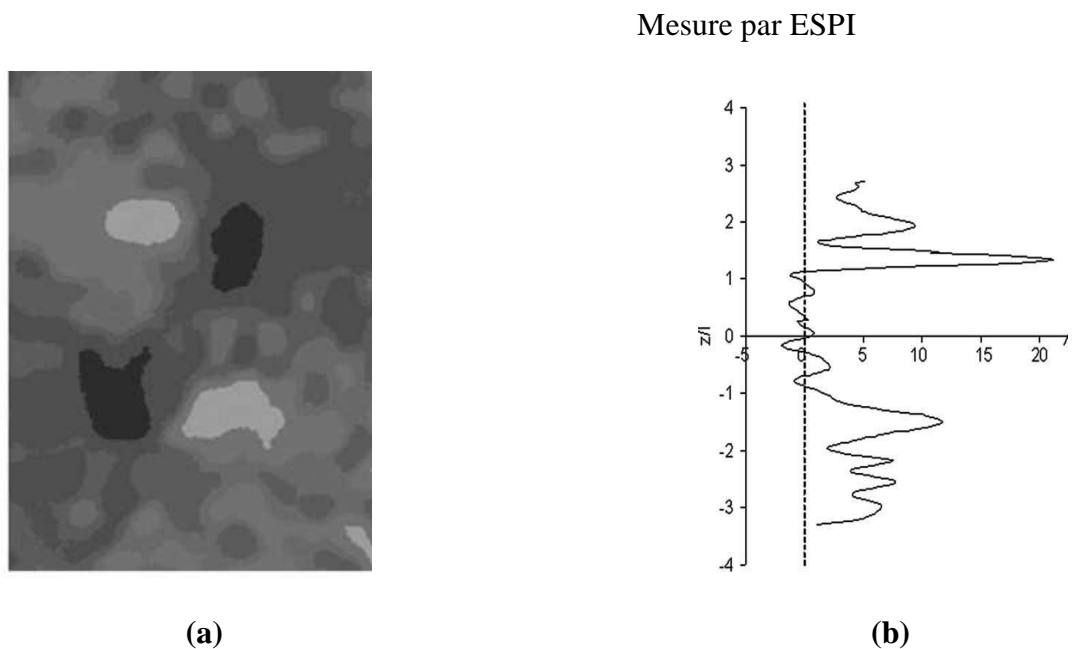


Figure 25. a) Contrainte de cisaillement par ESPI, b) Distribution de la contrainte de cisaillement tout au long de l'interface entre les fibres et la matrice. Le rapport z/l indique la position le long de la longueur de la fibre. (*Sretenovic et al, 2006 (79)*).

Hugot et al, 2007 (80) ont étudié le comportement en traction des WPC pour différentes formulations à température ambiante. Les courbes du comportement obtenues à l'issue de leurs essais ont montré un comportement global non linéaire du composite bois plastique injecté et extrudé. Ils ont trouvé une croissance du module d'élasticité et une diminution du module à la rupture avec l'augmentation des proportions des fibres de bois. La chute du MOR prouve la pauvre adhésion à l'interface bois/plastique. Par ailleurs, Ils ont observé la rupture à l'aide d'un microscope optique afin de déterminer la nature de la liaison à l'interface entre la fibre et la matrice PEHD.

L'utilisation des fibres, de graines de bois ou de fibres de bois ne garantit pas toujours une bonne adhésion à l'interface fibre/ matrice plastique car les propriétés physico-mécaniques du WPC ne dépendent pas uniquement de l'orientation, le taux et la nature de l'espèce d'un tel renfort, mais aussi

de la nature et la quantité de l'agent de couplage et des techniques de traitement mises en jeu (*Bledzki et Gassan, 1999 (81)*).

I.6. 2. Amélioration de l'interface bois/polymère

I. 6. 2. 1. Effet de la modification de l'interface bois/polymère par des méthodes chimiques

Plusieurs méthodes d'augmentation de la compatibilité dans les systèmes multiphasiques (bois/polymère) ont été utilisées dans la littérature. Pour assurer une bonne adhésion entre la matrice plastique (hydrophobe) et la fibre de bois (hydrophyle), on a intérêt à ajouter des agents de couplages ou à traiter les fibres par différentes techniques (acétylation, alcalisation, etc.), irradiation etc. De ce fait, le but de plusieurs études qui ont été effectuées est de mettre en évidence les aspects fondamentaux pour améliorer la compatibilité fibre bois/polymère.

I. 6. 2. 1. 1. Effet de la quantité et du type de l'agent de couplage et des fibres traitées sur les propriétés physique et morphologique du WPC

Kuang et al, 2010 (82) ont étudié l'effet de la quantité de l'agent de couplage (polyméthylène polyphénylène isocyanate (PAPI) + polyacrylate latex (PAL)) sur le module d'élasticité (MOE), la résistance des liaisons internes (Internal Bonding IB) et le module à la rupture (MOR) du composite fibre de blé/LDPE. Les résultats trouvés ont montré une élévation du MOE, IB et MOR respectivement de 250%, 450% et 400% avec l'augmentation de l'agent de couplage (PAPI + PAL) de 0% jusqu'à 4,5%. L'utilisation d'un tel agent de couplage améliore d'une manière significative les propriétés physiques du composite.

Grubbström et Oksman, 2009 (83) ont comparé les composites bois/plastique réticulés (greffage de silane) humides à ceux secs. Ils ont montré à partir de la courbe de comportement (figure 26) que les composites réticulés humides ou secs présentent une meilleure résistance à la traction que les composites non réticulés (échantillon témoin) et que le WPC-sec-réticulé améliore considérablement la résistance à la traction comparé au composite WPC-humide-réticulé. Les auteurs ont expliqué cette amélioration par la bonne réticulation qui a été effectuée dans le composite sec (le degré de réticulation du composite sec (78%) est supérieur à celui du composite humide (53%)) et qui a permis d'assurer une bonne adhérence à son interface fibre de bois/PEHD.

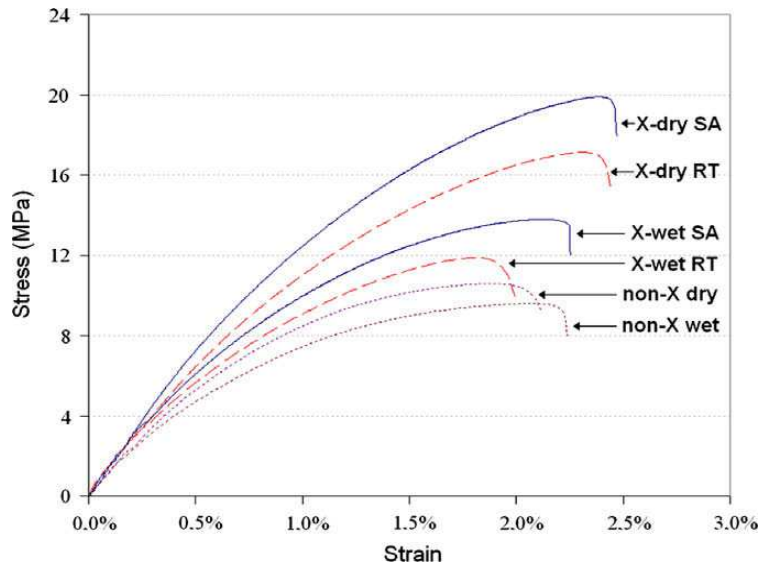


Figure 26. Courbes de comportement de composites “réticulés” ainsi que de composites non réticulés (Grubbström et Oksman, 2009 (83))

L'étude effectuée par Adhikary et al, 2008 (84) a prouvé que la présence de l'agent de couplage (MAPP) a amélioré la stabilité et les propriétés mécaniques en traction et en flexion-3-points du composite farine de bois (*Pinus radiata*)/PEHD et que l'observation sous microscope électronique à balayage MEB (figure 27) a montré l'absence de porosité entre la farine de bois et la matrice de PEHD. Ce dernier point indique une bonne adhésion à l'interface.

Les résultats trouvés par Guo et al, 2006 (85) à l'issue des essais de flexion-3-points du composite farines de bois /PP ont montré une amélioration des propriétés physique en présence de MAPP ou de MA-PEDM (maleic anhydride grafted ethylene-propylene-diene copolymer). Par ailleurs, l'observation par MEB a montré que l'agent de couplage MAPP assure un meilleur couplage à l'interface que MA-EPDM.

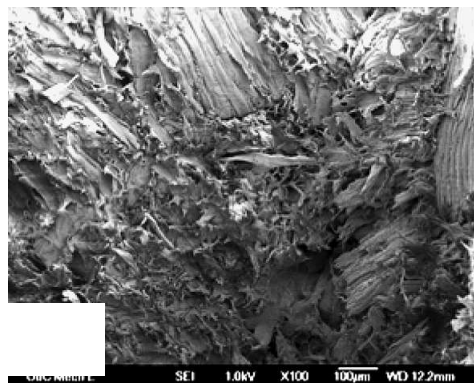


Figure 27. Image en microscopie électronique à balayage de surfaces de fractures de composites de farine de bois (*pinus radiata*)/PEHD. Adhikary et al, 2008 (84)

Karmarkar et al, 2006 (86) ont utilisé un nouvel agent de couplage 'm-isopropenyl-a,a-dimethylbenzyl-isocyanate (m-TMI) isotactic polypropylene (PP)= (m-TMI-g-PP)' et ils ont étudié l'effet de la présence de cet agent sur les propriétés physiques du WPC avec et sans additif. Ils ont montré que pour un pourcentage de bois variant entre 10% et 50%, la résistance à la traction a augmenté linéairement de 30.5 à 44.2 MPa représentant une augmentation de 45%, tandis le module à la traction a augmenté jusqu'à 200%. D'autre part la résistance à la flexion a montré une augmentation de 85% de 49.8 à 91.9 MPa. Cette augmentation des propriétés physiques du WPC prouve le bon couplage provoqué par l'agent du couplage m-TMI-g-PP à l'interface du composite.

A travers des essais de traction **Hugot et al, 2007 (80)** ont montré que l'ajout de l'agent de couplage Anhydride maléique du polyéthylène (MAPE) dans le composite fibre de bois (*Pinus radiata*)/PEHD a permis une augmentation des propriétés mécaniques et à travers des observations au microscope optique (figure 28), ils ont prouvé que l'absence de MAPE conduit à un faible transfert de charge de la fibre à la matrice de PEHD et par conséquent une pauvre adhérence à l'interface.



Figure 28. Observations de fractures à l'interface. (**Hugot et al, 2007 (80)**).

Abdelmouleh et al, 2007 (87) ont modifié chimiquement la surface à l'interface fibre de bois/polyéthylène en ajoutant trois agents de couplage de silane c-méthacryloxypropyltriméthoxy (MPS), c-mercaptopropyltriméthoxy (MRPS) et hexadécyltriméthoxy-silanes (HDS). Ils ont trouvé que les propriétés mécaniques du composite ont clairement augmenté avec la longueur moyenne des fibres traitées avec MPS et MRPS contrairement à celles traitées par HDS qui ont donné une amélioration modeste due à l'incapacité de provoquer des liaisons covalente avec la matrice.

Cui et al, 2007 (88) ont utilisé la Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) comme technique pour évaluer les liaisons chimiques à la surface des fibres traitées par silane, alcalin et silane-alkalin et pour identifier le groupe fonctionnel présent à la surface du WPC et ils ont trouvé que le traitement par silane-alkalin donne la meilleure adhésion à l'interface.

Ichaz et al, 2001 (89) ont traité la farine du bois avec de l'hydroxyde de sodium (NaOH) et le -tris-(2-méthoxyéthoxy)-silane pour étudier les variations produites sur les propriétés mécaniques et morphologiques du composite farine de bois/PP. Ils ont trouvé une légère augmentation du module d'élasticité et de la résistance à la traction dans les deux cas et l'observation au MEB a montré une

amélioration du couplage à l'interface et la dispersion des particules dans le cas où la farine est traitée par le silane, tandis que pour celle traitée par NAOH elle ne présente qu'une amélioration de la dispersion de la particule.

Panaitescu et al, 2007 (90) ont essayé de mettre en évidence quelques aspects concernant l'amélioration de la compatibilité polymère-fibre naturelle et de la dispersion des fibres dans la matrice thermoplastique. Ils ont réalisé des composites formés de polymère (PP) et de cellulose provenant du bois et des fibres de chanvre traitées avec des silanes et de l'anhydride acide. Ils ont montré que la résistance à la traction diminue quand le taux de renfort traité augmente en absence d'agent de compatibilité MAPP (figure 29) tandis qu'en présence de MAPE le MOR et le MOE ont augmenté avec la concentration de fibres traitées (figure 30). Ils ont conclu que l'utilisation de MAPP peut constituer une solution pour obtenir des produits avec des caractéristiques mécaniques performantes puisque le traitement seul des fibres n'est pas suffisant.

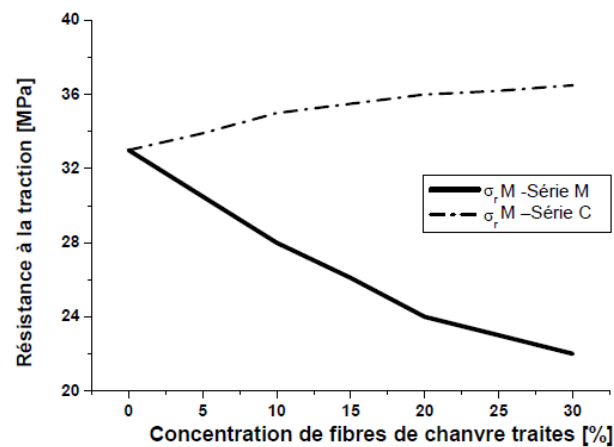


Figure 29. Variation de la résistance à la traction de composites à base de fibres de chanvre. Série M – sans agent de compatibilité; Série C – avec agent de compatibilité PP-MA. (*Panaitescu et al, 2007 (90)*).

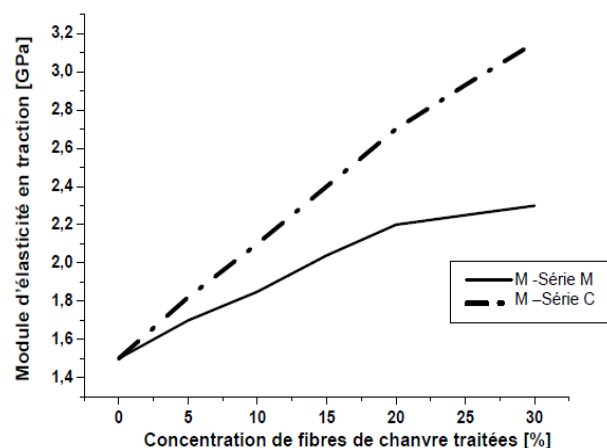


Figure 30. Variation du module d'élasticité en traction de composites à base de fibres de chanvre. Série M – sans agent de compatibilité; Série C – avec agent de compatibilité PP-MA. (*Panaitescu et al, 2007 (90)*).

I. 6. 2. 1. 2. Traitement des fibres de bois par des ions de Zinc

Li et Yang, 2007 (91) ont proposé un nouveau type de traitement qui consiste à greffer des molécules contenant des ions de Zinc (Zn) et de sodium (Na) dans des composites contenant 60% de fibre de bois et à matrice PEHD. Ils ont étudié l'effet de différents pourcentages (0%, 2%, 4%, 8%, 12%, 16%, 24%, 32% et 40%) des ions greffés sur la résistance et la rigidité du composite. Sur la figure 31, ils ont illustré la courbe de comportement classique (contrainte, déformation) qui montre un comportement avec ajout de Na similaire à celui du HDPE pur. Par ailleurs, ils ont montré que le MOE ne croît que pour de très faibles quantités de Zn et Na mais globalement il diminue avec l'augmentation de la quantité de ces deux ions (figure 32 a). Contrairement au MOE, le MOR reste presque constant avec l'accroissement des ions de sodium et augmente avec l'augmentation de la quantité des ions de zinc (figure 32 b). Le zinc accorde la plus grande résistance au composite.

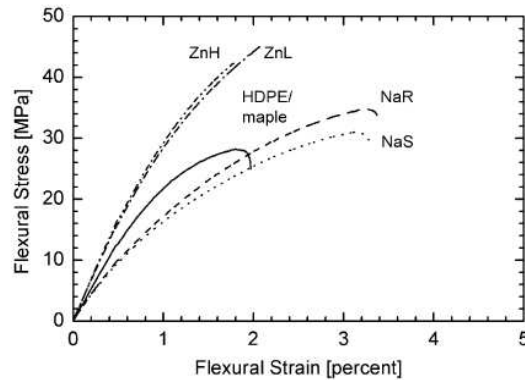


Figure 31. Courbes caractéristiques du comportement au des composites.

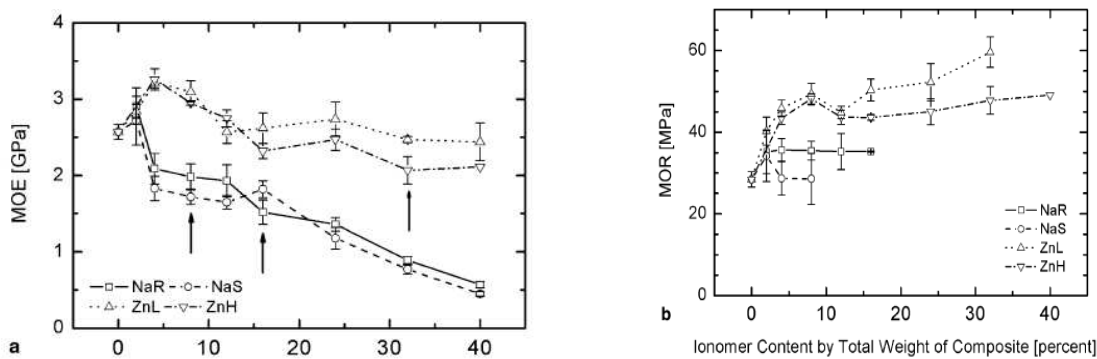


Figure 32. MOE (a) et MOR (b) de composites bois/plastiques en fonction du pourcentage d'ions. Les flèches indiquent les concentrations au-dessus desquelles le matériau est trop ductile pour que le MOR puisse être mesuré avec cette méthode.

I 6. 2. 2. Effet de la modification de la surface par des méthodes physiques sur les propriétés mécaniques et la structure morphologique des WPC

Afin d'améliorer les propriétés mécaniques des composites matrice plastique (PP) /fibre naturelle (jute, lin, chanvre etc.), *Kim et al, 2007 (92)* ont ajouté un agent de couplage et ils ont irradié par « bombardement électronique » le composite avec différentes doses (0- 20 kGy). Ils ont réalisé des essais de traction sur trois groupes :

Groupe A : PP (50%) + fibre naturelle (50%).

Groupe B : PP (48.5%) + fibre naturelle (48.5%) + MAPP (3%).

Groupe C : Groupe B + 0.3% de solution aqueuse de silane.

Le résultat trouvé montre que la résistance à la traction des trois groupes varie de 54 jusqu'à 98 N/mm² et que cette résistance diminue quand la dose varie de 0- 10 kGy et croît pour une augmentation de la dose de 10 kGy jusqu'à 15 kGy puis elle décroît de nouveau quand la dose passe de 15 kGy à 20 kGy pour les trois groupes (figure 33). Le groupe B présente une meilleure résistance à la traction. Ceci peut être expliqué par le degré d'adhésion entre le PP et la fibre naturelle mise en jeu.

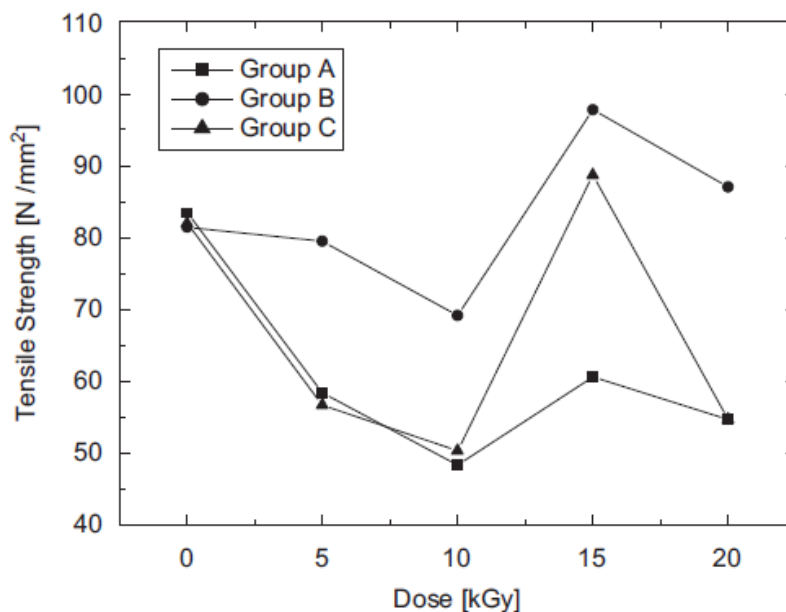


Figure 33. Courbes de mesure de la contrainte à la traction de trois groupes d'échantillons pour différentes doses de bombardement électronique (*Kim et al, 2007 (92)*).

Par ailleurs, *Wechsler et Hiziroglu 2007 (93)* ont réalisé des observations au MEB sur des composites fibres de bois (Pin Maritime)/ PP en utilisant quatre solutions d'additifs différents (agent antimicrobien, vernis avec filtre UV, pigment bleu et les trois en même temps). Ils ont prouvé au travers de ces observations qu'en présence de l'agent de couplage « pigment bleu » le mélange est le plus homogène.

L'ensemble des techniques employées (essais mécaniques, analyses de diffraction au rayon X, FTIR, émission acoustique, etc.) ont été utilisées pour caractériser les composites bois/plastique. Ces techniques permettent de fournir des renseignements sur les propriétés mécaniques (MOE, MOR, l'effet de l'orientation et la longueur des fibres de bois, etc...) et les propriétés chimiques à l'interface entre les fibres de bois et la matrice plastique (effet de l'agent de couplage, greffage, traitement de surface, etc...). Par ailleurs, l'étude des degrés d'hétérogénéité, le suivi de la rupture (microfissure et macro-fissure) et la détermination du champ global de déformation du WPC ne peuvent pas être étudiés à l'aide des techniques citées exceptée l'interférométrie de speckle (ESPI) qui est une technique de mesure de champs cinématiques. C'est pour cette raison que, nous avons aussi utilisé une méthode optique pour caractériser et étudier le comportement mécanique du WPC.

I. 6. 3. Caractérisation par des méthodes optiques

Généralement, le moyen classique le plus utilisé pour étudier les comportements mécaniques des composites bois/plastique lors des essais type traction ou flexion est l'extensométrie mécanique qui donne des mesures performantes puisqu'elle ne présente pas de difficulté au cours de la mise en œuvre, et permet d'avoir des mesures en temps réels, une bonne résolution ainsi que de faibles incertitudes de mesures. Par ailleurs, l'extensométrie mécanique fournit des mesures unidirectionnelles et ponctuelles. On observe également une perturbation des mesures par des efforts parasites liés à la liaison du capteur avec l'échantillon testé. Le problème de la mesure des déplacements ou des déformations peut exister dans plusieurs domaines concernant le comportement mécanique des matériaux. En raison de leur caractère non intrusif (absence de contact), de leur grande résolution spatiale, de leur sensibilité élevée, les techniques optiques se sont largement imposées ces dernières années. Leurs applications ont été proposées dans de nombreux domaines tels que la mécanique expérimentale, la science des matériaux, le génie civil, l'électronique, le biomédical etc...

Dans le domaine de la caractérisation mécanique expérimentale, les mesures optiques connaissent depuis une vingtaine d'années un essor considérable. Par exemple, les techniques de corrélation d'images numériques et de stéréo-corrélation ont potentiellement un très grand intérêt en mécanique expérimentale pour de nombreuses applications (*Mulle et al 2004 (94)*, *Robert et al 2007 (95)*). *Sutton et al, 1983 (96)* furent parmi les premiers à avoir proposé d'utiliser la méthode de corrélation d'images, pour mesurer les déplacements dans le plan d'une éprouvette plane. Depuis, le nombre d'applications reposant sur cette technique ne cesse de croître. L'une des très récentes études effectuées utilisant les méthodes optiques sans contact est celle réalisée par *Giancane et al, 2010 (97)* sur des composites renforcés par des fibres de carbone ou de verre (Glass or Carbon Fiber Reinforced Composites (G/CFRC)). Dans cette étude, les auteurs ont examiné les phénomènes d'endommagement et de fatigue au cours des essais de traction (figure 34). Ils ont utilisé une caméra CCD et la corrélation 2D (2D-DIC Digital Image Correlation) pour suivre l'endommagement à la surface au

cours du temps. Ils ont observé une localisation de l'endommagement au centre de l'éprouvette. Ils ont également observé l'évolution du module d'Young à l'aide du diagramme présenté sur la figure 35 et ils ont conclu que l'endommagement augmente durant l'essai.

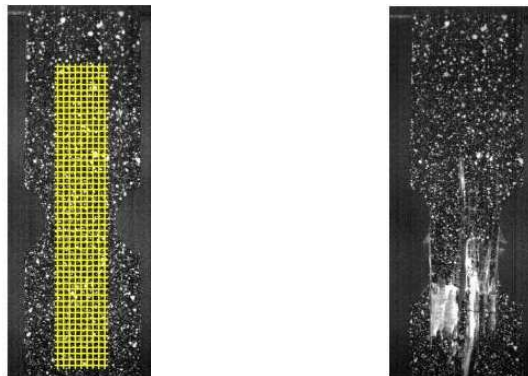


Figure 34. Images de l'échantillon dégradé (*Giancane et al, 2010(97)*)

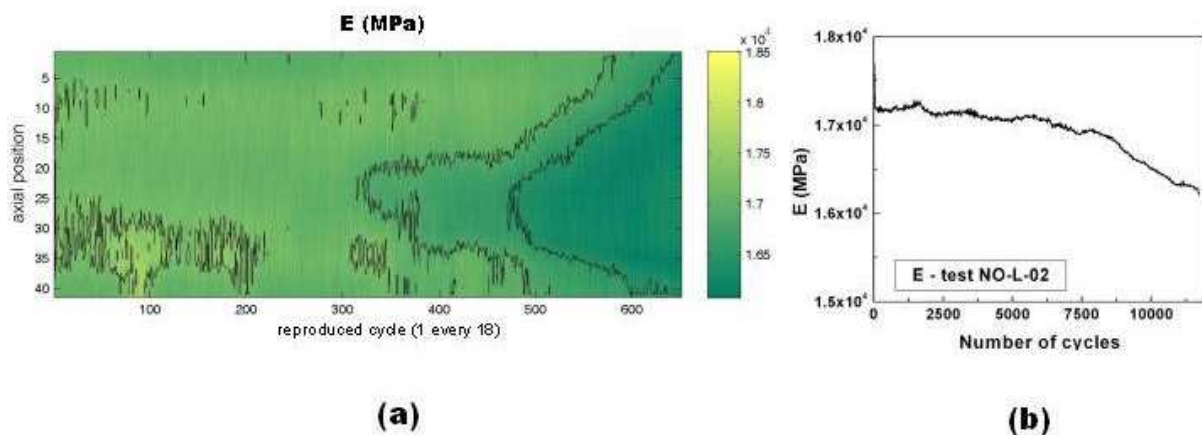


Figure 35. (a) Evolution de module d'Young 'E' en fonction du nombre de cycle (b) cartes fausse couleur du module de Young 'E'. (*Giancane et al, 2010 (97)*)

Dans la littérature, la plupart des études sur le comportement mécanique de composite fibre de bois/plastique sont effectuées à l'aide d'essais mécaniques et par extensométrie mécanique (*Hugot et al, 2007 (80) et Grubbström et Oksman, 2009 (83)*)

Le seul travail de recherche sur le comportement du WPC dans lequel les auteurs ont utilisé massivement les mesures de champs est à notre connaissance, le suivant. *Godora et al, 2008 (98)* ont examiné par corrélation d'images numériques l'influence de l'additif sur le comportement mécanique et la localisation de la déformation microscopique de composite fibre de bois/PP durant un essai de traction. Pour étudier l'hétérogénéité et l'influence du taux de PP sur l'évolution et la localisation de la déformation, ils ont effectué des analyses qualitatives et quantitatives.

Pour l'étude qualitative, ils ont deux types de domaines de déformations

Ils ont observé deux types de domaines de déformation (figure 36) :

- Des domaines de grande déformation (high strain domain 'HSD')
- Des domaines de faible déformation (low strain domain 'LSD')

Ils ont déduit à partir de ces observations que lorsque la quantité de PP augmente, le nombre de HSD diminue (figure 36 a-b) tandis que la valeur de la déformation devient plus importante (figure 36 c-d-e-f). La composition des différentes formulations de WPC extrudés est présente dans le tableau 9.

Tableau 9. Formulations de WPC extrudé (*Godora et al, 2008 (98)*)

Material	Wood fibers (%)	Polypropylene (%)	Coupling agent (%)	Biopolymer (%)	Inorganic filler (%)
Wood75-PP25	75	25	0	0	0
Wood75acetylated-PP25	75	25	0	0	0
Wood75-PP22	75	22	3	0	0
Wood75-PP12	75	12	3	10	0
Wood80-PP17	80	17	3	0	0
Wood68-PP11	68	11	3	9	9

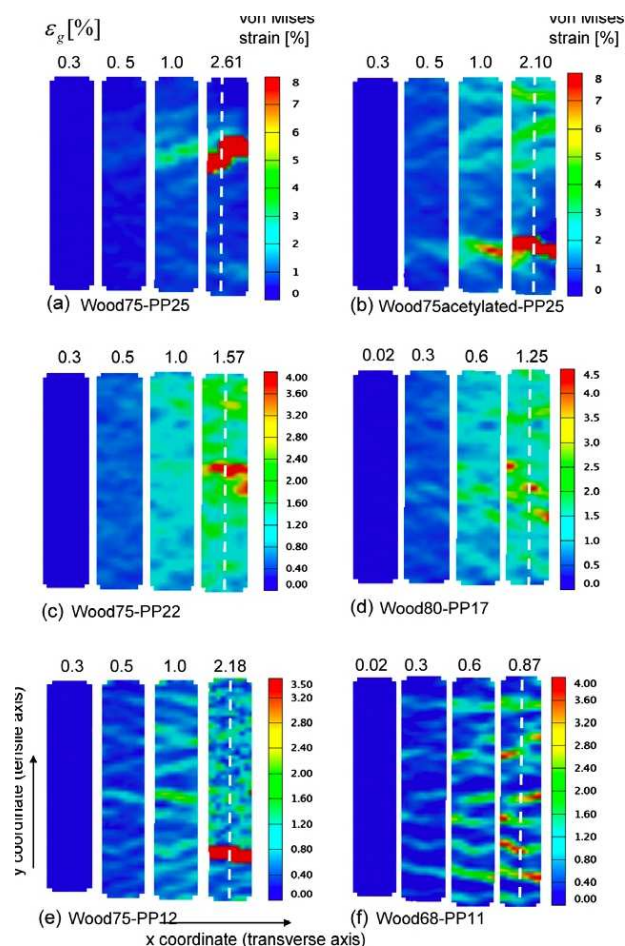


Figure 36. Distribution spatiale des bandes de déformation pour différents composites bois/polypropylène.; (a) Bois75-PP25, (b) Bois75acétylé-PP25, (c) Bois75-PP22, (d) Bois80-PP17, (e) Bois75-PP12, et (f) Bois68-PP11. (*Godora et al, 2008 (98)*)

La figure 37 illustre l'évolution de la déformation le long de la direction de la traction et présente des extremes (déformation-max et déformation-min) qui montrent l'hétérogénéité de la déformation. La différence entre les déformation-max et min est faible au début de l'essai mais devient importante à la fin de l'essai. D'autre part, ils ont observé sur la figure (37, a-b) un seul pic (un seul HSD) à valeur importante de déformation dû à la grande quantité de PP engendrant une déformation plastique. Par ailleurs, la diminution de PP provoque l'apparition de plusieurs pic (augmentation du nombre de HSD) mais à faibles niveau moyen de déformations (figure 37 c-d-e-f).

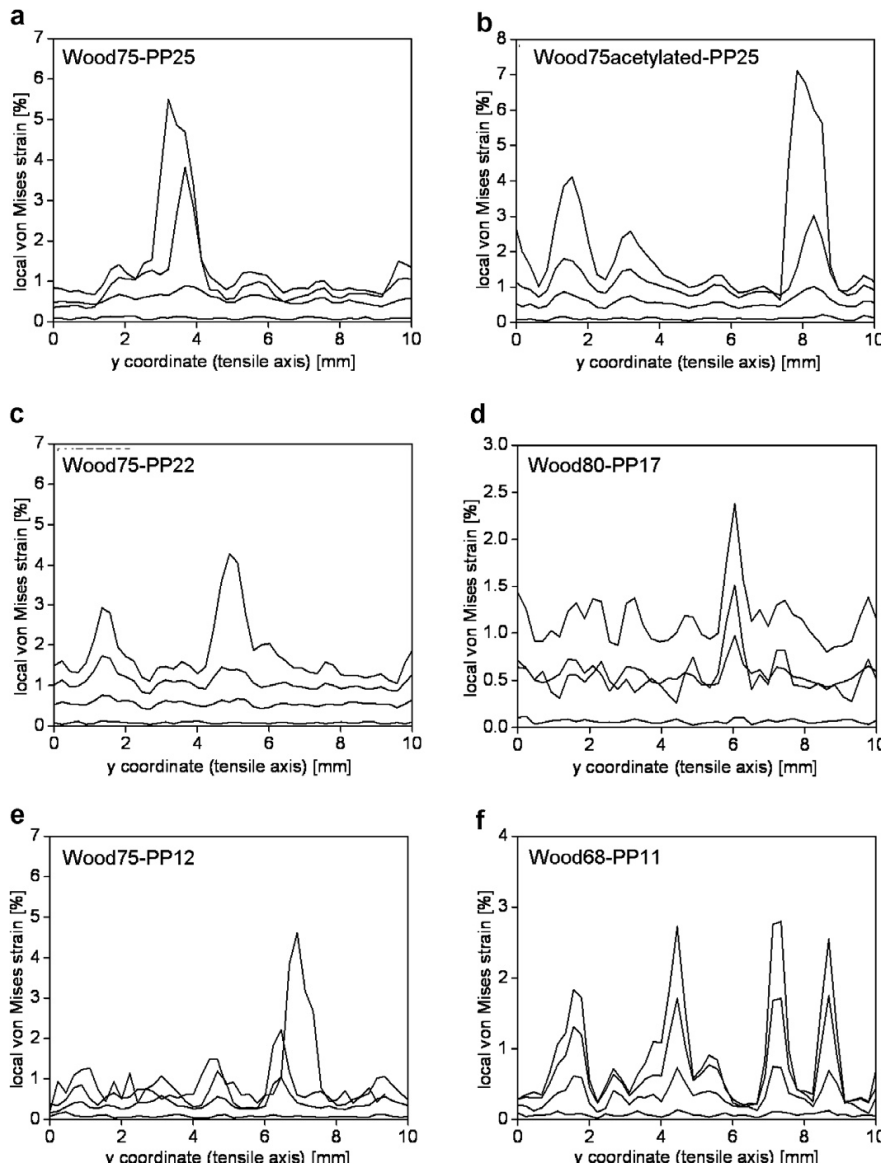


Figure 37. Evolution des contraintes pour les échantillons de composites bois plastique testés; (a) Bois75-PP25, (b) Bois75acétylé -PP25, (c) Bois75-PP22, (d) Bois80-PP17, (e) Bois75-PP12, et (f) Bois 68-PP11. (Godora et al, 2008 (98))

I. 7. Perspectives à l'issue de l'étude bibliographique

On se propose dans le travail de thèse d'analyser le comportement mécanique de WPC à l'aide de mesures par stéréo-corrélation d'images. Ces mesures vont permettre d'accéder à l'ensemble du champ de déformations surfaciques en s'affranchissant de la dépendance à la position du capteur extensométrique. D'autre part, l'utilisation de la stéréovision permettra de s'affranchir des défauts classiquement liés à la corrélation 2D ne mettant en œuvre qu'une seule caméra. Les résultats trouvés permettront de mieux comprendre le comportement à l'endommagement de ces composites.

Chapitre II : Matériels et méthodes

Ce chapitre présente la description du composite bois/plastique 'WPC' considéré dans cette étude ainsi que les techniques expérimentales employées. Nous décrivons en premier lieu la composition et le mode opératoire de mise en œuvre du WPC. Ensuite, la caractérisation des évolutions microstructurales est exposée en utilisant la microscopie électronique à balayage. Enfin, sont présentées au terme de ce chapitre, la description des essais mécaniques, la géométrie des éprouvettes, les différentes techniques de mesure de déformations telles que l'extensométrie mécanique ainsi que la méthode de mesure de champ de déformation par stéréo-corrélation d'images numériques.

II. 1. La matrice plastique (polyéthylène haute densité 'PEHD')

La matrice plastique est du polyéthylène haute densité (PEHD) de masse volumique comprise entre 0,94-0,97 g / cm³. Le procédé de mise en œuvre du PEHD suit un protocole mis au point et proposé au sein du laboratoire de Rhéologie du Bois de Bordeaux (LRRB). Deux types de polymères sont utilisés, un PEHD Lacqtene® de ATOFINA égal à 2,5 g/10 min à 190°C sous 2,16 kg et un PEHD plus fluide Rigidex® HD5218EA (BP Solvay) avec un MFI (Melt flow index) de 18 g/10 min à 190°C sous 2,16 kg. Après mise en œuvre et étuvage à 100°C pendant 24h, la masse volumique du PEHD est de 0,96 g / cm³. La caractérisation des propriétés mécaniques du PEHD pur en flexion, en traction et en compression a été présentée par *Michaud et Hugot 2007 (99)*. Ils ont montré que le module d'élasticité (MOE) n'a pas changé pour les 3 essais (1250 MPa) tandis que la valeur du module à rupture (MOR) diffère en traction et en compression et varie de 20 jusqu'à 25 MPa.

II. 2. Fibres de renfort

II. 2. 1. Aspect et géométrie des fibres

Les fibres de renfort sont des fibres de bois de pin maritime. Les propriétés mécaniques finales du composite sont liées à une donnée importante qui est le facteur géométrique des fibres, ce qui rend nécessaire l'étude de l'aspect ratio des fibres (rapport entre la longueur et le diamètre de celle-ci). La figure 38 nous permet de visualiser les longueurs et diamètres des fibres au microscope. Nous avons disposé sur une lame de verre une légère proportion de farine de bois et nous avons effectué des prélèvements d'environ 200 mesures sur des fibres. Nous avons déterminé la longueur moyenne des fibres sur l'ensemble des mesures qui est de 220 µm et le diamètre de 145 µm, l'aspect ratio moyen des fibres est de 1,51.



Figure 38. Photographie de fibres au microscope.
Michaud et Hugot 2007 (99)

Par ailleurs, nous avons déterminé aussi l'épaisseur moyenne qui est de 30 μm . La courbure est de 4,5%. Les caractéristiques des fibres de bois (*Pinus pinaster*) sont données dans le tableau 1.

Tableau 10. Caractéristiques morphologiques des fibres de bois

Fibres	Taille	Fraction massique
Longueur moyenne (sans fibres fines)	220 μm	
Epaisseur moyenne (sans fibres fines)	30 μm	
Courbure (sans fibres fines)	4.5 %	
Distribution par taille	Fines < 30 μm	76 %
	30 – 150 μm	9.7 %
	150 -250 μm	6.5 %
	250 - 300 μm	1.5 %
	300-450 μm	2.5 %
	450- 680 μm	1.3 %
	680-1030 μm	1.2 %
	> 1550 μm	1.3 %

II. 2. 2. Traitement des fibres de bois

Les fibres de bois subissent une extraction pour éliminer les extractibles du bois (terpènes, lignanes, stilbènes, flavonoïdes et d'autres composés aromatiques ainsi que des lipides, cires, acides gras) afin d'éliminer des parasites à la réaction de greffage par acétylation de la lignocellulose. Les essais seront effectués sur les éprouvettes en injection avec le PEHD fluide (WPCf) et un pourcentage de bois de 10 et 30%. La dénomination des WPC greffés (tableau 11) se fait par le rajout du nombre de carbone constituant la chaîne greffée, le gain en masse de la fibre de bois suite à la réaction d'acétylation, exemple : un WPCf à 30% en bois et greffé – O – CO – (CH₂)₈ – CH₃ avec un gain de masse de 20% sera nommé WPCf 10C_{gm}20 (30%).

Tableau 11. Formulation des fibres traitées

<i>Réaction chimique</i>	<i>Symbole</i>	<i>Nomenclature</i>	<i>Gain de masse</i>
Bois – O – CO – CH ₃	M0	2Cgm20 (10 ou 30%)	24 %
Bois – O – CO – CH ₂ – CH ₃	M1	3Cgm20 (10 ou 30%)	26 %
Bois – O – CO – (CH ₂) ₂ – CH ₃	M2	4Cgm20 (10 ou 30%)	22 %
Bois – O – CO – (CH ₂) ₈ – CH ₃	M3	10Cgm20 (10 ou 30%)	21 %
Bois – O – CO – (CH ₂) ₁₆ – CH ₃	M4	18Cgm20 (10 ou 30%)	23,5 %
Bois – O – CO – CH ₂ – CH ₃ + MAPE	M5	3Cgm20MAPE (10 ou 30%)	22,8 %

II. 2. 3. Traitement au MAPE (aWPC)

L'anhydride maléique de polyéthylène (OREVAC 18307 d'Arkema avec un MFI de 2,5 g/min) est un agent de couplage ajouté à hauteur de 3% au mélange fibre de bois et de PEHD. Il sert d'intermédiaire entre la fibre polaire avec ces groupements – OH, et la matrice apolaire composée de PEHD.

II. 3. Mise en œuvre des composites (WPC)

II. 3. 1. Tamisage de la matière

Cette étape est préliminaire à la mise en œuvre et destinée à :

- La quantification de la granulométrie.
- La désagglomération de la matière.

II. 3. 2. Etuve, extrusion du composite

L'humidité est l'un des paramètres cruciaux qui interviennent tout au long de la vie du composite. Sa présence peut entraîner la formation de bulles ou de défauts dans le produit fini. La teneur d'humidité du bois mesuré ne doit pas dépasser 0,5 % - 1 %. Pour mesurer l'humidité du bois, nous avons utilisé un humidimètre. La teneur en humidité joue un rôle important sur les propriétés mécaniques et physiques ainsi que sur l'adhésion à l'interface du composite.

En premier lieu, nous commençons à réaliser un étuvage (cf figure 39) de l'ensemble des composants PEHD/fibre de bois, à condition ne pas dépasser 100°C pour ne pas dégrader la matière. Cette étape de conditionnement de la matière s'effectue avant la mise en œuvre en extrusion afin de

limiter la prise d'humidité de la matière organique (la température d'étuvage: 108°C et la durée d'étuvage : 24h).



Figure 39. Enceinte climatique pour l'étuvage

La seconde étape consiste à extruder tout le mélange avant de positionner la matière dans la trémie de la presse à injecter. Les paramètres de la machine utilisés pour effectuer cette extrusion sont :

- Températures: zone 1: 140°C; zone 2: 145°C; zone 3: 150 °C; zone 4: 155 °C.
- Vitesse de la vis 36 tour/min, 41tour/min.
- Vitesse granuleuse : 8,5 tour/min.

Cette étape nous permet :

- La réalisation du composite par obtention de granulés.
- L'obtention d'un composite homogène.
- La récupération d'un granulé standard pour l'injection.

Afin d'obtenir (90% et 70%) de PEHD et (10% et 30%) de fibres de bois, nous avons extrudé respectivement (437,7g et 340,3g) de PEHD et (48,63g et 145,7g) de bois. La difficulté d'homogénéisation de la matière et l'augmentation de la pression en sortie de buse, furent les problèmes majeurs que nous avons rencontrés.

II. 3. 3. Injection sous presse

La presse à injecter que nous avons utilisée est de marque ePROFIT80/210 (figure 40). C'est une presse horizontale constituée de 4 zones de chauffage. Elle possède une force de fermeture de 80 KN et un volume injectable de 210 cm³.

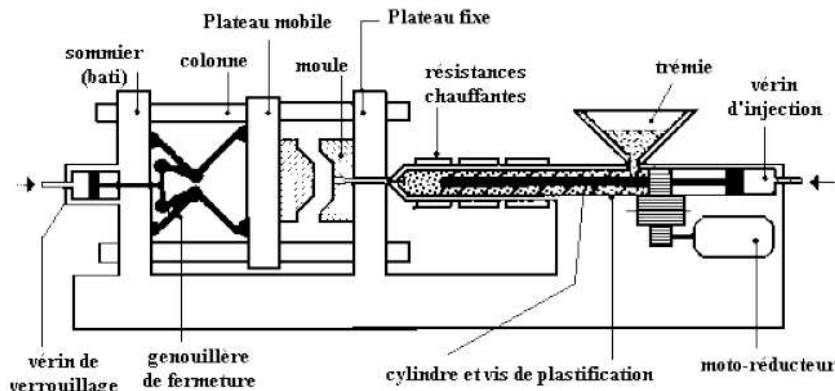


Figure 40. Schéma d'une presse à injecter (*Trotignon et al, 1996 (55)*)

II. 3. 3. 1. La procédure de fabrication des éprouvettes du WPC

Les étapes classiques de l'injection qui ont permis de réaliser des éprouvettes de traction et de flexion sont décrites dans l'organigramme de la figure 41.

Au départ les granulés obtenus à l'issue de l'extrusion sont transformés en matière liquide dans le bloc de plastification, par l'intermédiaire du système vis-fourreau. Par la suite, la matière fondue est injectée au travers du système d'injection en utilisant le mouvement de translation de la vis comme un piston. La troisième zone constitue l'ensemble du moulage de la pièce (système d'alimentation, de refroidissement, empreinte (cf figure 42), pièce moulée, système d'éjection). Le verrouillage du moule lors de l'injection de la matière est assuré par le bloc de fermeture et d'ouverture du moule.

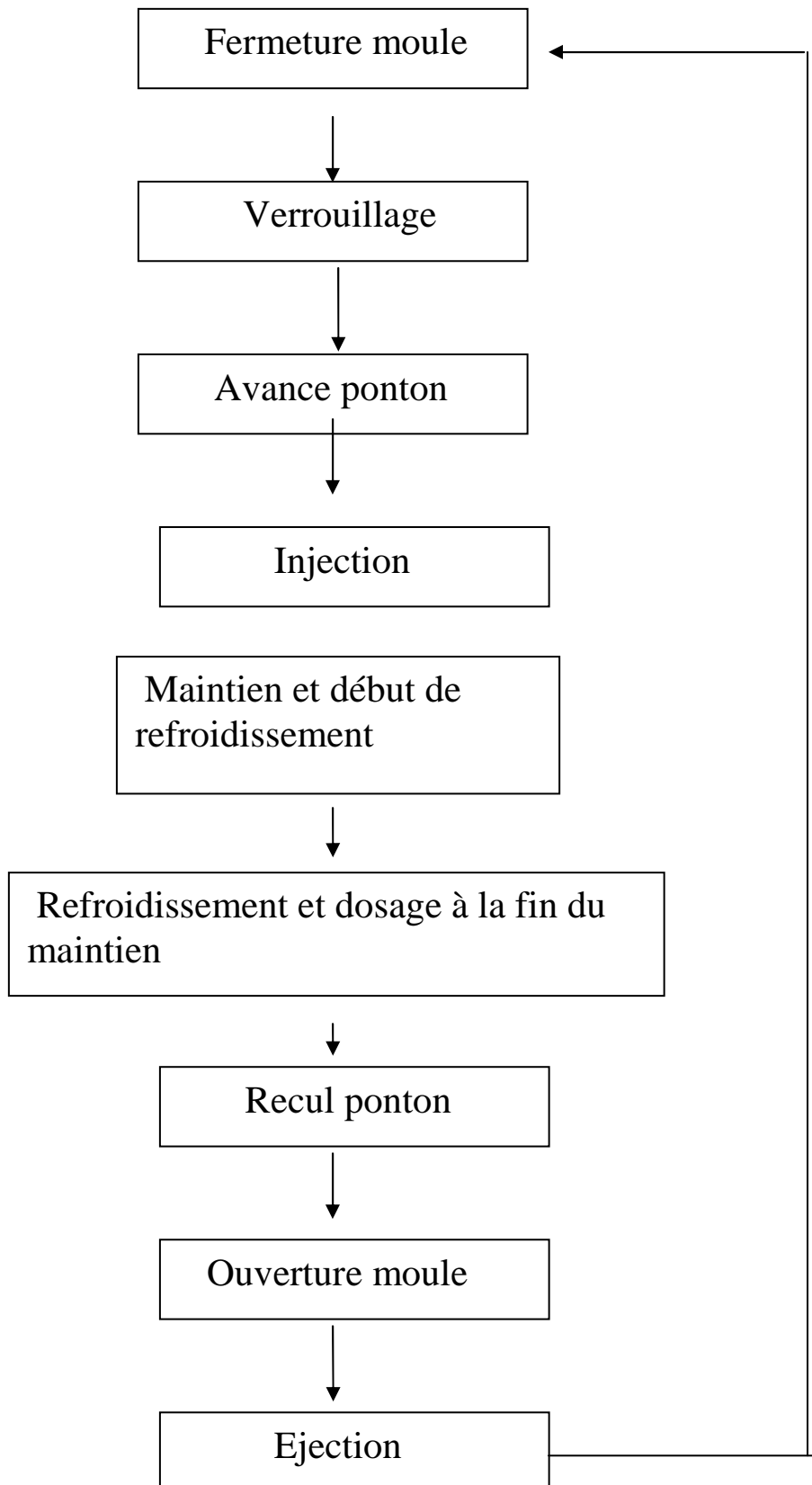


Figure 40. Organigramme du cycle d'injection (*Michaud et Hugot 2007 (99)*)



Figure 41. Moule d'injection

II. 3. 3. 2. Paramètres d'injection

La température des 4 zones est ajustée comme suit : zone 1 = 160°C, zone 2 = 170°C, zone 3 = 180°C, zone 4 = 190°C et les buses à 200°C. La pression d'injection est de 100 bars, la pression de maintien de 50 bars, le temps de maintien de 6 s, la température du moule est de 50°C, la pression de maintien dans le moule est de 50 bars et le temps de refroidissement est de 25 s. Le tableau 12 résume les formulations et références pour les WPC produits.

Tableau 12. Formulations des composites « fibres de bois/PEHD »

Référence	Description
iWPCf10	10% bois sans additif
iWPCf30	30% bois sans additif
iaWPCf10	10% bois avec 3% de MAPE (agent de couplage)
iaWPCf30	30% bois avec 3% de MAPE (agent de couplage)

II. 4. Analyse thermo différentielle

La cristallisation du PEHD dans les composites à fibres de bois est mesurée à l'aide d'un appareil d'analyse thermo différentielle (Netzsch DSC 200 PC, Phox). Les échantillons de 3,6 à 5,8 mg sont placés dans des capsules d'aluminium. Une montée de 40 à 160°C à 10°C/min est réalisée pour effacer la mémoire du composite, suivi d'un isotherme de 2 min puis d'un refroidissement à 10°C/min jusqu'à 40°C suivi d'une isotherme de 2 min. Les thermogrammes de la 2^{ème} montée en température (figures 42, 43, 44) sont réalisés avec une montée de 10°C/min. Les courbes de fusion du composite apportent la température de fusion du PEHD ainsi que son taux de cristallisation, montrant

ainsi des interactions éventuelles entre les fibres de bois traités et la matrice de PEHD. L'étude de la morphologie du polymère pourra expliquer une partie des résultats des tests mécaniques. La figure 42 présente les thermogrammes pour le PEHD d'MFI de 2,5g/min ainsi que pour différents pourcentages de bois et d'additif :

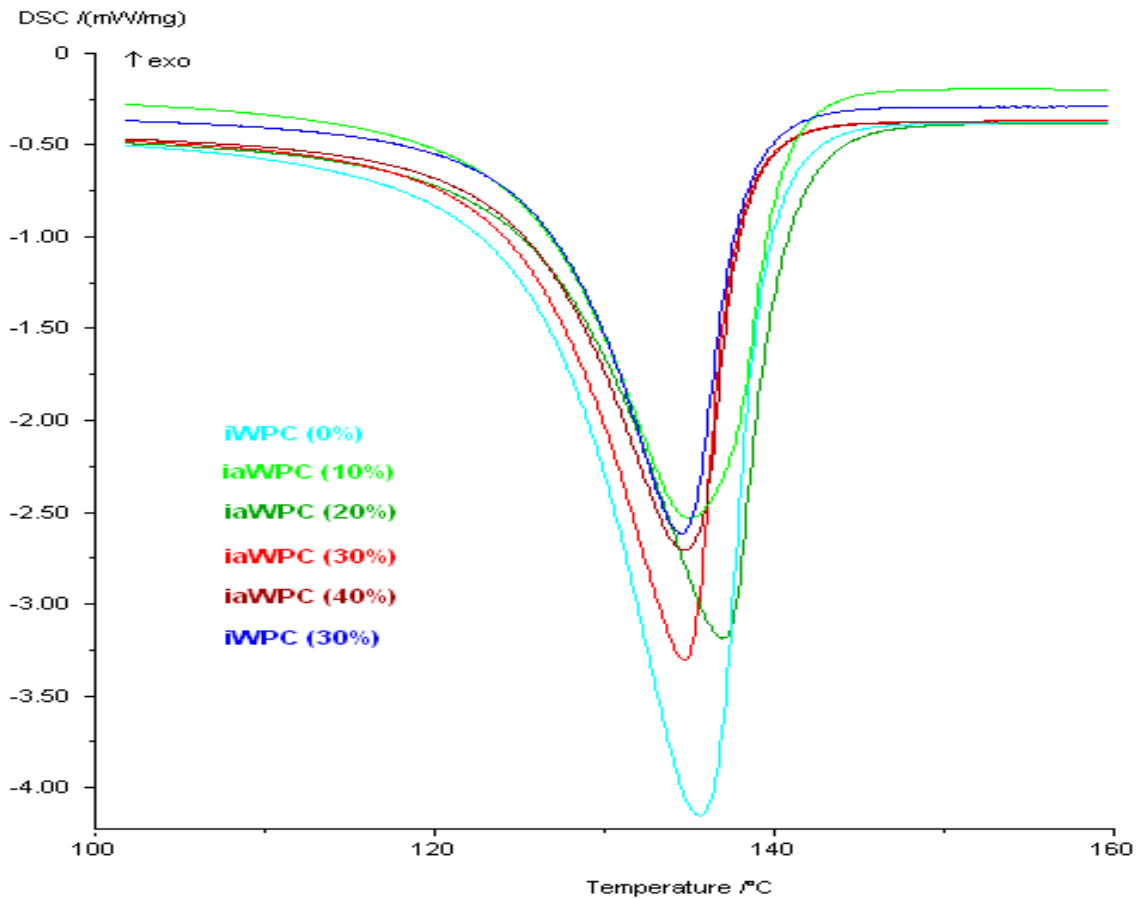


Figure 42. Comparaisons entre les différents % de bois

La variation de pourcentage de bois modifie le taux de cristallisation de PEHD sans déplacer la température de cristallisation. Plus la proportion de bois augmente dans le WPC moins la matrice de PEHD cristallise (tableau 13). Lorsque l'on compare les 2 polymères (le lactène et le fluide) dans un composite à 30% en bois iWPC (30%) et iWPCf (30%), le PEHD le plus fluide a un taux cristallin plus important dû à un déplacement plus aisé des chaînes de par les longueurs moins importantes. La matrice avec le PEHD de MFI 2,5 g/min est plus amorphe, il y a donc un meilleur enchevêtrement des chaînes.

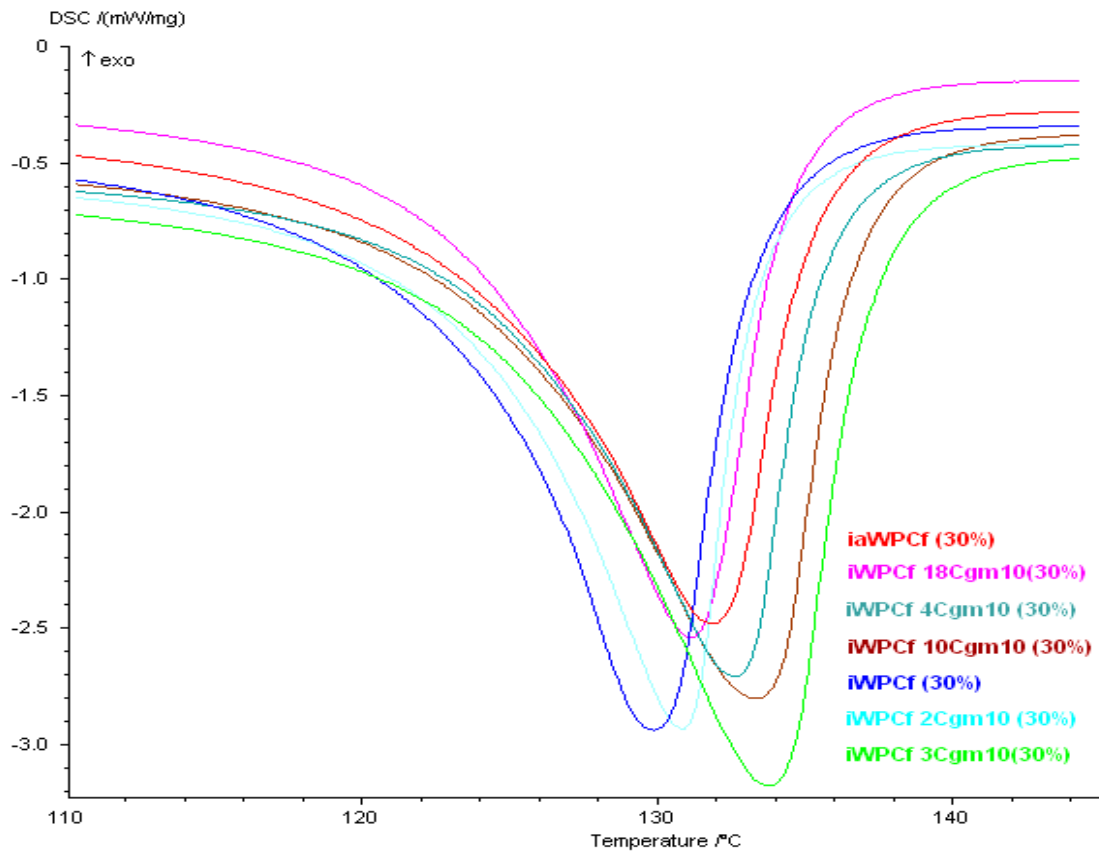


Figure 43. Comparaison entre les formulations traitées à 10% en gain de masse, pour 30% de bois

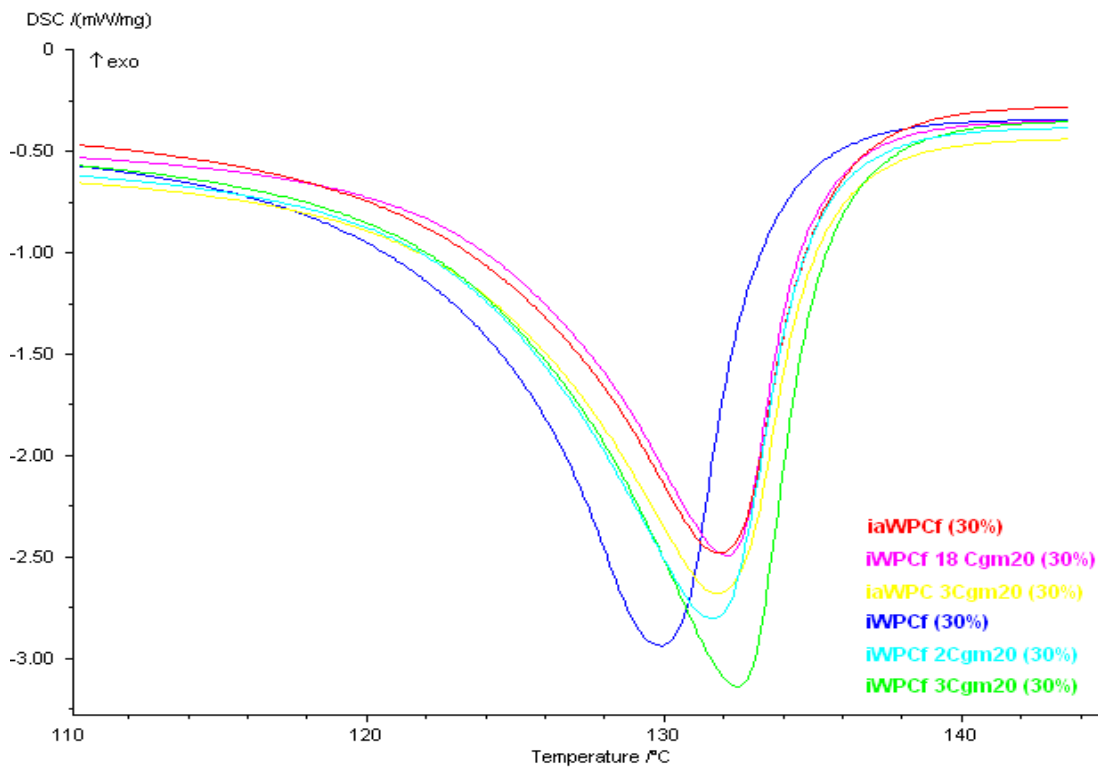


Figure 44. Comparaison entre les formulations traitées à différents pourcentages de gain de masse

Les traitements par greffage de chaînes carbonées ont pour effet d'augmenter la température de fusion du PEHD (cf tableau 13) . Le 2Cgm étant le traitement qui l'affecte le moins et le 3Cgm étant le traitement augmentant le plus la température de fusion, ceci vient de la présence de l'oxygène sur le 1^{er} carbone qui fait que la lignocellulose est encore hydrophile. La cristallinité maximale est atteinte pour les traitements 3Cgm10 et 3Cgm20. Avec 3 carbones il y a un nombre de greffons suffisamment importants et répartis pour créer des sites de nucléation du PEHD. Les courbes iWPCf 18Cgm20 et iaWPCf sont très proches, ce qui démontre un certain parallèle entre les traitements, le MAPE permettant probablement de greffer des chaînes de PEHD sur la lignocellulose. Ces greffes sont de la longueur du polymère de PEHD. Le traitement le plus efficace est le 10Cgm10, puisqu'il présente un taux de cristallisation de 51,3 % malgré le fait qu'il possède moins de greffons que 3Cgm10 (56,4) pour un même gain de masse (10%). Une cristallisation élevée du polymère augmente le module Young, mais le composite devient moins ductile.

Tableau 13. Résultats des mesures de DSC (*Michaud et Hugot 2007 (99)*)

WPC	Pic de fusion (°C)	Enthalpie de fusion (J/g)	Cristallinité en %
iWPCf (30%)	129,9	-139,2	47,5
iaWPCf (30%)	131,9	-130,3	44,5
iWPCf 2Cgm10 (30%)	130,8	-126,3	43,1
iWPCf 3Cgm10 (30%)	133,8	-165,2	56,4
iWPCf 4Cgm10 (30%)	132,7	-126,4	43,1
iWPCf 10Cgm10 (30%)	133,4	-150,4	51,3
iWPCf 18Cgm10 (30%)	131,2	-130,0	44,4
iWPCf 2Cgm20 (30%)	131,7	-136,0	46,4
iWPCf 3Cgm20 (30%)	132,5	-154,7	52,8
iWPCf 18Cgm20 (30%)	132,2	-112,2	38,3
iaWPCf 3Cgm20 (30%)	131,9	-128,6	43,9
iWPC (0%)	137,0	-231,4	79,0
iWPC (30%)	134,7	-128,0	43,7
iaWPC (10%)	135,1	-164,2	56,0
iaWPC (20%)	135,7	-178,6	61,0
iaWPC (30%)	134,8	-162,0	55,3
iaWPC (40%)	134,8	-137,5	46,9

II. 5. Observations en microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour *Scanning Electron Microscopy*) est une technique de microscopie basée sur le principe des interactions électrons-matière, capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon (*Jouneau, 2011 (100)*). Les observations en microscopie électronique à balayage conventionnelle (MEB) ont été réalisées sur un microscope Philips XL30 à canon tungstène. Le MEB est équipé d'un détecteur d'électrons secondaires, d'un détecteur d'électrons rétrodiffusés et nécessite un vide secondaire dans la chambre d'observation (10^{-6} mbar). On

choisit l'un de ces deux modes en fonction de ce que l'on veut voir : l'imagerie en mode électrons rétrodiffusés (BSE) pour l'exploitation d'un contraste chimique et l'imagerie en mode électrons secondaires (SE) pour l'exploitation d'un contraste topographique. Les éprouvettes rompues lors des essais de traction et flexion sont métallisées par un dépôt d'or projeté par pulvérisation cathodique pour une meilleure observation du faciès de rupture au MEB.

II. 6. Bancs d'essais mécaniques et méthodes expérimentales

II. 6. 1. Essai de traction

Les essais de traction ont été effectués sur une machine électromécanique INSTRON 5800R (capacité 30 kN) avec une vitesse de déplacement de la traverse de 2 mm/min et avec une fréquence d'acquisition de 0,5 Hz pour la valeur de l'effort. La géométrie des éprouvettes retenue dans cette étude est présentée sur la figure (45. a). Cinq éprouvettes (norme ISO 527-2 / éprouvette de forme de type 1A) ont été testées pour chaque formulation, à température ambiante (20°C). La dimension des éprouvettes est de $15 \times 4 \times 150 \text{ mm}^3$. Dans la zone centrale de l'éprouvette, les dimensions d'une section droite sont de $10 \times 4 \text{ mm}^2$. La partie centrale du dispositif de chargement mécanique est présentée sur la figure (45. b).

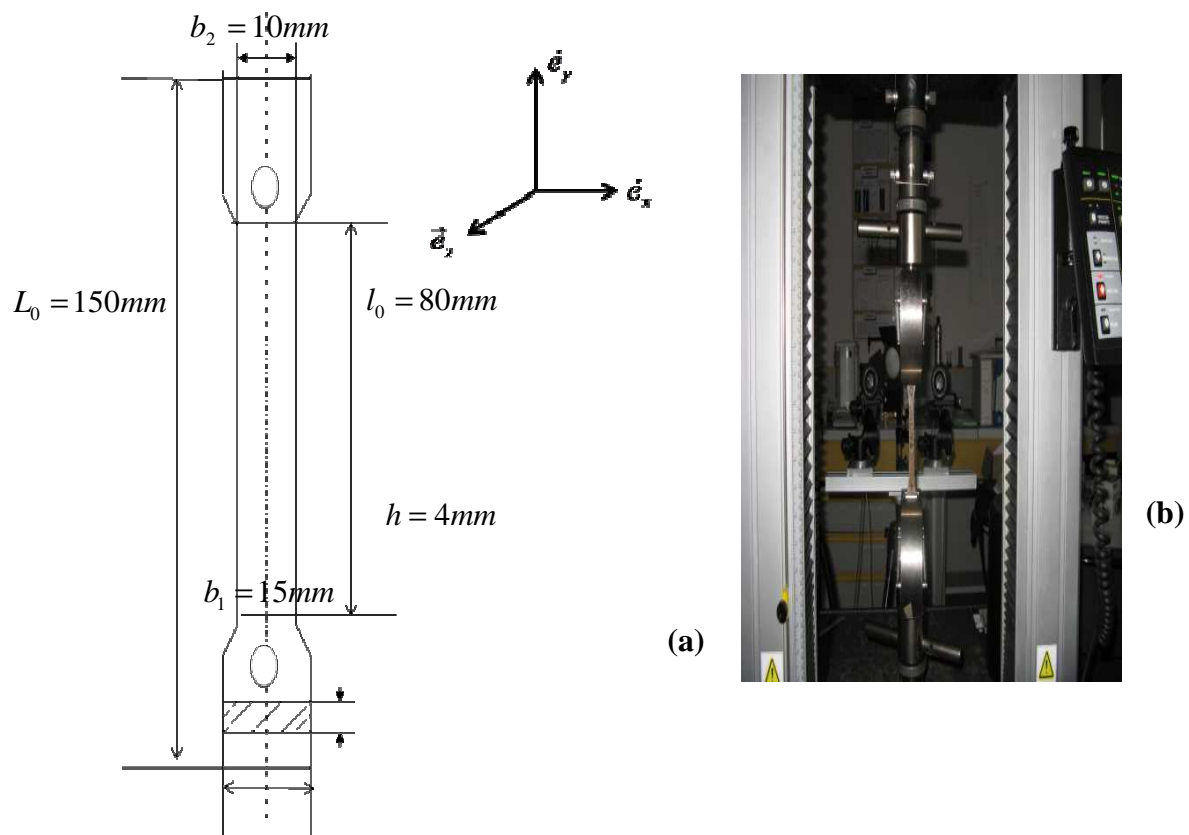


Figure 45. a. Géométrie d'une éprouvette de traction (WPC).
b. Configuration du banc d'essai de traction.

II. 6. 2. Essai de flexion 4 points

Les essais de flexion 4 points sont réalisés sur la même machine INSTRON 5800R que celle utilisée pour les essais de traction mais cette fois-ci, avec un capteur d'effort de capacité de 500N. Un ordinateur est lié à la machine de flexion et on introduit les caractéristiques géométriques ou encore la vitesse de sollicitation pour chaque essai dans le logiciel de pilotage de la machine. Les dimensions sont les suivantes : $10 \times 4 \times 80 \text{ mm}^3$ pour les éprouvettes, une distance l entre appuis supérieurs de 26 mm et une distance L entre les appuis inférieurs de $L = 60 \text{ mm}$ (figure 46). Ces caractéristiques géométriques sont issues de la norme NF EN ISO 178-1. Les essais sont pilotés par un déplacement de la traverse de 2mm/min. De la même manière que pour les essais de tractions purs, cinq essais sont réalisés à température ambiante pour chaque formulation de WPC.

Les données expérimentales seront exploitées dans le cadre de la théorie élastique des poutres. Par ailleurs, entre les deux rouleaux supérieurs et sur la face inférieure la contrainte de traction est donnée par la relation suivante (*Robert et al, 2007 (95)*):

$$\sigma = \frac{3P(L-l)}{2bh^2} \quad (1)$$

avec P la force, b et h respectivement la largeur et l'épaisseur de l'éprouvette, L et l les distances entre appuis supérieurs et inférieurs (figure 46).

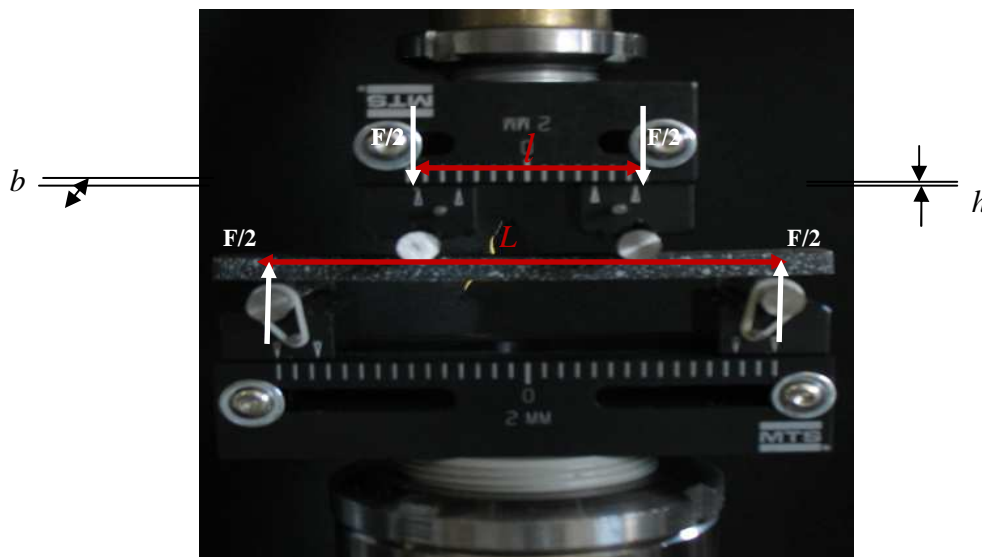


Figure 46. Dispositif et schématisation de l'essai de flexion 4 points

II. 7. Mesure optique de champs

II. 7. 1. Mesure de champs par corrélation d'images numériques

La technique de corrélation d'image est une méthode optique sans contact de mesure de champs, qui nécessite un simple appareillage. Au début des années 80 (*Sutton et al, 1983 (96)*) des chercheurs de l'Université de Caroline du Sud ont développé, en mécanique du solide, la technique de corrélation d'images bidimensionnelles (mesure à partir d'une seule caméra). Cette technique a été étudiée, approfondie et optimisée par plusieurs équipes puis utilisée en science des matériaux afin de mesurer les déplacements et les déformations (*Sutton et al, 2009 (101) ; Grediac et Hild, 2011 (102)*). La corrélation d'images consiste à mettre en correspondance au moins deux images numériques d'une surface d'un même objet, observée par une caméra à au moins deux états mécaniques distincts de déformation : un état initial dit "de référence" et un autre état déformé. Le principe de la corrélation d'images est d'associer (ou appareiller) chaque point d'une image de l'échantillon à son homologue sur l'autre image prise à un état de déformation différent. La question qui se pose est comment en prenant un point de l'image non-déformée (image de référence) nous trouvons le point qui lui ressemble le plus dans l'image déformée ?

D'un point de vue pratique, pour répondre à cette question il est nécessaire de passer par les étapes suivantes :

- Une discrétisation spatiale et quantifiée en niveau de gris des images au travers d'un capteur numérique. Nous obtenons ainsi une valeur de niveau de gris pour chaque pixel.
- La détermination du pixel homologue (dans la deuxième image) à celui de la première ne suffit pas, il faut se baser sur la ressemblance de leur voisinage (appariement) appelé suivi de pixels ou tracking par corrélation d'images. Cela permet d'obtenir le champ de déplacement des points corrélés.
- La détermination du champ de déformation par dérivation discrète du champ de déplacement déduit des points dans les images.

Cet appariement des points homologues nécessite essentiellement les ingrédients suivants :

- Un contraste d'image à l'échelle de la mesure qui accompagne le mouvement matériel (conservation du flot optique)
- La définition d'un voisinage qui caractérise la signature optique locale associée au point considéré (fenêtre de corrélation (subset)) de taille choisie, par exemple : 5×5 pixels² (figure 47) ainsi qu'un coefficient de corrélation.
- Une description de la transformation locale (déformation) subie par le voisinage défini autour du pixel intérêt.
- L'utilisation d'un algorithme robuste pour avoir une correspondance "précise" des zones de corrélation entre deux images.

Afin de pouvoir associer les points homologues, la fenêtre de corrélation doit avoir d'une part suffisamment d'informations (zones blanches et noires) et d'autre part un pas du maillage qui sert à donner les points où la corrélation sera effectuée, par exemple : un pas de 2 pixels (figure 47). Ce paramètre a une influence sur la taille de la zone de calcul de déformation puisque le nombre de points permettant le calcul des déformations peut être choisi.

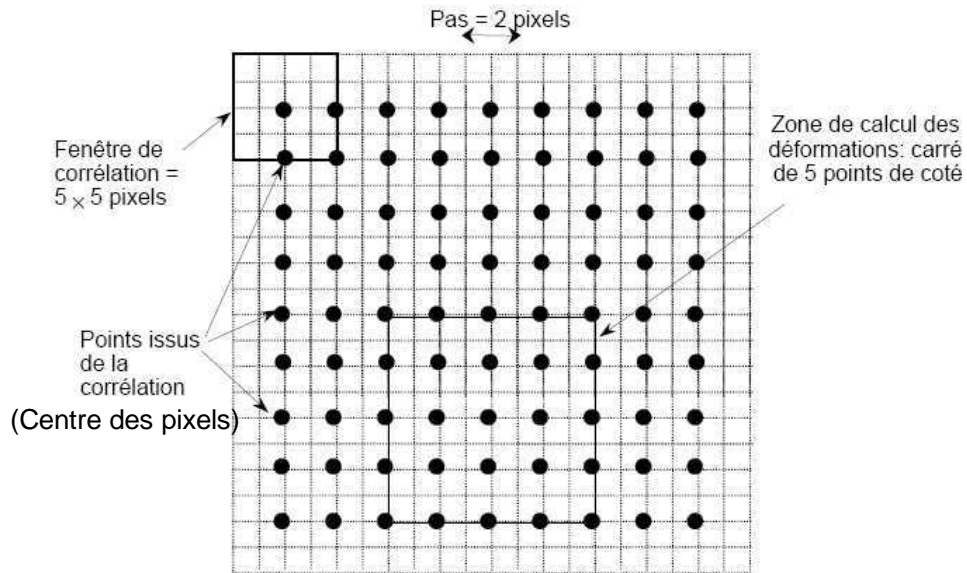


Figure 47. Exemple de paramètres utilisés lors du traitement par Vic-3D® (Nazaret, 2005 (103))

Pour avoir une unicité de chaque solution, c'est-à-dire trouver le point homologue entre les deux images, la technique de corrélation nécessite pour son bon fonctionnement des objets ayant une surface avec une texture aléatoire, isotrope et de fort contraste. Au cas où la surface de l'objet ne présente pas une texture naturelle suffisamment discriminante, plusieurs techniques demeurent pour employer la corrélation d'images telles que l'illumination de la surface avec une source laser pour faire apparaître une structure granulaire (effet speckle laser) ou la projection peinture par exemple. Dans notre étude, nous avons utilisé un mouchetis blanc sur fond noir par la projection d'une peinture en bombe.

II. 7. 2. Limite de l'application de la corrélation d'images 2D

Généralement, il n'est possible d'appliquer la méthode de corrélation 2D que si :

- La surface observée (éprouvette) est plane.
- La surface observée est parallèle au plan image (la caméra est parallèle à l'échantillon).
- La déformation de l'échantillon attendue est plane.
- La distance plan image/plan de l'éprouvette reste constante (pas de déplacement hors plan).

Au cas où l'une de ces hypothèses n'est pas vérifiée, on a intérêt à appliquer la méthode de stéréo-corrélation d'images (3D-DIC).

II. 7. 3. Méthode de stéréo-corrélation d'images numériques (3D-DIC)

La stéréo-corrélation d'images est une technique qui utilise le principe de la vision binoculaire d'une même scène à savoir la mesure d'un objet suivant deux angles différents. Cette technique permet la mesure de la forme 3D d'un objet (ou le champ de déplacement des points de la surface) à partir d'une paire d'images prise à l'aide d'un capteur composé de deux caméras liées rigidement (banc de stéréovision (*Sutton et al, 2009 (101)*)). Dans notre étude, c'est cette technique (3D-DIC) qui est utilisée et les bancs d'essais employés lors de l'essai de traction et de flexion 4 points sont illustrés respectivement dans les figures (48. a) et (48. b).



Figure 48. Banc d'essai de stéréo-corrélation constitué de deux caméras liées rigidement
a) en traction, b) en flexion 4-points

D'un point de vue géométrique, l'utilisation de deux caméras permet de trouver la troisième dimension (*Garcia, 2001 (104)*). L'obtention d'une information spatiale 3D se fait par triangulation (figure 49).

La détermination de la position du point M d'un objet de l'espace se fait à partir de ses projections respectives m et m' dans les images droite et gauche (les positions sont obtenues par

corrélation d'images) et de la connaissance de la géométrie (R,T) du système stéréoscopique obtenu par une procédure de calibrage. Cela permet ensuite par triangulation de déterminer les coordonnées du point M.

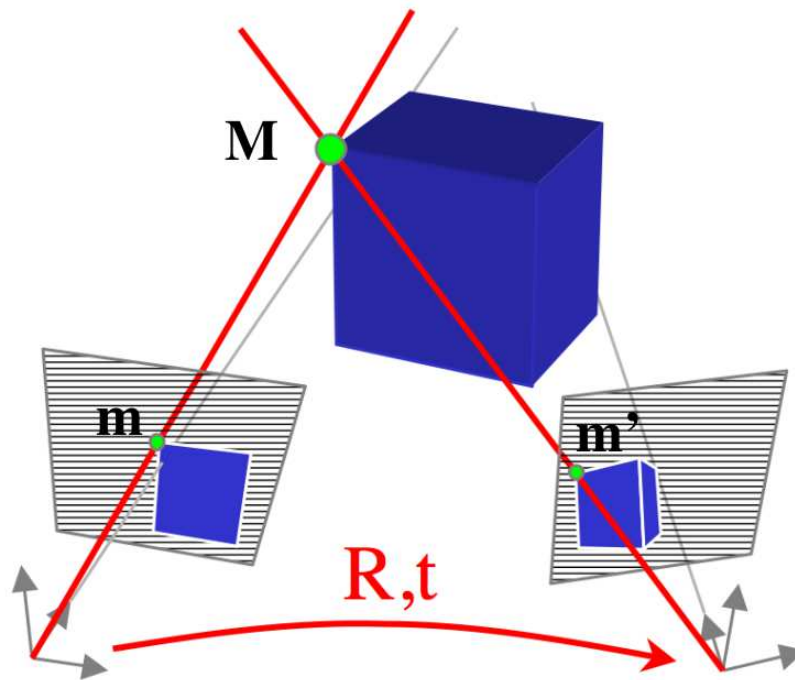


Figure 49. Reconstruction 3D - Principe de la triangulation (*Garcia, 2001 (104)*)

Trois étapes essentielles sont donc nécessaires pour la mise en place de la technique de stéréocorrélation : (a) le calibrage des caméras ; (b) la mise en correspondance par corrélation d'images (expliqué précédemment dans II.7. 1) et (c) la reconstruction 3D par triangulation.

II. 7. 3. 1. Méthodologie de calibrage :

Le calibrage est l'étape qui sert à évaluer les différents paramètres géométriques et optiques de chaque caméra (paramètres intrinsèques) nécessaires au calcul de la transformation qui relie un point 3D de l'espace à sa projection 2D dans l'image ainsi que la position et l'orientation relative des deux caméras entre elles (paramètres extrinsèques). Les aberrations optiques sont aussi quantifiées à l'aide du calibrage pour qu'elles puissent être prises en compte dans les calculs. On se sert d'une mire de calibrage qui est constituée de point blancs dont la position est connue et de dimensions équivalentes à la zone d'intérêt (surface de mesure) qui fournit des points 3D connus. Au cours du procédé, une acquisition de N images avec différentes positions (figure 50) et une extraction dans les N images des P points caractéristiques de la mire seront faite.

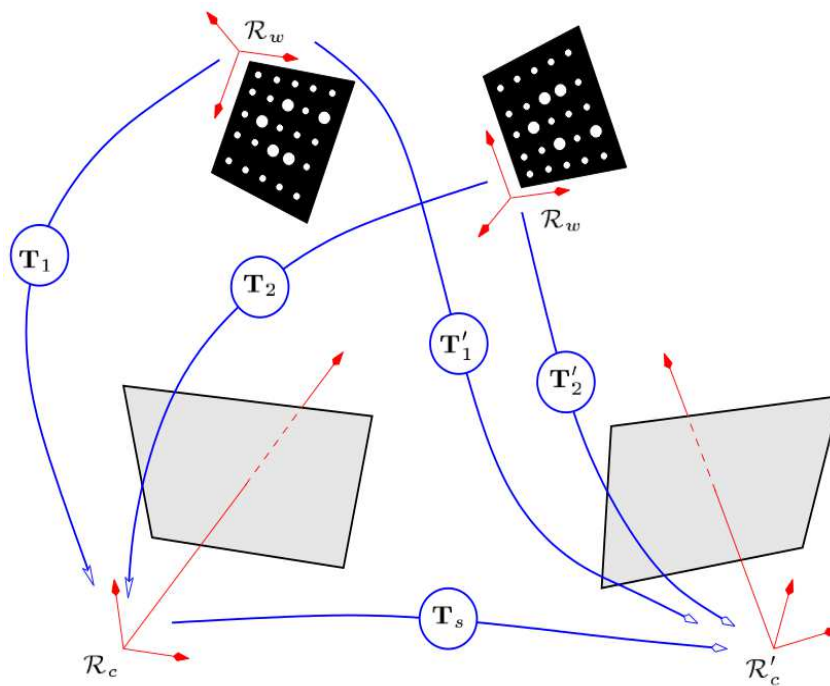


Figure 50. Calibrage d'un capteur de stéréo-corrélation avec deux positions de mire
(Garcia, 2001(104))

II. 7. 3. 2. Appariement par stéréo-corrélation :

L'appariement par stéréo-corrélation est l'appariement entre deux images stéréoscopiques prises à l'aide de deux caméras à un instant donné. La stéréovision met en application simultanément l'appariement temporel (entre les images issues d'une caméra donnée, comme la corrélation 2D) et l'appariement par stéréo-corrélation pour la mesure des champs de déplacement (Figure 51).

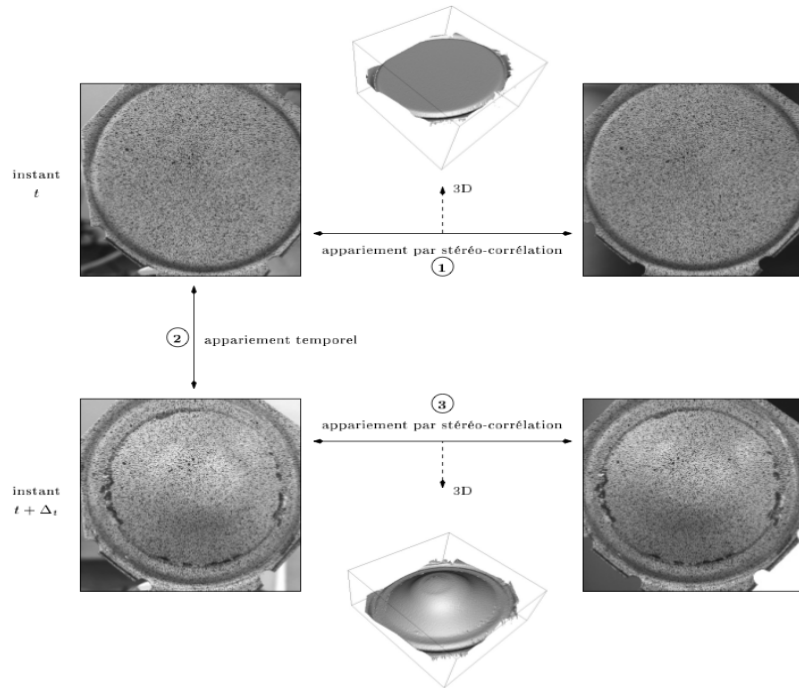


Figure 51. Détermination du champ de déplacements 3D par stéréo-corrélation d'image (Garcia, 2001(104))

II. 7. 4. Logiciel Vic 3-D®

VIC-3D® est un système développé par la société américaine Correlated Solutions, Inc. Le logiciel de stéréo-corrélation d'images VIC-3D permet à la fois d'obtenir une information tridimensionnelle et de mesurer des niveaux de déformations pouvant aller de quelques centièmes de % à plusieurs centaines de %. Cette méthode est très simple d'utilisation, très précise (jusqu'à $\pm 0.02\%$) et rapide à mettre en œuvre. La mise en œuvre requiert deux caméras numériques et un ordinateur portable pour l'acquisition et l'analyse des données. Dans notre étude, l'acquisition des images et le calcul des déformations sont réalisés par le logiciel Vic-3D® (Vic3D, 2009 (105)). Il permet de calculer les déformations de Green-Lagrange.

Le déplacement est défini par :

$$\vec{U}(X) = \vec{\phi}(X) - \vec{X} \quad (2)$$

On obtient ainsi :

$$\nabla \vec{U} = \nabla \vec{\phi} - I \quad (3)$$

Le tenseur gradient de la transformation F est ainsi défini égal à $\nabla \vec{\phi}$.

Le tenseur de Green-Lagrange est défini par :

$$\varepsilon_{G.L} = \frac{1}{2}(F^T F - I) \quad (4)$$

II. 7. 5. Application de la technique au WPC

II. 7. 5. 1. Préparations des éprouvettes

Les éprouvettes en WPC sont texturées par projection de peinture (mouchetis blanc sur fond noir) car le contraste d'image dû aux fibres de bois dans la matrice PEHD n'est pas suffisant. Elles sont utilisées pour l'essai de traction et l'essai de flexion-4-points.

II. 7. 5. 2. Choix des paramètres pour les essais de traction

Les images sont prises à l'aide d'un banc stéréoscopique constitué de deux caméras CCD QICAM (Qimaging) de résolution 1360x1036 pixels, 8 bits, munies d'objectifs Nikon 50 mm ouverture 11, à une fréquence d'acquisition 1 images/ 2s (0,5 Hz). Le calibrage est fait avec le logiciel Vic-3D à l'aide d'une mire d'étalonnage ayant des dimensions équivalentes à la zone d'intérêt de taille 10x60 mm² (figure 52. a). La mire (figure 52. b) est constituée de 81 cercles blancs sur fond noir et la distance entre les centres de deux cercle consécutifs est égale à 6mm (9x9, 6 mm), sachant que les paramètres de la mire sont approximatifs et sont déterminés exactement par une optimisation globale des paramètres caméras et mire. Nous avons pris à l'aide du banc stéréoscopique environ 14 paires d'images de la mire sous différentes orientations dans l'espace. Le score de calibrage (erreur de projection globale) est de 0,03 pixels.

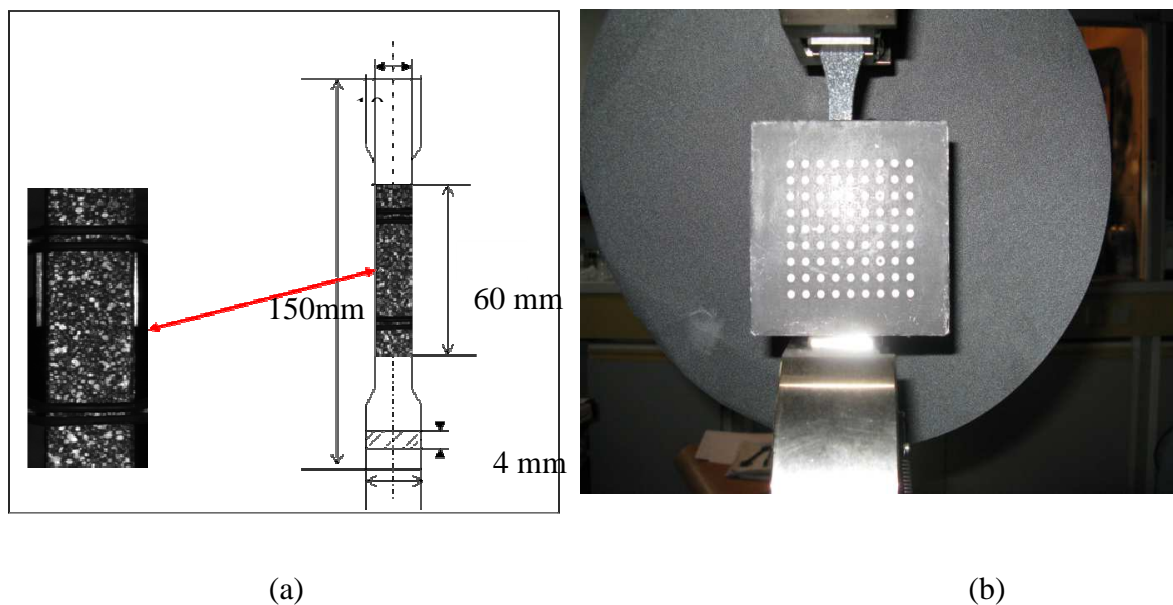


Figure 52. a) zone d'intérêt étudié avec mouchetis blanc sur fond noir. b) Mire (9x9, 6 mm) ayant des dimensions équivalentes à la zone d'intérêt.

Pour la corrélation et le calcul des déformations ainsi que pour tous les essais, les paramètres nécessaires choisis pour mettre en œuvre la technique de stéréo-corrélation sont :

- La taille de la fenêtre de corrélation f_c , qui définit la résolution spatiale, en déplacement,
- Le pas de corrélation p (qui définit les points où la corrélation est effectuée),
- La taille du "filtre" f qui définit le voisinage des points corrélés sur lequel est calculée la déformation (carré de côté la taille du filtre f multiplié par le pas p), qui peut en gros définir la résolution spatiale en déformation (taille de la "jauge optique").

Le choix de la fenêtre de corrélation f_c est lié à la nature de la texture de l'éprouvette. Pour notre étude du WPC f_c a été fixé à une taille de 21x21 pixels, p à 5 pixels. Le facteur d'échelle de 17 pixels/mm d'où une résolution spatiale en déplacement f_c / g de 1,18 mm (cette résolution spatiale correspond à la plus petite surface définie par la taille de son côté pour laquelle deux mesures sont totalement indépendantes) et à la résolution spatiale en déformation (taille de jauge) de 1,5mm.

II. 7. 5. 3. Choix des paramètres pour les essais de flexion 4-points

Au cours de l'essai de flexion 4-points, les images sont prises à l'aide d'un banc stéréoscopique constitué de deux caméras CCD Dolphin F-145-B de résolution 1392x1040pixels, 8 bits, munies d'objectifs Nikon 100 mm ouverture 11, à une fréquence d'acquisition 1 images/ 5s (0,2 Hz). Pour le calibrage nous avons utilisé une mire d'étalonnage (9x9, 2 mm) pour une zone d'étude de dimension 26x4 mm² (figure 17).



Figure 53. Mire d'étalonnage (9x9, 2mm) ayant des dimensions équivalentes à la zone d'intérêt

Tous les calculs ont été réalisés avec une fenêtre de corrélation 21x21 pixels, un pas $p=5$ pixels et un filtre $f=5$ points. Le facteur d'échelle de 30 pixels/mm d'où une résolution spatiale en déplacement de 0,7 mm et une résolution spatiale en déformation de 0,8 mm.

II. 7. 6. Etude des performances métrologiques

En pratique, il est difficile de se référer à une "vérité terrain". A partir des mesures des déformations apparentes obtenues lors de déplacements de corps rigides d'une éprouvette de WPC non déformée, on peut estimer un minorant de l'incertitude attachée à la déformation mesurée par stéréocorrélation (*Robert et al, 2007 (95)*). L'appariement par corrélation conduit en général à une résolution de l'ordre de 1/100 pixels et la résolution de la reconstruction 3D utilisant la stéréocorrélation peut être estimée à 1/50 pixels. Nous avons étudié l'influence des tailles de filtre f ($f=5, 9, 15, 23, 31$ et 61 points) pour 5 configurations ($U_y=0.0686$ mm, $U_y=0.334$ mm, $U_y=1.534$ mm, $U_y=2.866$ mm et $U_y=4.531$ mm) de mouvement de corps rigide (translation dans le sens de la traction) par rapport à une position de référence (les valeurs des déplacements sont les valeurs moyennes). Puis, nous avons tracé les valeurs moyennes et écart-type spatiaux des valeurs de la déformation suivant l'axe vertical \hat{e}_y (figures 54 et 55).

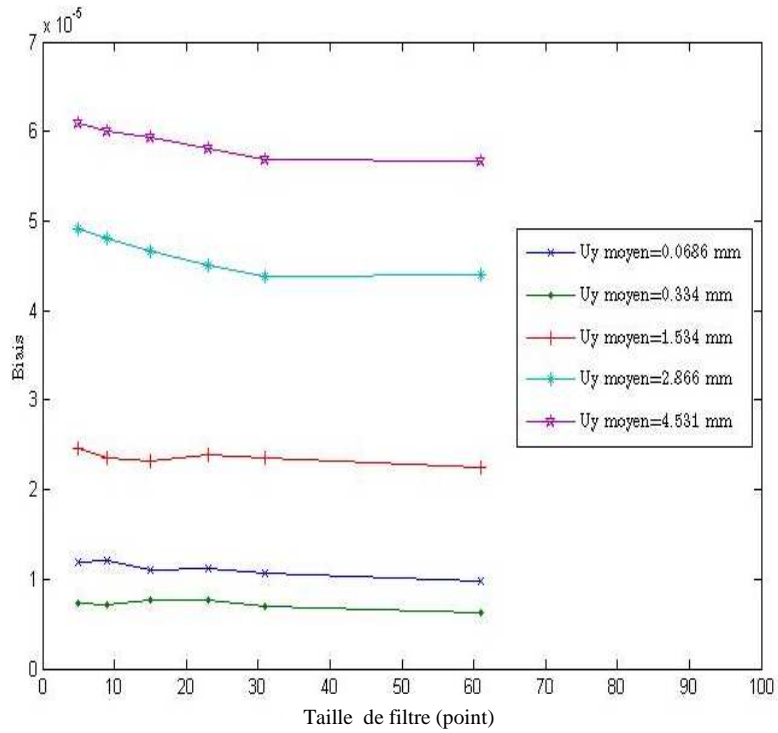


Figure 54. Evolution du biais en fonction de la taille du filtre.
Evolution du biais en fonction de la taille du filtre

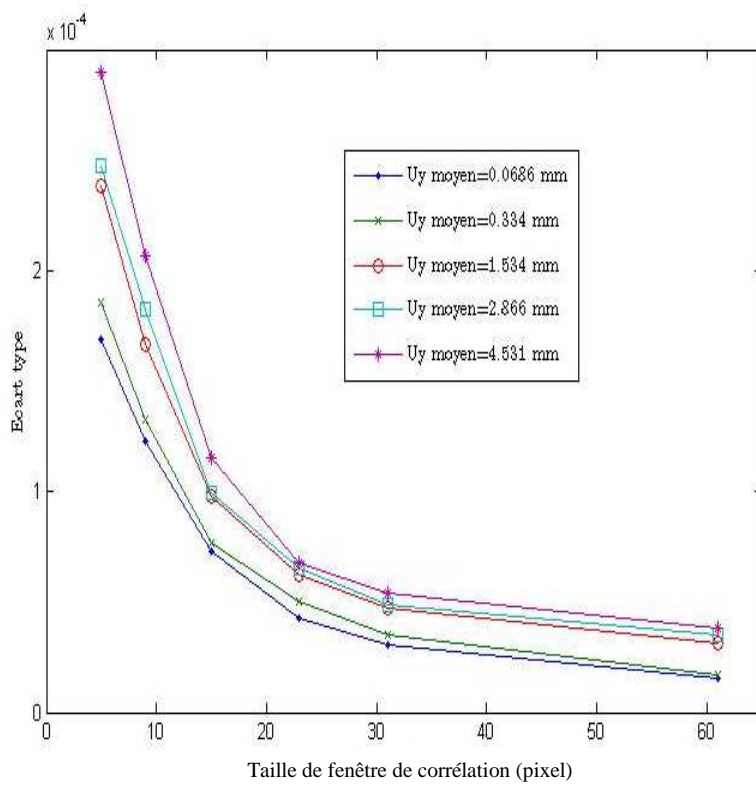


Figure 55. Mesure de déformation lors de déplacements imposés U_y sur un corps rigide.
Evolution de l'écart-type en fonction de la taille du filtre.

Les figures 54 et 55 présentent respectivement le biais (moyenne des valeurs ou erreur systématique) qui caractérise la justesse et l'écart-type pouvant représenter l'erreur aléatoire. Le biais est quasiment indépendant de la taille du filtre et est compris entre $0,8 \cdot 10^{-5}$ et $6,2 \cdot 10^{-5}$ suivant les différentes configurations (figure 54). Pour le cas des faibles déplacements rigides, l'erreur systématique ne dépasse pas $1,2 \cdot 10^{-5}$. Un biais de $0,8 \cdot 10^{-5}$ est obtenu dans le cas le plus favorable (plus petit déplacement rigide, $U_y=0,0686$ mm) traduit le seul bruit de la chaîne de mesure (bruit photonique arrondis dans les calculs, etc). La figure 55 montre une diminution de l'erreur aléatoire d'une manière exponentielle lorsque la taille du filtre augmente, par effet de moyennage spatial des déformations. Sur cette même figure, on constate que pour des petits déplacements du corps rigide ($U_y=0,0686$ mm et $U_y=0,0334$ mm), à partir d'une taille de jauge de 15 points soit $15 \times 5 = 75$ pixels, l'erreur aléatoire est inférieure à $0,9 \cdot 10^{-4}$. L'écart type est diminué pour une taille du filtre supérieure à 15 points ce qui conduit à une meilleure résolution en déformation mais les résultats perdent de leur intérêt local car la résolution spatiale est moins bonne. Or, cette information locale est particulièrement intéressante dans le cadre d'une étude mécanique d'un matériau hétérogène tel que le WPC.

Par ailleurs, la figure 56 ci-après illustre l'influence de la taille de la fenêtre de corrélation f_c sur l'écart-type des différents déplacements imposés. On montre qu'augmenter la fenêtre de corrélation f_c diminue l'écart-type et donc l'erreur aléatoire sur le déplacement diminue. Cependant, lorsqu'on augmente trop f_c , la transformation locale de la fenêtre qui est affine dans ce cas, peut être de moins en moins adaptée (*Robert et Watrisse, 2009 (106)*). On observe aussi peu d'effet de la taille de f_c lorsqu'elle est supérieure à 21 pixels. Cette étude justifie le choix de la taille de la fenêtre de corrélation de 21 pixels. Pour $f_c < 21$ pixels il se produit trop d'erreur d'appariement.

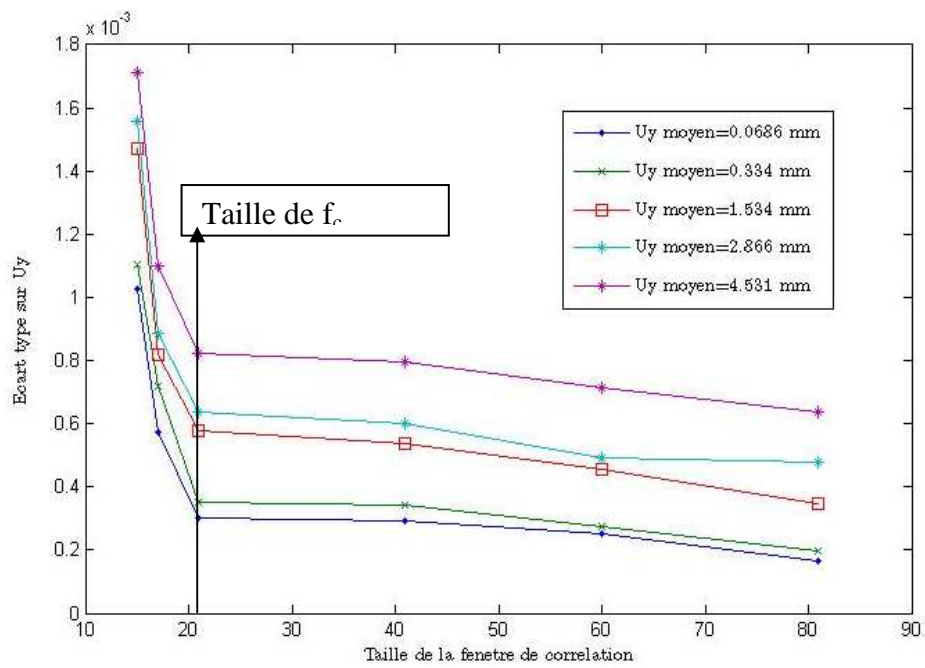


Figure 56. Effet de la taille de la fenetre de correlation f_c (en pixel) sur l'écart type du déplacement pour différents déplacements imposés.

**Chapitre III. Intérêt des mesures de champs par
stéréo-corrélation dans la caractérisation
expérimentale du composite bois/plastique WPC**

Nous examinons dans ce chapitre les hypothèses de staticité et nous exposons une représentation des essais de traction et flexion 4 points ainsi que l'intérêt de mesure de champs par stéréo-corrélation d'image pour bien comprendre ce que recouvrent les résultats issus de ces essais. Afin d'assurer une bonne compatibilité entre les fibres de bois (hydrophile) et la matrice de PEHD (hydrophobe) des modifications chimiques ont été effectuées au niveau de la fibre de bois en utilisant par exemple de l'anhydride maléique de polyéthylène (MAPE) et le greffage par chaîne de carbone (acétylation des fibres de bois). Par la suite, Nous étudions l'effet de ces traitements sur les propriétés mécaniques du WPC. En plus, nous effectuons une étude morphologique pour montrer le rôle que joue la microstructure sur le comportement mécanique.

III. 1. Hypothèses de staticité et modèle de comportement

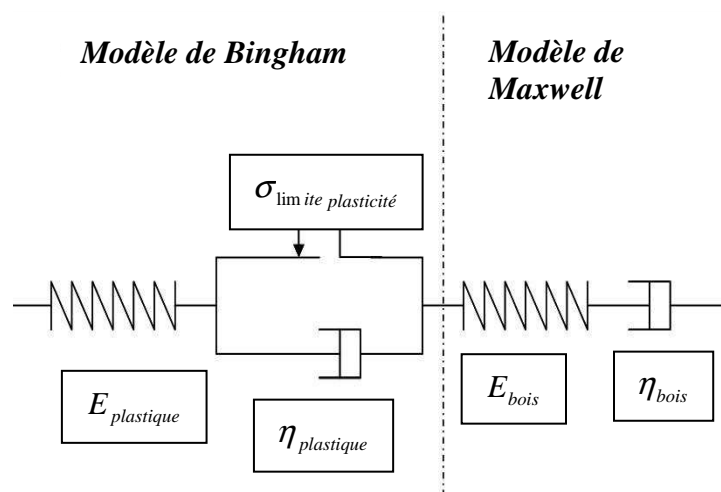
Qu'il s'agisse d'un comportement linéaire ou non-linéaire, l'essai le plus connu pour caractériser le comportement des composites en traction est l'essai de traction uni-axial. Il existe des normes telles que la norme française ISO 527-2 / éprouvette de forme de type 1A qui décrit les conditions à respecter d'un tel essai pour éliminer certaines sources possibles d'erreur. Généralement, les grandeurs utilisées dans les lois de comportement sont la contrainte et la déformation qui sont issues d'une conversion des grandeurs physiques mesurées directement qui sont la force et le déplacement. Souvent, cette conversion repose sur l'hypothèse qui consiste à considérer que la zone utile de l'éprouvette est soumise à un champ de contrainte supposé uniforme, homogène et uni-axial (**Blanchard 2009 (107)**). Il est estimé à partir de l'effort appliqué divisé par la section de l'éprouvette. La déformation longitudinale moyenne est mesurée par les techniques optiques sans contact ou/et d'extensométrie locale citées précédemment. Afin de satisfaire les hypothèses de staticité, il faut une bonne maîtrise des conditions aux limites (force et déplacement imposé) en s'assurant d'une part d'un non glissement au niveau des attaches du dispositif de mesure implanté (la vitesse de sollicitation doit être uniforme et constante puisque le comportement mécanique du WPC peut évoluer en fonction de cette vitesse) et d'autre part d'un bon alignement des axes de l'éprouvette avec les directions de chargement pour éviter les erreurs de mesures. Une fois ces précautions prises, si le résultat est conforme aux hypothèses d'interprétation des courbes du comportement, nous pouvons considérer que les hypothèses de staticité sont vérifiées.

III. 1. 1. Limite des hypothèses de staticité

Les hypothèses de staticité ne sont plus vérifiées dès l'apparition du phénomène de striction qui se traduit par une réduction localisée des dimensions transversales de l'éprouvette et entraîne des hétérogénéités dans les champs de contrainte et de déformation (*Blanchard 2009, (107)*). La striction se traduit aussi par la diminution de la contrainte conventionnelle (figure 58). Le choix de la loi de comportement est lié essentiellement à la nature du composite. Il s'agit de la loi de comportement viscoélasto-plastique qui représente au mieux le comportement physique du composite bois/plastique. Toutefois, des travaux récents, (*Guibin 2001, (108) et Michaud et Hugot, 2007 (99)*), ont proposé une méthode pour prendre en compte la striction en élargissant la définition de la loi de comportement du WPC.

III. 1. 2 Modèle rhéologique : Maxwell-Bingham

La prédiction du comportement non linéaire du WPC (figure 58) est basée sur le modèle de Maxwell-Bingham (*Michaud et Hugot, 2007 (99)*). Le modèle de Maxwell représente le comportement viscoélastique du composant bois et Bingham représente le comportement élasto-plastique du PEHD (figure 57). La caractérisation du comportement viscoélasto-plastique s'appuie sur les hypothèses de staticité.



$$\sigma(\varepsilon) = Cste. \frac{\eta}{\eta_{plastique}} \sigma_l \left(1 - e^{-\left(\frac{E}{\eta}\right)\varepsilon} \right)$$

$$E = \frac{E_{plastique} \cdot E_{bois}}{E_{plastique} + E_{bois}} \quad \text{et} \quad \eta = \frac{\eta_{plastique} \cdot \eta_{bois}}{\eta_{plastique} + \eta_{bois}}$$

σ_l = Limite de la contrainte plastique.

Figure 57. Modèle rhéologique du comportement non-linéaire du WPC (*Michaud et Hugot, 2007 (99)*)

L'observation de la courbe du comportement (Contrainte/Déformations) de l'iWPCf30% de la figure 58 montre que ce n'est pas toute la plage des déformations qui convient pour estimer le modèle de Maxwell-Bingham.

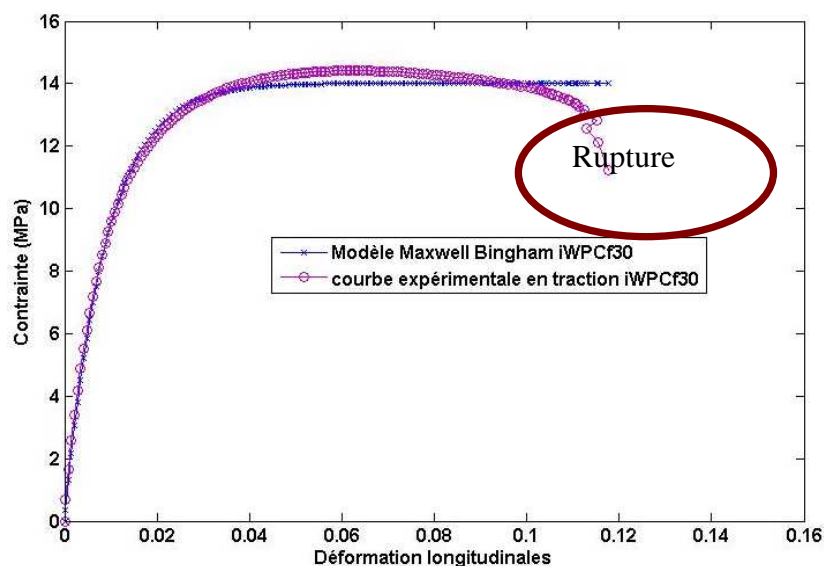


Figure 58. Courbe de comportement contrainte/déformation longitudinale (iWPCf30)

III. 1. 3. Estimation des paramètres de comportement

La caractérisation du comportement du WPC en grande déformation et proche de la rupture n'est pas réalisable. Les mesures utilisées pour caractériser le comportement du WPC se limitent aux mesures effectuées lorsque les hypothèses de staticité sont contentées. De cette manière, la caractérisation de la loi de comportement du WPC n'utilise pas les mesures effectuées juste avant la rupture c'est-à-dire en présence de microfissure (figure 59). L'identification et la caractérisation du comportement du WPC à partir d'un seul essai n'est pas suffisante. Pour cette raison nous avons multiplié le nombre d'essai.

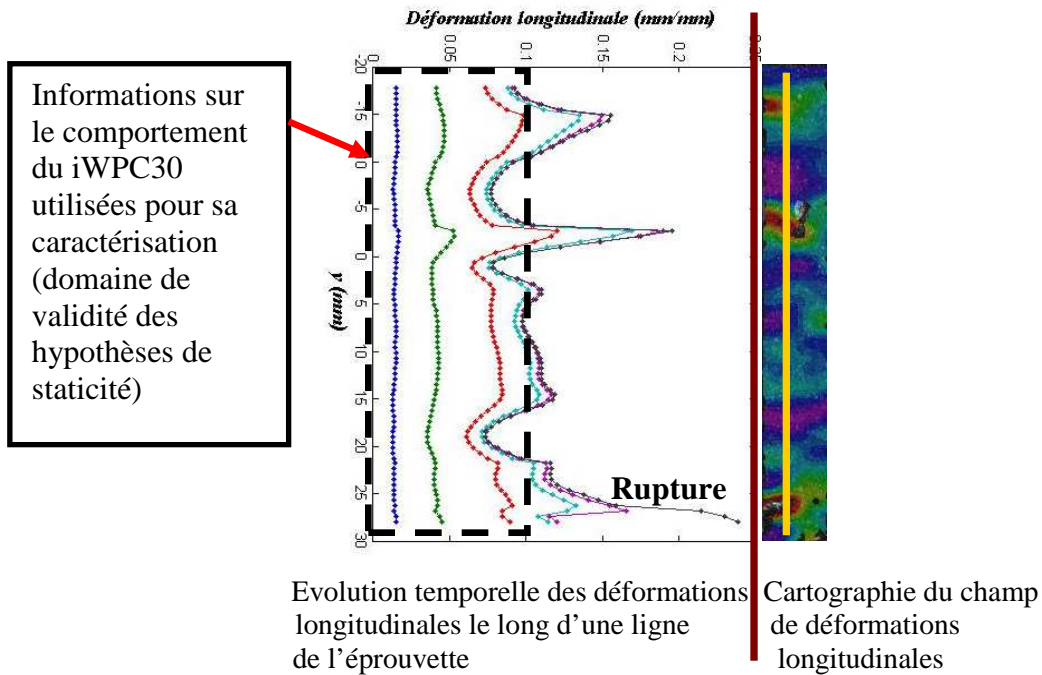


Figure 59. Domaine de validité des hypothèses de staticité sur un essai de traction uni-axiale à partir de mesures de champ de déformations longitudinales

Le choix du domaine des informations sur le comportement du WPC utilisées pour sa caractérisation nous a mené à déduire la partie de la courbe de comportement qui sera utile pour déterminer le module à l'élasticité (figure 60). Le MOE est évalué par la tangente à l'origine de Maxwell-Bingham d'équation (1) :

$$\sigma = a(1 - \exp(-b\varepsilon)) \quad (1)$$

$$\text{où } a = Cste. \frac{\eta}{\eta_{plastique}} \sigma_1 \text{ et } b = \frac{E}{\eta}$$

$$\text{On rappelle que : } E = \frac{E_{plastique} \cdot E_{bois}}{E_{plastique} + E_{bois}} \text{ et } \eta = \frac{\eta_{plastique} \cdot \eta_{bois}}{\eta_{plastique} + \eta_{bois}}$$

ajusté presque sur tout le domaine de déformation considéré (environ 10% de déformation longitudinale) par optimisation sur les courbes expérimentales du comportement (figure 60). Le module à l'élasticité (MOE) est déterminé à partir de l'équation (2) :

$$\left. \frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} \right|_{\varepsilon=0} = ab \quad (2)$$

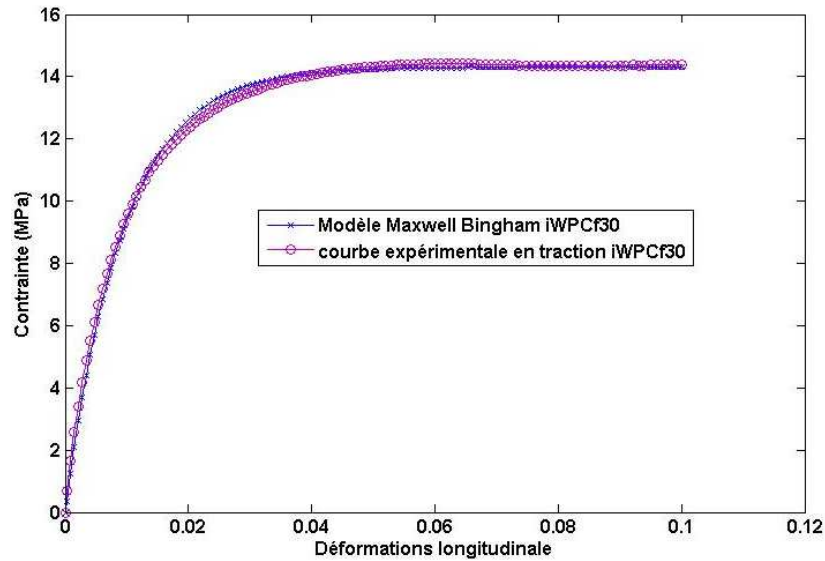


Figure 60. Module d'élasticité (MOE) évalué par la tangente à l'origine d'un modèle de Maxwell-Bingham ajusté par optimisation sur les courbes expérimentales

Dans ce qui suit, nous montrons les avantages offerts par des mesures de champ pour améliorer l'estimation des déformations à la surface du composite ainsi que la détermination des propriétés mécaniques du WPC.

III. 2. Mesure de champs par stéréo-corrélation d'images

III. 2. 1. Intérêt de l'utilisation de la stéréo-corrélation d'image (3D-DIC)

La géométrie d'une éprouvette de traction de WPC visible sur la figure 61 illustre la forme de la surface d'une éprouvette injectée et montre l'existence d'une forme en V de taille moyenne égale à 0,2 mm ($-0,12\text{mm} < Z < 0,10$). Le fait que nos éprouvettes du WPC ne présentent pas une surface plane est cohérent avec l'utilisation de la stéréo-corrélation plutôt que la corrélation bidimensionnelle, cela permet d'éviter des erreurs qui pourraient être produites au cours des mesures de la déformation.

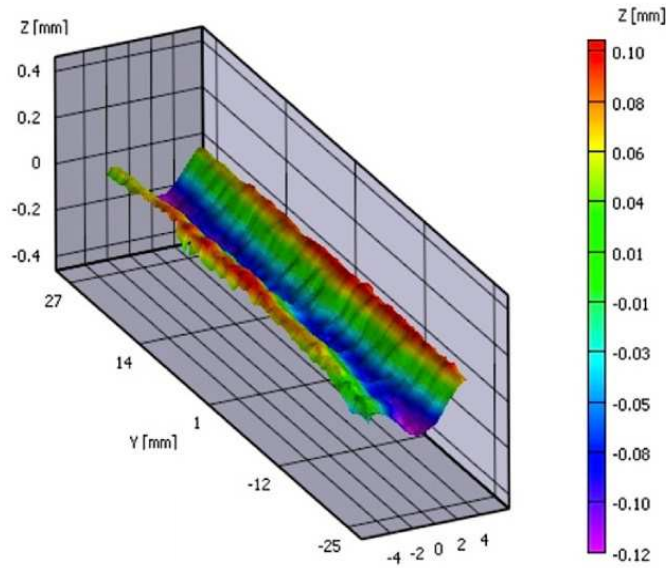


Figure 61. Forme de la surface d'une éprouvette injectée de à l'état initial WPC avant déformation

III. 2. 2. Comparaison entre mesures par stéréocorrélation d'images et par extensomètre mécanique

Dans cette partie, nous avons comparé les mesures de la déformation longitudinale estimées par stéréo-corrélation d'images à celles mesurées par extensomètre mécanique au cours d'un essai de traction simple uni-axiale. Pour cette raison le grandissement est ajusté de telle sorte que la longueur de la zone d'intérêt soit égale à la longueur de base de l'extensomètre ($L_0 = 50mm$). De la même

manière la déformation longitudinale de Green Lagrange $\epsilon_{yy}^{ME} = \frac{\Delta L}{L_0} + \frac{1}{2} \left(\frac{\Delta L}{L_0} \right)^2$ où ΔL présente

l'allongement, est mesurée par extensomètre mécanique. La stéréo-corrélation d'image mesure à l'aide du logiciel *Vic-3D (105)* le champ de déformation longitudinale, nous en déduisons la valeur moyenne

$$\epsilon_{yy}^{DIC} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (\epsilon_{yy}) \text{ calculée sur les } N \text{ points de la zone d'intérêt considérée (figure 62).}$$

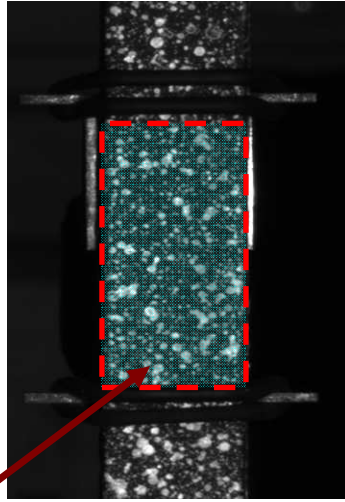
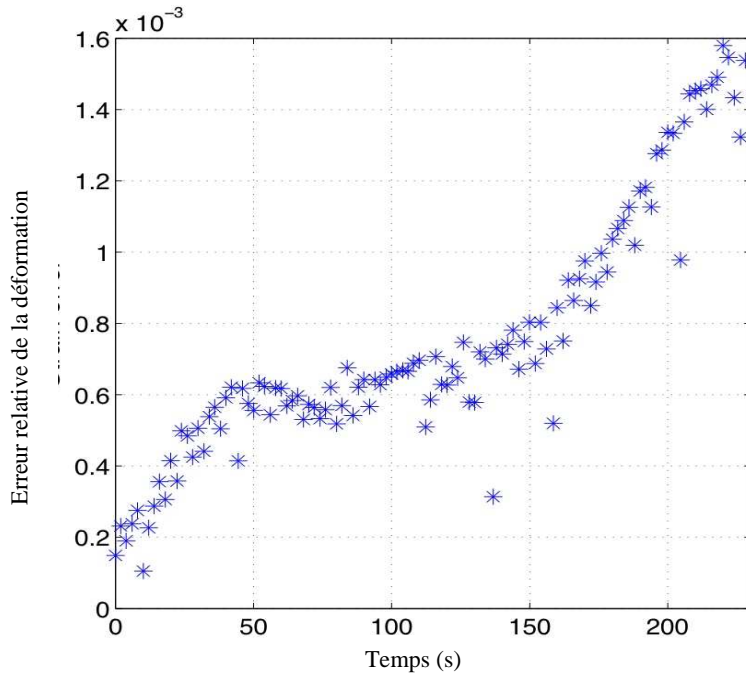
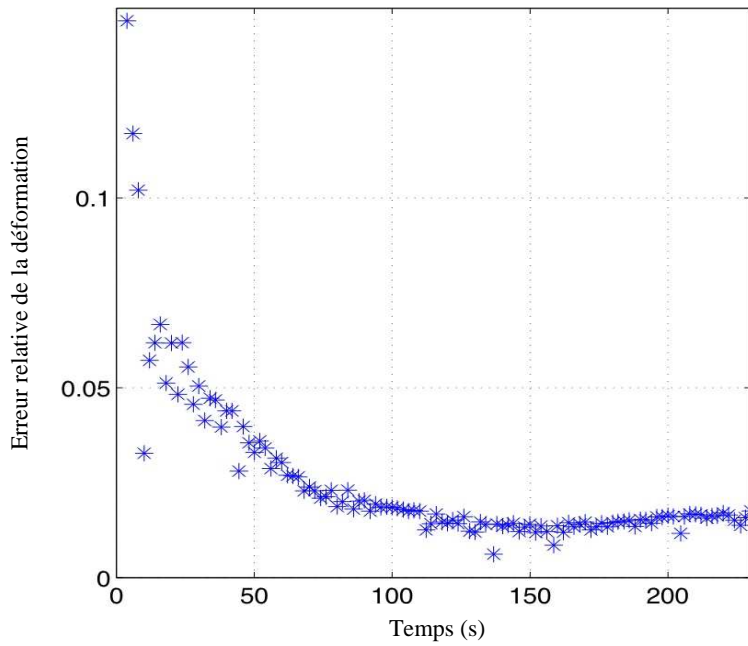


Figure 62. Zone d'intérêt contenant N points considérée pour la mesure de la déformation longitudinale moyenne par stéréo-corrélation d'image.

Les figures (63. a) et (63. b) illustrent respectivement l'erreur $\epsilon_{yy}^{ME} - \epsilon_{yy}^{DIC}$ et l'erreur relative $(\epsilon_{yy}^{ME} - \epsilon_{yy}^{DIC}) / \epsilon_{yy}^{ME}$ sur la déformation longitudinale entre les valeurs mesurées par stéréo-corrélation d'image et celles mesurées par extensomètre mécanique au cours d'un essai de traction sur une éprouvette iaWPCf30%.



(a) Erreur sur la déformation longitudinale $\varepsilon_{yy}^{ME} - \varepsilon_{yy}^{DIC}$

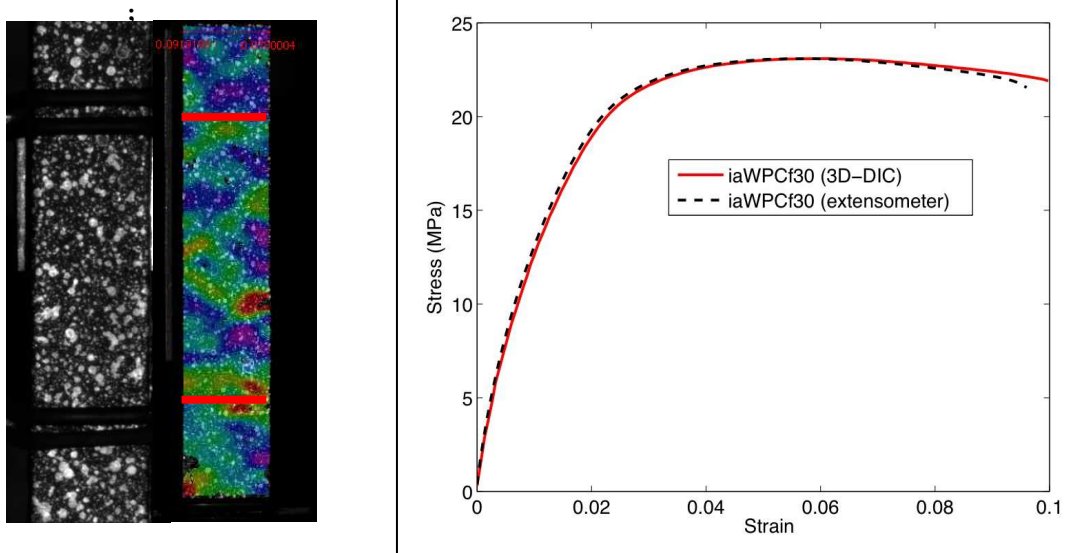


(b) Erreur relative sur la déformation longitudinale $(\varepsilon_{yy}^{ME} - \varepsilon_{yy}^{DIC}) / \varepsilon_{yy}^{ME}$

Figure 63. (a) Erreur et (b) erreur relative sur la déformation longitudinale entre mesures par stéréocorrélation et mesures par extensomètre mécanique au cours d'un essai de traction sur éprouvette iaWPCf30%.

L'étude de l'évolution de l'erreur en fonction du temps montre que l'erreur atteint un maximum $1,6 \cdot 10^{-3}$ pour 10% de déformation à la fin de l'essai ($t = 237$ s) (figure 63. a). Ceci correspond à une erreur relative maximale de 0.019 (environ 2%). Les erreurs relatives (figure 63. b) sont plus importantes à très petite déformation (t proche de 0) car la résolution de mesure est de l'ordre de 10^{-4} . Cependant, les erreurs sont globalement petites devant l'intensité de la déformation produite tout au long de l'essai. Dans ce qui suit nous avons étudié l'effet sur le MOE du WPC, de cette petite erreur sur la déformation longitudinale entre les deux méthodes (mécanique et optique).

Nous avons donc déterminé la déformation longitudinale ϵ_{yy}^{DIC} en considérant la même zone que celle mesurée par l'extensomètre (figure. 64.a), le MOE estimé par la pente au modèle de Maxwell Bingham, est évalué à partir des deux courbes du comportement de la figure 64. b. On retrouve une petite différence d'environ 4% pour le MOE (1881 MPa pour l'extensomètre comparé à 1974 MPa pour la stéréo-corrélation).



(a) ROI, surface de l'éprouvette et positionnement des jauges

(b) iaWPCf30 courbe de contrainte / déformation

Figure 64. Comparaison entre ϵ_{yy}^{DIC} mesurée par stéréo-corrélation et ϵ_{yy}^{ME} mesurée par extensomètre mécanique (iaWPCf30%)

Ces résultats confirment que la déformation moyenne corrélée en surface est très proche de la déformation mesurée par extensomètre mécanique. Les faibles différences peuvent être dues au fait que les valeurs expérimentales données par l'extensomètre mécanique dépendent de l'emplacement de ces deux bords sur la surface de l'éprouvette. La méthode optique sans contact est peu sensible aux vibrations par rapport à la méthode d'extensométrie mécanique et l'utilisation de deux caméras permettra de mesurer les déplacements dans les trois directions, à la surface de l'éprouvette, et déterminer ainsi l'évolution de la forme des éprouvettes au cours des essais.

III. 3. Effet du procédé sur la qualité du WPC

Nous avons étudié l'influence du procédé de fabrication (injection) sur la forme des éprouvettes et les propriétés du WPC grâce à la visualisation combinée des images enregistrées par les caméras, le comportement et la mesure de la forme des surfaces des composites. La figure (65. a) montre que la surface de l'éprouvette iWPCf10% n'est pas parfaitement plane puisqu'elle possède comme vue précédemment une forme en V ($-0.12 \text{ mm} < Z < 0.10 \text{ mm}$). Lorsqu'on impose des contraintes mécaniques au cours d'un essai de traction simple un déplacement hors plan W apparaît, le champ de déplacement variant de $+0,36 \text{ mm}$ en haut jusqu'à $-0,22 \text{ mm}$ en bas de l'éprouvette (figure 65. b) on peut montrer que si la corrélation 2D avait été utilisée, on aurait mesuré une déformation apparente due aux effets 3D, d'environ $\Delta\varepsilon = \frac{\Delta Z}{Z}$ avec $\Delta Z \approx 0,3 \text{ mm}$ et $Z = 500 \text{ mm}$ (distance de l'éprouvette au plan CCD de la caméra), soit $\Delta\varepsilon \approx 0,06$ de chaque côté. Cette erreur sur la déformation reste négligeable par rapport à la déformation (10.4%) mesurée juste avant la rupture.

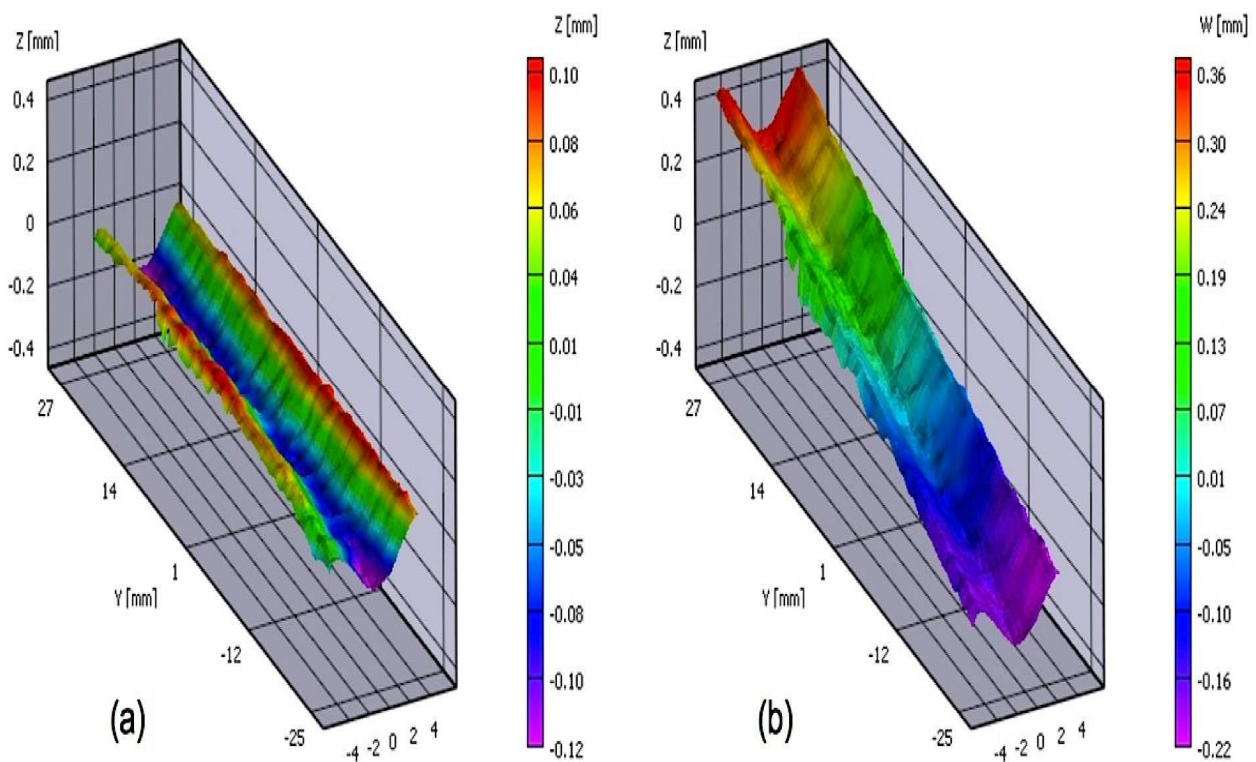


Figure 65. a. Carte du relief 3-D de la zone d'intérêt ($80 \times 10 \text{ mm}^2$) de l'éprouvette iWPCf10% à $t=0 \text{ s}$.
 b. Champs de déplacement hors plan W ($\varepsilon_{yy} = 10.4\%$) à $t= 230 \text{ s}$.

Le tableau 14 illustre de la même manière les erreurs des déformations longitudinales ($\Delta\epsilon_{yy}$) dues à un déplacement hors plan ΔZ (que l'on aurait mesurée si on avait utilisé la corrélation 2D à la place de la stéréo-corrélation) ainsi que les déformations dans le sens de la traction (ϵ_{yy}) à $t = 230s$. Il décrit également les MOE pour 3 éprouvettes de chaque formulation : PEHD pur (00%), iWPCf10% et 30%. En se référant au PEHD pur, les données obtenues dans le tableau 14 montrent d'une part qu'en absence ou en présence des fibres de bois les conditions restent identiques (hors plan) et d'autre part que le MOE reste pratiquement constant pour chaque type d'éprouvette (00%, 10% et 30%).

Tableau 14. Résultats issus des cartes de reliefs 3-D donnant les déplacements hors plan ΔZ , l'erreur sur la déformation longitudinale $\Delta\epsilon_{yy}$ en corrélation 2D, les déformations longitudinales ϵ_{yy} mesurées à l'aide de la stéréo-corrélation d'images ainsi que les modules d'élasticité (MOE) ajustés par le modèle Maxwell Bingham.

Type d'éprouvette	$\Delta Z(\text{mm})$	$\Delta\epsilon_{yy} (\%)$	$\epsilon_{yy} (\%)$	MOE(MPa)
PEHD pur (00%)	0.26	0.052	14.2	860
PEHD pur (00%)	0.32	0.064	13.9	875
PEHD pur (00%)	0.33	0.066	14.6	795
iWPCf10%	0.3	0.06	10.7	1115
iWPCf10%	0.33	0.066	10.3	1120
iWPCf10%	0.36	0.072	10.4	1111
iWPCf30%	0.33	0.066	8.1	1680
iWPCf30%	0.35	0.07	7.9	1665
iWPCf30%	0.36	0.072	8.5	1709

D'après ces résultats, on peut conclure que les singularités au niveau de la surface et la quantité des fibres de bois n'ont pas d'effets sur la forme du composite et le déplacement hors plan mais, il apparaît en effet difficile de réaliser une structure plane à cause du refroidissement du moule de WPC au cours de l'injection. Les mesures de champs en surface du WPC sont donc mises en œuvre avec l'hypothèse que les propriétés mécaniques du composite ne varient pas dans la troisième direction (\vec{e}_z) et en supposant un état de contrainte plane.

A l'issue de ces résultats, nous pouvons maintenant étudier et caractériser le comportement des composites bois/plastique en effectuant des essais mécaniques afin de bien comprendre ce que recouvrent les résultats.

III. 4. Caractérisation du comportement mécanique du WPC

III. 4. 1. Comportement en traction uniaxiale

III. 4. 1. 1. Essai cyclique en traction

Lors d'un essai cyclique sur une éprouvette de WPC, la figure 66 montre une légère différence entre la courbe du comportement donnée par stéréo-corrélation et celle par extensomètre. Cette différence s'explique de la même façon que précédemment par le contact des deux becs de l'extensomètre avec la surface de l'éprouvette.

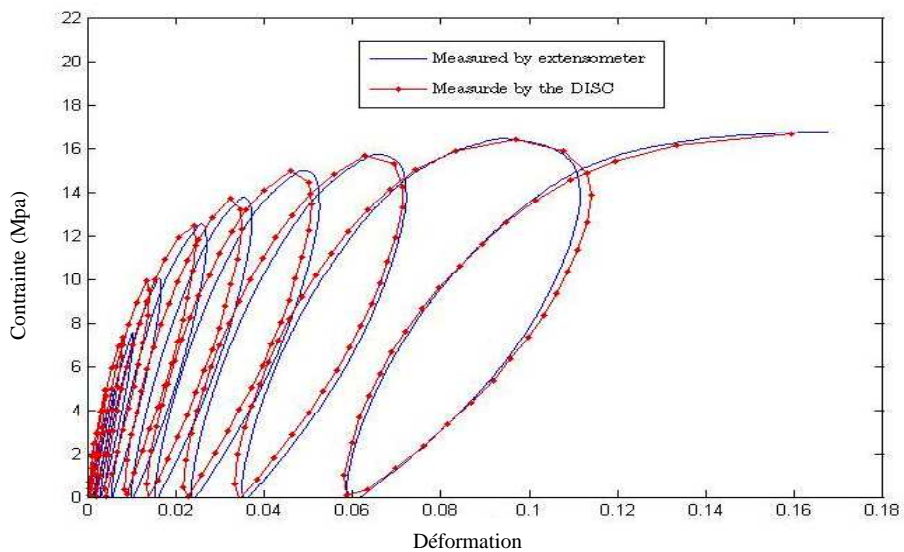


Figure 65. Comparaison entre les courbes de comportement (stress/strain) lors d'un essai de traction, données par stéréo-corrélation et par extensomètre mécanique

Il est possible de mettre en évidence différents domaines de comportement en soumettant le composite à une sollicitation mécanique. L'essai cyclique semble être une bonne manière pour tenter de montrer la limite élastique du WPC et de distinguer la transition entre le domaine linéaire et le domaine non linéaire. Sur la figure 66 on observe l'apparition d'une déformation résiduelle significative dès le début de l'essai après 4 cycles correspondant à la limite linéaire (0,5 %). Nous distinguons les deux domaines de comportement suivants :

Domaine 1 : Domaine élastique linéaire très faible déformation.

Domaine 2 : Les phénomènes d'hystérésis sont responsables de l'apparition de non-linéarités correspondant à l'apparition de l'endommagement lié à la microfissuration du composite, équivalent à une plasticité (déformation résiduelle non nulle).

De plus on montre le caractère viscoélastique car ces déformations résiduelles dépendent du temps. Le WPC présente donc un comportement global non-linéaire et confirme l'utilisation de Maxwell Bingham comme modèle élasto-viscoplastique par exemple pour la détermination du MOE pour un tel composite.

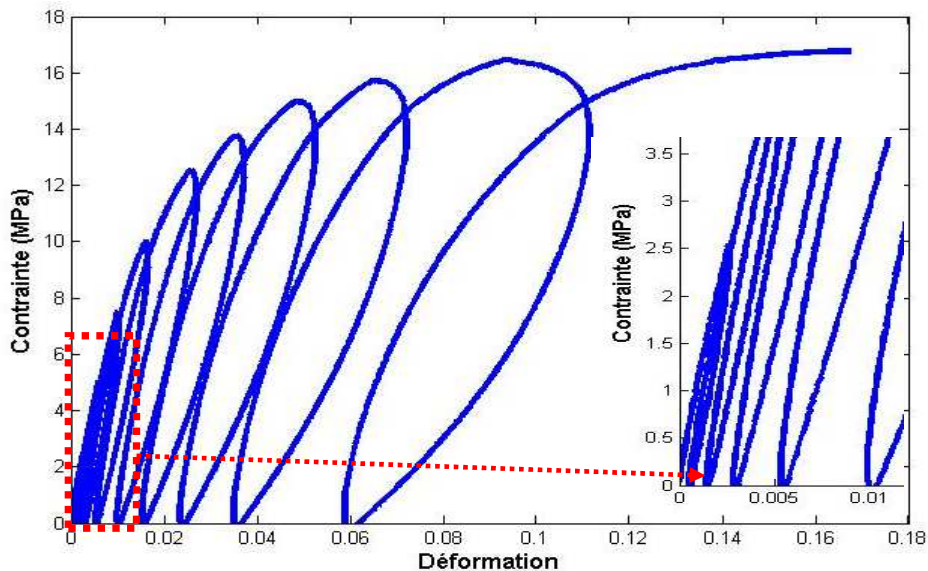


Figure 66. Courbe de comportement du WPC lors d'un essai cyclique

III. 4. 1. 2. Propriétés mécaniques du WPC

Plusieurs facteurs influencent le comportement mécanique macroscopique tels que le taux des fibres renforcées dans la matrice de PEHD et la modification de la surface par des méthodes chimiques (ajout de 3% de MAPE) afin d'assurer le couplage fibres de bois/PEHD. La méthode de stéréocorrélation est utilisée lors d'essais de traction à température ambiante (20 °C) sur des éprouvettes de composites fibres de bois/polyéthylène pour les formulations avec ou sans additif et à 10% ou 30% de bois. La valeur de la déformation considérée est la valeur moyenne du champ mesurée. Les courbes de traction illustrées sur la figure 67 indiquent un comportement global non linéaire. Les courbes sont présentées bornées à 10% de déformations, mais les allongements à la rupture sont très différents : environ 10% pour les éprouvettes contenant 30% de bois et une valeur non atteinte par la stéréocorrélation pour les éprouvettes contenant 10% de bois (plus de 30% de déformations).

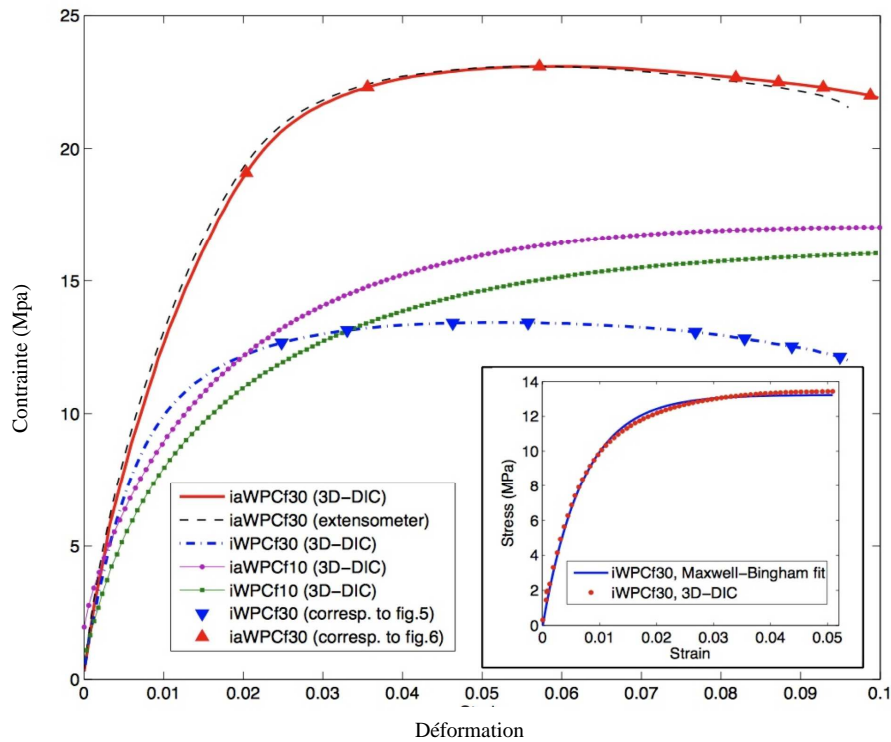


Figure 67 : Courbes de traction de iwPCf et iaWPCf

Le tableau 15 donne les propriétés mécaniques des iwPCf et iaWPCf déterminées à partir des courbes de traction obtenues par stéréo-corrélation.

Tableau 15 : MOE évalué par la tangente à l'origine d'un modèle de Maxwell-Bingham $\sigma = a(1 - \exp(-b\varepsilon))$ ajusté par optimisation sur les courbes expérimentales (les valeurs entre parenthèses représentent l'écart type).

	iwPCf		iaWPCf	
% fibre de bois	10%	30%	10%	30%
MOE (MPa)	980 (14)	1709 (100)	1137 (26)	1885 (27)
MOR (MPa)	15,6 (0,4)	13,6 (0,7)	16,4 (0,6)	21 (0,3)

On observe que le module élastique (MOE) croit avec l'augmentation du pourcentage de bois pour les deux cas avec et sans additif (iwPCf et iaWPCf), ainsi qu'avec l'additif (3% de MAPE), qui confère au composite le plus fort module. En présence d'agent de couplage MAPE, un effet synergique est

observé : le MOE augmente de 980 jusqu'à 1137 MPa pour la formulation contenant 10% de bois et de 1709 jusqu'à 1885 MPa pour une formulation contenant 30% de bois (tableau 15).

D'autre part, Le module à la rupture (MOR) de l'iWPCf (sans additif) décroît avec l'augmentation du pourcentage de bois, par contre il croit de 16.4 MPa pour iaWPCf10% et jusqu'à 21 MPa pour iaWPCf30%. Cette augmentation peut être due à une certaine modification des paramètres au cours du processus d'injection, mais ceci ne contredit pas la tendance générale. En fait, les résultats d'injection sont en accord avec la littérature (*Hugot et Cazaurang, 2008, (109)*). Les résultats des mesures de déformation par stéréo-corrélation d'images sont comparables à ceux obtenus par extensomètre mécanique sur les mêmes matériaux et publiés dans *Michaud et al, (2007 (99))*.

III. 4. 1. 3. Comportement à l'endommagement du WPC en traction

Les composites bois/PEHD présentent un comportement particulier à l'endommagement à de faibles niveaux de déformation. Des phénomènes de localisation rendent difficiles les mesures par extensomètre mécanique. L'utilisation de la mesure par stéréo-corrélation d'images permet d'avoir accès aux champs cinématiques, et de localiser les différents sites (microfissure) avant macro-fissures. Comme on vient de le montrer précédemment le composite bois/PEHD présente un comportement linéaire élastique à de très faibles déformations et dont la limite dépend du contenu en fibres de bois. Quand un endommagement se développe, cela se traduit par une non-linéarité de la courbe du comportement, et par l'apparition d'une déformation permanente après déchargement. Un certain nombre d'essais sur les éprouvettes de WPCf30 avec et sans MAPE ont été menés afin d'observer par stéréo-corrélation d'images numériques les évolutions des champs de déformation longitudinale ainsi que leurs variations spatiales au cours de l'essai, et par conséquent le développement des différents sites de localisation au cours du temps. Dans ce qui suit, nous examinons la localisation ainsi que la propagation de la macrofissure en étudiant les différentes variations de la déformation longitudinale ε_{yy} . Les cartographies fausses couleurs (figure 68 et figure 69) montrent bien que le champ de déformation est très rapidement hétérogène pour le composite avec MAPE (t=60s) et pour celui sans additif (t=80s). L'amplitude de la déformation qui correspond à l'écart entre les deux valeurs extrêmes de ε_{yy} est égale à t=100s à 0,89% pour iWPCf30 (figure 68) et à 1,31% pour iaWPCf30 (figure 69) de même à t = 150s : amplitude de 2,27% et de 2,37% respectivement pour le WPC sans MAPE et avec MAPE. Donc à ce niveau raisonnable de déformation, l'hétérogénéité est équivalente voire plus prononcée pour l'échantillon avec additif. Cette hétérogénéité peut provenir soit des microfissures, soit de la différence des raideurs des contraintes. Par ailleurs, à t=200s l'amplitude de la déformation est de 9,15% pour iWPCf30 et que de 4,16% pour iaWPCf30, ici à ce niveau de déformation l'hétérogénéité très masquée pour l'échantillon sans additif, en réalité, n'est pas liée à la différence entre la valeur du module de la fibre de bois et de la matrice PEHD mais elle est essentiellement liée au degré de

compatibilité entre la fibre et la matrice de PEHD. L'anhydride maléique de polyéthylène (MAPE) utilisé comme agent de couplage a favorisé l'adhésion à l'interface fibre de bois/PEHD.

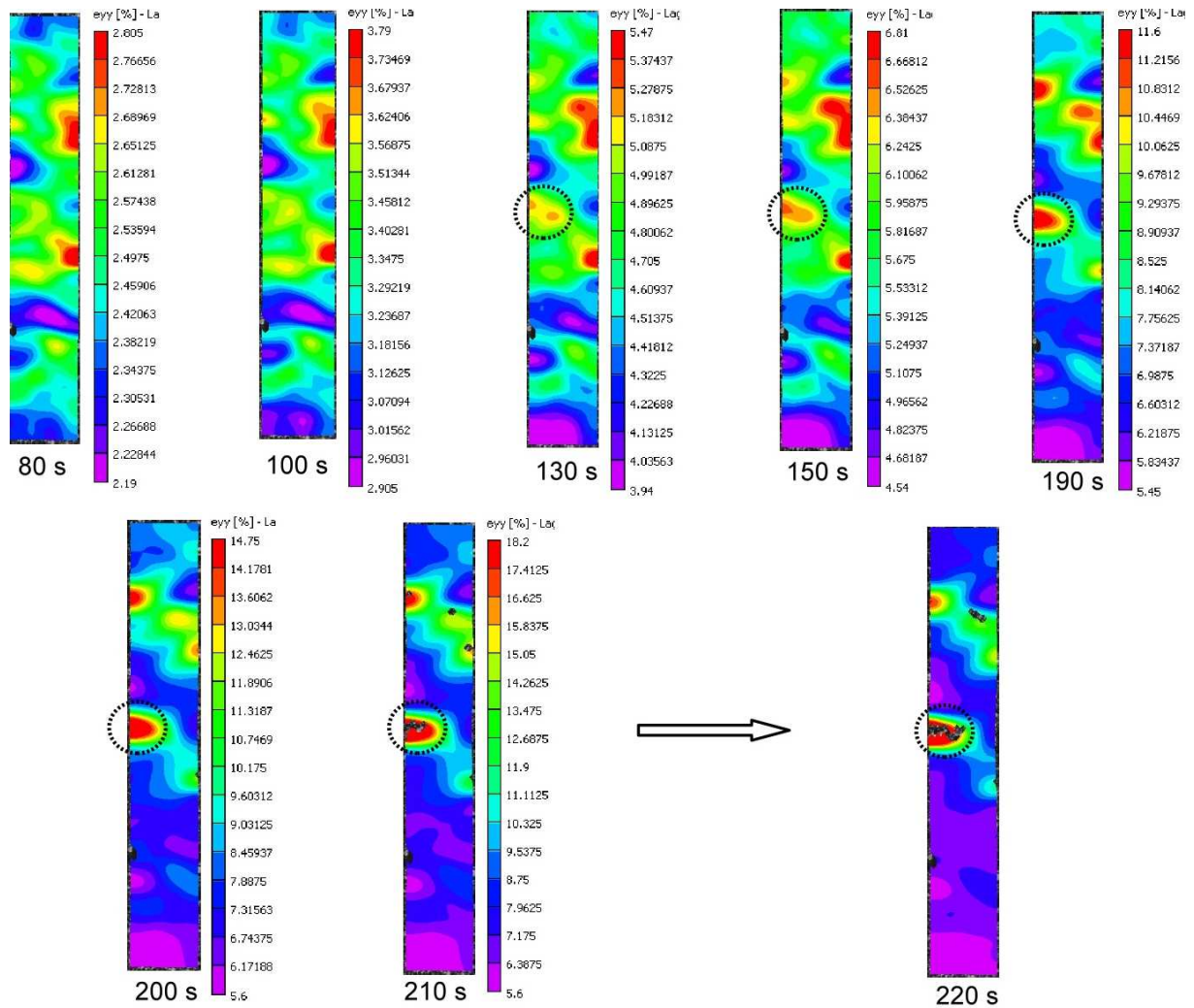


Figure 68. Cartes des champs de déformation longitudinale (iWPCf30)

L'observation des cartes des figures 68 et 69 montre aussi l'existence des zones à fortes déformations sur les bords des éprouvettes du WPC. Ceci peut être expliqué par le manque du renfort dans ces zones (c'est-à-dire sur les bords), ce qui provoque le développement des microfissures plus facilement qu'au sein du composite massif.

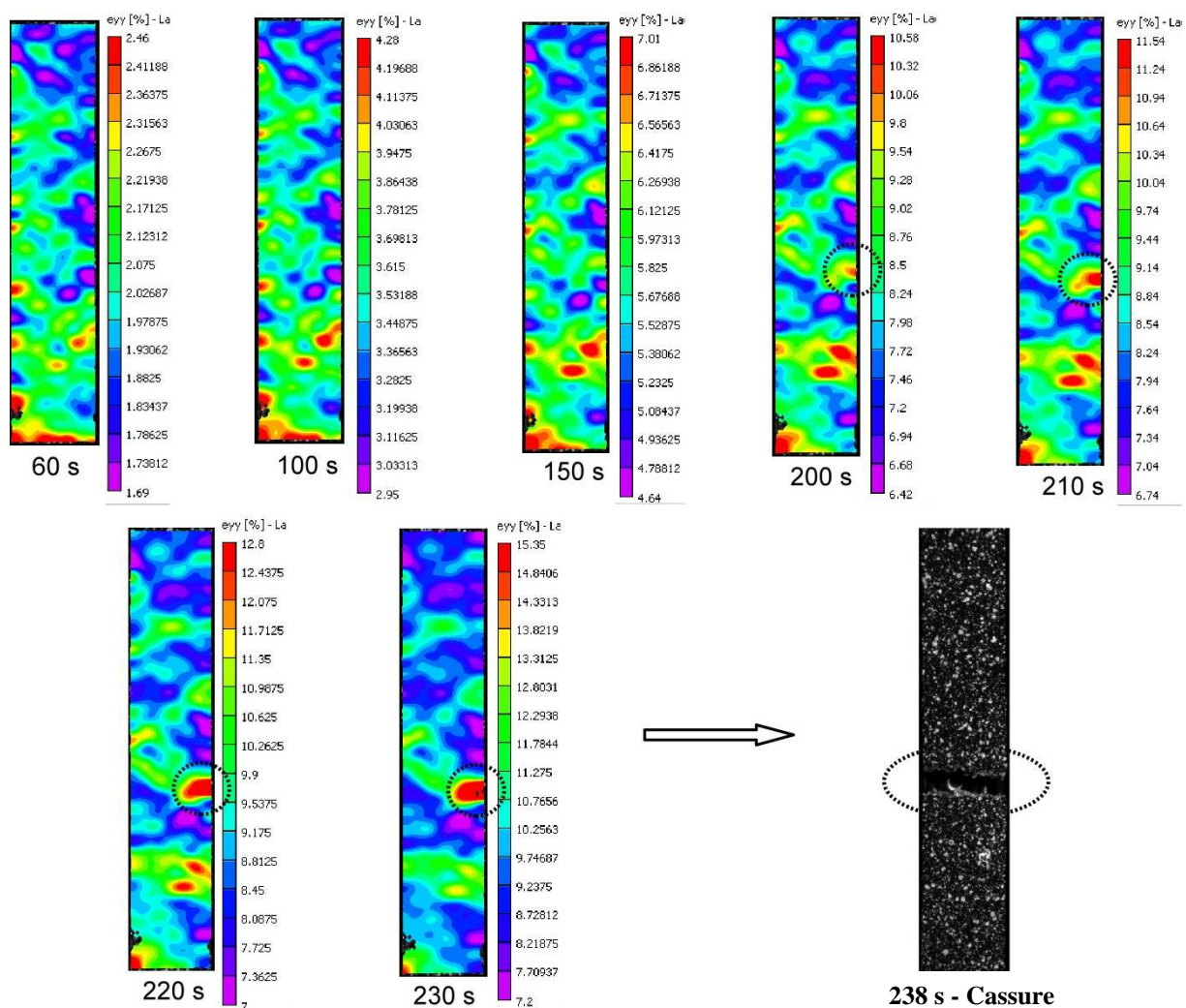


Figure 69. Cartes des champs de déformation longitudinale (iaWPCf30)

Généralement, l'endommagement en traction qui se manifeste dans un matériau ou d'un composite peut être diffus ou local. Les observations des champs de déformation des cartes de fausses couleurs de iWPCf30 et iaWPC30 mettent en évidence que des phénomènes de localisation peuvent apparaître dès les premiers stades du comportement non linéaire. Elles montrent aussi que la macrofissure ne se propage pas précisément à partir de l'une des zones localisées que l'on observe pour iWPCf30 ($t = 80s$, $t = 100s$ et $t = 130s$) et pour iaWPCf30 ($t=60s$, $t=100s$ et $t=150s$) mais apparaît juste avant le pic de contrainte à $t=150s$ pour iWPCf30 et à $t=200s$ pour iaWPCf30 (voir les pointes correspondantes aux cartographies sur la courbe de traction sur la figure 67). L'endommagement en traction de iWPC30% et iaWPCf30 n'est donc localisé qu'à la fin de l'essai, juste avant la rupture (ouverture de la macrofissure et propagation). L'endommagement est donc relativement diffus jusqu'à la fin de l'essai. Ce phénomène peut être dû à la nature de la répartition des fibres de bois dans la matrice PEHD.

En effet, afin d'obtenir une information sur la nature de la répartition des fibres de bois dans la matrice de PEHD (iWPCf30), nous avons obtenu une image donnée par la technique de tomographie de rayons X (figure 70). Cette technique a été décrite et bien détaillée dans les travaux de *Buffière et al, 1999 (110)* et *Maire et al, 2001 (111)*. L'observation de l'orientation des fibres (figure 70) montre une répartition circulaire des fibres de bois dans la matrice plastique de PEHD au cours de la mise en œuvre des échantillons par le procédé d'injection. Cette observation en volume ne peut être effectuée que par tomographie de rayon X car la stéréocorrélation d'image ne peut nous offrir que des informations sur la surface de l'échantillon.

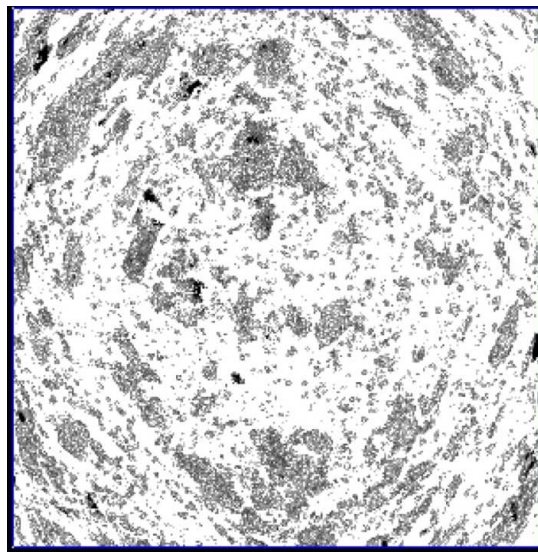


Figure 70. Répartition des fibres de bois dans la matrice de PEHD iWPCf30 (tomographie par rayon X)

Afin de mieux caractériser les phénomènes de propagation et l'évolution de l'endommagement qui se manifeste dans le WPC, nous proposons dans ce qui suit d'examiner ce phénomène en étudiant l'effet de cisaillement sur le comportement du composite.

III. 4. 1. 4. Effet du cisaillement sur le comportement du WPC en traction uni-axiale

Cette partie est consacrée à l'étude expérimentale de l'effet de la composante de cisaillement (ϵ_{xy}) du champ de déformation sur le comportement du iWPC30 au cours d'un essai de traction uni-axiale. L'utilisation d'extensomètre mécanique au cours de cet essai ne peut pas donner une information sur le cisaillement qui peut être produit au cours de l'essai et qui est considéré par hypothèse nulle en traction uniaxiale sur un essai statiquement déterminé. Toutefois, l'utilisation de méthode optique permet d'avoir une information quantitative et qualitative sur le cisaillement.

III. 4. 1. 4. 1. Propriétés élastiques

Nous avons comparé l'évolution de la valeur moyenne du cisaillement ϵ_{xy} par rapport à la déformation longitudinale moyenne ϵ_{yy} en fonction du temps. La figure 71 montre que le cisaillement croît en fonction du temps et ne dépasse pas $1,6 \cdot 10^{-3}$ tandis que la déformation dans le sens de la traction atteint 0,1 à la fin de l'essai. Ceci montre que ce cisaillement moyen reste très faible devant la déformation longitudinale tout le long de l'essai. Ces résultats nous amènent à conclure que nous nous trouvons bien globalement dans le cas d'un essai de traction uni-axiale pur.

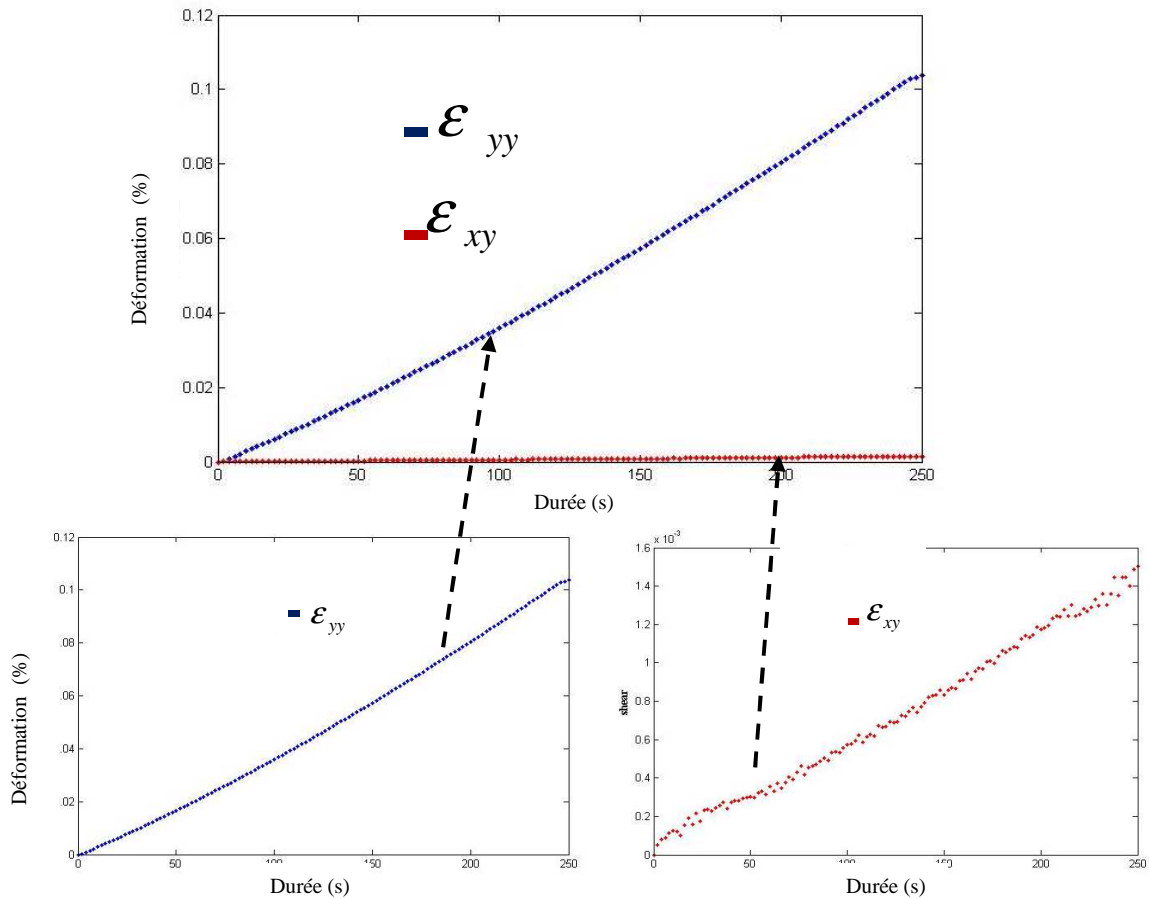


Figure 71. Evolution du cisaillement ϵ_{xy} (strain) et de la déformation longitudinale ϵ_{yy} (strain) en fonction du temps (time) (iWPCf30).

III. 4. 1. 4. 2. Détection d'endommagement en champ de cisaillement

La mise en œuvre sur des structures hétérogènes, telles que les WPC en traction simple de la mesure de champs par stéréo-corrélation d'images est intéressante puisqu'elle nous permet d'observer et de déterminer le champ de déformation de cisaillement pour caractériser le comportement du WPC. Sur la figure 72 nous distinguons quelques zones sur les bords, qui sont cisailées et qui apparaissent à la fin du domaine plastique au cours de l'essai de traction-uniaxiale.

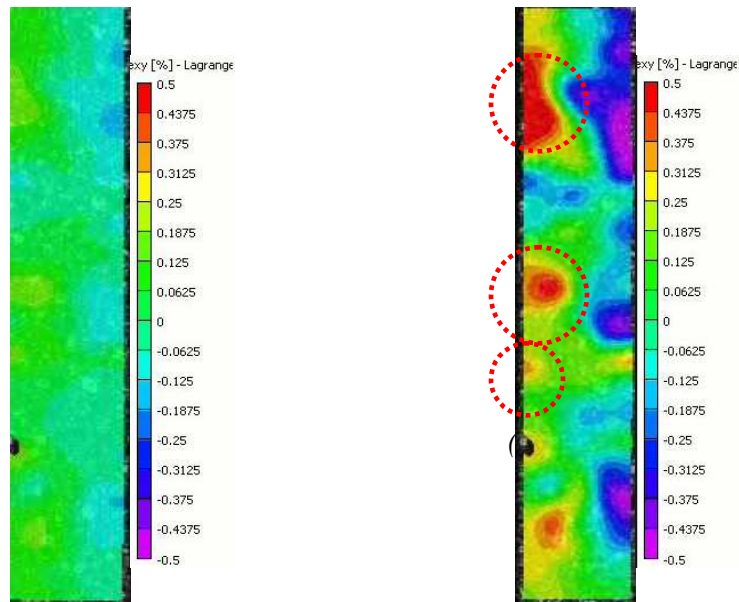


Figure 72. Cartographie d'une éprouvette de traction (champs de déformation de la composante de cisaillement ε_{xy} à différents instants).

⊗ Zone sur les bords.

L'observation juste avant la rupture des différentes zones cisillées avec différents degrés peut s'expliquer par la rupture de plusieurs fibres de bois renforcées dont l'orientation est dans le plan (x,y) de l'éprouvette. La détermination de la composante de cisaillement (ε_{xy}) à travers la technique de stéréo-corrélation d'image nous permet d'estimer une pseudo variable d'endommagement à partir de la mesure de l'écart à la linéarité de la réponse élastique initiale en déformation, elle-même déterminée par régression linéaire des cartes de déformation mesurées avant tout dommage capable d'apparaître (Lévêque et al, 2007 (112)). Cette variable est classiquement exprimée comme suit:

$$d_{xy} = \frac{\varepsilon_{xy} - \varepsilon_{xy_élastique}}{\varepsilon_{xy}} \quad (3)$$

Nous avons ensuite étudié l'évolution de l'endommagement en cisaillement d_{xy} en fonction du temps (figure 73) dans le cas d'un essai de traction effectué à une température ambiante ($T=25^{\circ}\text{C}$). Sur la figure 73 nous distinguons aussi différentes cartes en fausses couleurs des champs de déformation en cisaillement données par stéré-corrélation d'image en fonction des domaines du comportement pour iWPCf30. On retrouve pour l'évolution de l'endommagement en cisaillement les deux domaines suivants :

Domaine I : Domaine linéaire ($t \in [0, 20s]$) sur lequel l'endommagement en cisaillement est considéré comme nul.

Domaine II : Domaine non linéaire $t \in [20, 200s]$ sur lequel l'endommagement en cisaillement débute et peut être divisé en 2 sous domaines. Dans le premier sous domaine ($t \in [20, 150s]$), un endommagement raisonnable qui apparaît ne dépassant pas 0,6 ($20s < t < 130s$) (champ de cisaillement pratiquement homogène). Jusqu'à partir de $t=130s$ une naissance de microfissures observées sur les bords provoque une augmentation de l'endommagement qui atteint 0,7 et qui est nettement faible devant 1. Ceci est dû à la présence des fibres dans la fissure, ce qui permet au composite de conserver sa rigidité. Dans le deuxième sous domaine ($t \in [150, 200s]$), on observe l'apparition de macrofissures engendrant une augmentation de l'endommagement en cisaillement ($d_{xy} \approx 0,83$) avant de tendre vers une asymptote. Cet endommagement se traduit par une rupture de l'éprouvette ($t=200s$). Contrairement à l'endommagement en déformations longitudinales ε_{yy} qui se manifeste pratiquement sous une forme diffuse, le champ de cisaillement montre que la macrofissure se propage précisément à partir d'une des zones dans laquelle la localisation est apparue juste avant la rupture. L'endommagement en cisaillement au cours d'un essai de traction pour iWPCf30 se manifeste sous forme locale. Ce résultat est très intéressant puisqu'il montre que le cisaillement est à l'origine de la rupture du iWPCf30 malgré une traction uni-axiale ε_{xy} négligeable devant ε_{yy} . Un autre avantage qui s'ajoute à la stéréo-corrélation d'image est l'aide à la détermination de la source de la rupture du composite.

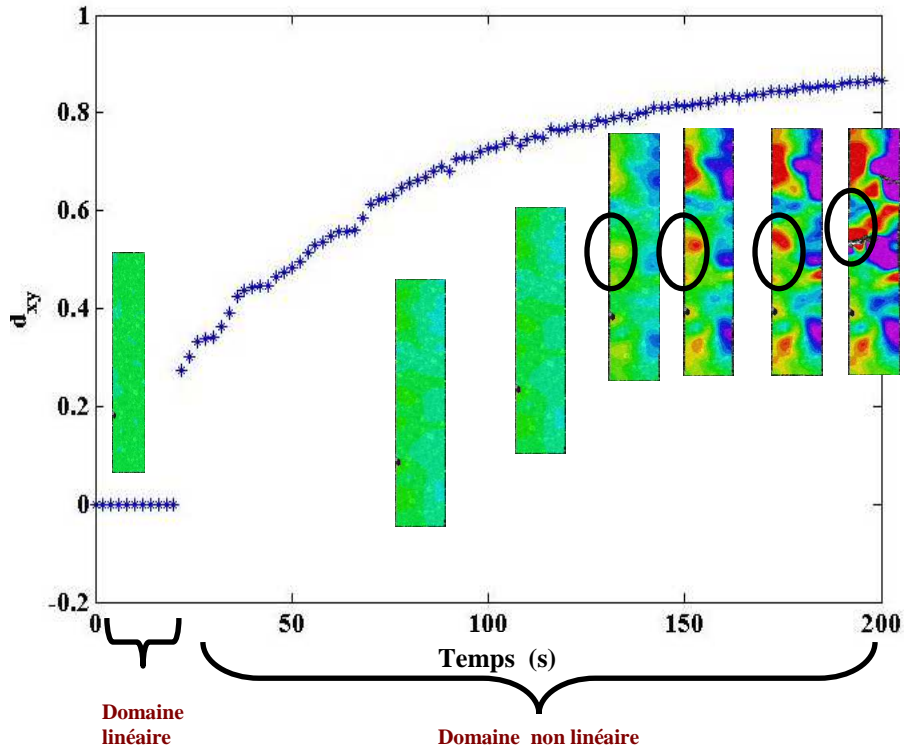


Figure 73. Evolution de l'endommagement en cisaillement d_{xy} en traction en fonction du temps et cartes en fausses couleurs de la déformation en cisaillement ϵ_{xy} .

III. 4. 1. 5. Etude de l'hétérogénéité des composites bois/PEHD (00%, 10% et 30%)

La stéréo-corrélation nous permet de juger du caractère homogène ou non du champ de déformation. Pour cela, on se propose dans cette partie d'étudier le degré d'hétérogénéité en utilisant la méthode de stéréo-corrélation d'images sur des éprouvettes d'iWPCf (00%, 10% et 30%) toujours dans le cas d'un essai de traction. L'idée ici est d'étudier le degré d'hétérogénéité de la déformation longitudinale en analysant sa fonction de distribution spatiale par l'intermédiaire d'une seule variable caractéristique de cette distribution, typiquement l'écart type. Comme il est connu que l'écart dépend de la taille de la jauge optique, nous avons étudié l'évolution de l'écart type (standard deviation) en fonction de la taille de la jauge optique pour différents niveaux de déformation longitudinales (relativement à $t=100s$, $t=124s$, $t=150s$, $t=174s$, $t=200s$) pour iWPCf30 (même tendance pour les résultats pour PEHD et iWPCf10). La figure 74 montre que l'écart type décroît de manière exponentielle lorsque la taille de la jauge optique augmente, par effet de moyenne spatiale des déformations. Comme il y a des gradients de déformation dans le matériau, nous avons choisi la valeur la plus petite de la taille de jauge optique (1,2 mm) que permet le logiciel de corrélation d'image, bien que cette taille soit supérieure à la taille

des fibres de bois. La valeur de déformation mesurée n'est pas égale à la déformation locale réelle (elle est petite), mais tend ainsi à se rapprocher.

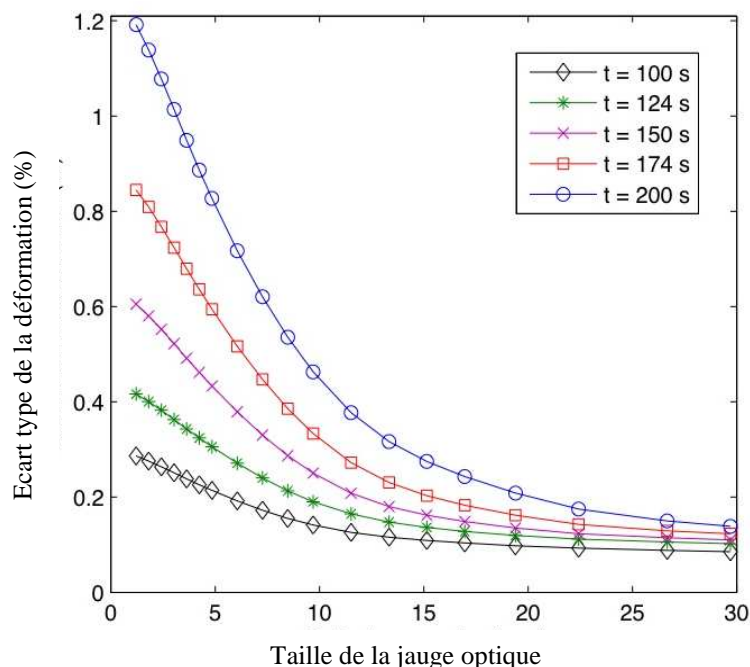


Figure 74. Évolution de l'écart-type en fonction de la taille de la jauge optique pour différents niveaux de déformations longitudinales à différents instants (iWPCf30)

Dans un premier temps, il est nécessaire de vérifier l'homogénéité attendue pour iWPCf00 (PEHD pur). La figure 75 présente les résultats du champ de déformation à $t = 200$ s et de la valeur moyenne et de l'écart type spatial de la déformation au cours du temps, pour le PEHD pur (iWPCf00%). On montre bien l'homogénéité de la déformation du PEHD pur (figure 20.a) puisque le champ à $t = 200$ s (fin de l'essai) varie très peu spatialement ($6,9\% < \epsilon_{yy} < 7,22\%$). L'écart type mesuré (figure 75.b) varie de $1,5 \cdot 10^{-4}$ jusqu'à $6 \cdot 10^{-4}$ pour une déformation variant respectivement de 0% jusqu'à 7%. Cet écart peut-être associé à l'incertitude sur la mesure de déformation de la méthode de stéréo-corrélation (moins de 0,1%) car on considère que le matériau PEHD pur est homogène. En se plaçant dans les mêmes conditions expérimentales (sans changement de paramètres de la méthode optique), dans un second temps, nous représentons les résultats pour iWPCf10 (figure 76) et pour iWPCf30 (figure 77). Pour 10% de fibre de bois, la valeur de l'écart type spatial sur la déformation longitudinale est relativement importante (environ 4 % de la valeur moyenne de la déformation) alors que pour 30% de fibre la valeur de l'écart type devient très importante (jusqu'à plus de 15% de la valeur moyenne de la déformation) et augmente d'autant plus que la déformation (moyenne) augmente. Cela montre que le degré d'hétérogénéité augmente avec la déformation moyenne d'une manière proportionnelle pour iWPCf10 et d'une manière exponentielle pour iWPCf30.

Après la limite élastique (domaine linéaire), on observe l'apparition des zones à différents niveaux de déformations en raison de la naissance de microfissures dans la matrice ainsi que la décohésion entre les fibres de bois et du PEHD. Ces phénomènes se traduisent par l'apparition de l'endommagement qui d'autant plus important que le pourcentage de bois est important. Pour 10% de bois injecté, aucune rupture ne se produit pendant l'essai de traction même pour de fortes déformations (cf. figure 76).

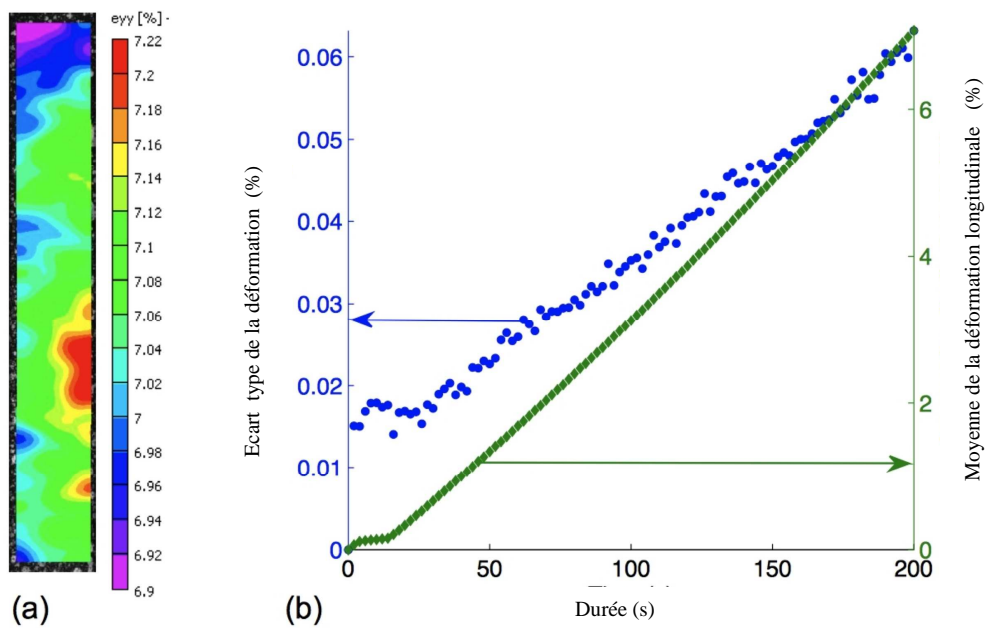


Figure 75. a) Champ de déformation longitudinale (ϵ_{yy}) à $t = 200$ s (iWPC00 = PEHD pur).
 (b) Evolution de la déformation longitudinale en fonction du temps et de l'écart type au cours d'un essai de traction.

Par ailleurs, pour une éprouvette contenant 30% de fibres de bois, les déformations longitudinales localisées après le domaine linéaire augmentent exponentiellement avec le niveau de la déformation en donnant naissance à une microfissure provoquant la rupture du composite (cf. figure 77).

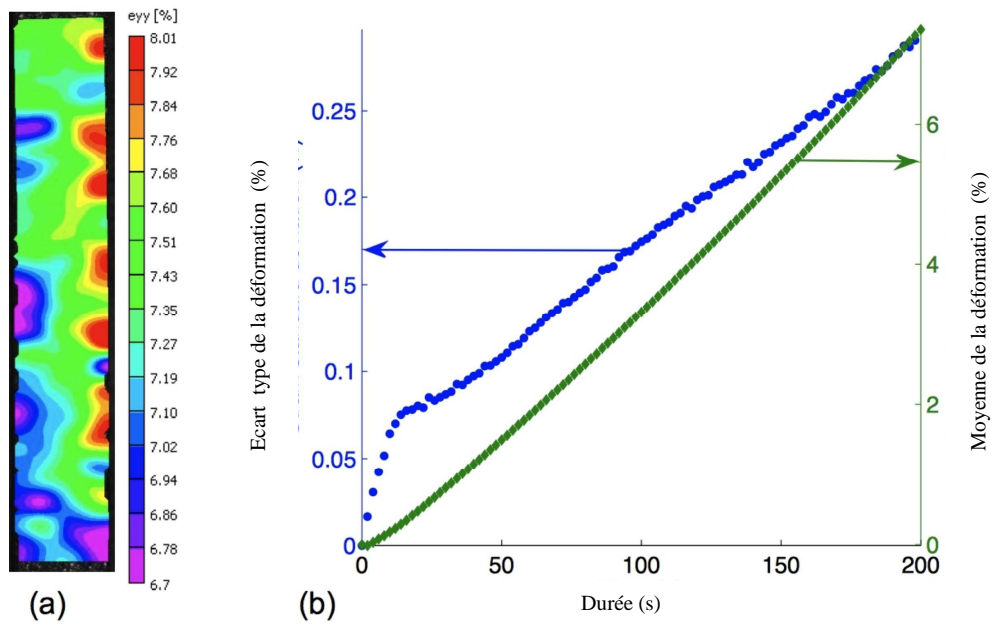


Figure 76. a) Champ de déformation longitudinale (ϵ_{yy}) à $t = 200$ s (iWPC10). (b) Evolution de la déformation longitudinale en fonction du temps et de l'écart type au cours d'un essai de traction.

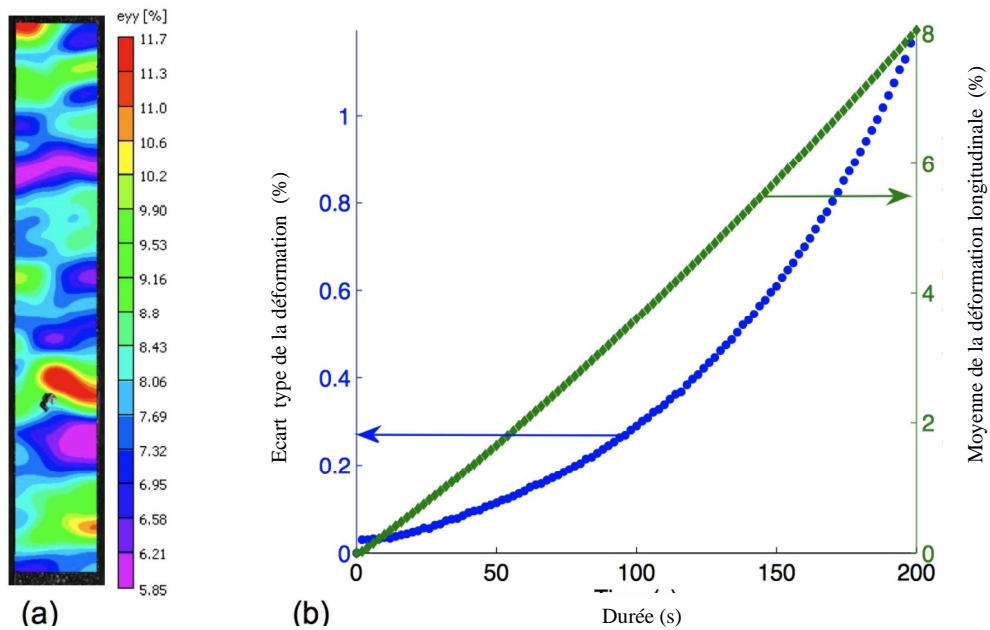


Figure 77. a) Champ de déformation longitudinale (ϵ_{yy}) à $t = 200$ s (iWPC30). (b) Evolution de la déformation longitudinale en fonction du temps et de l'écart type au cours d'un essai de traction.

Les histogrammes du champ de déformation longitudinale relativement aux figures 75. a, 76. a et 77 a sont présentés par la figure 78 (en pointillé, courbe gaussienne avec les paramètres trouvés expérimentalement). La figure 78 décrit une courbe gaussienne symétrique un peu plus large pour iWPC10 que pour le PEHD pur.

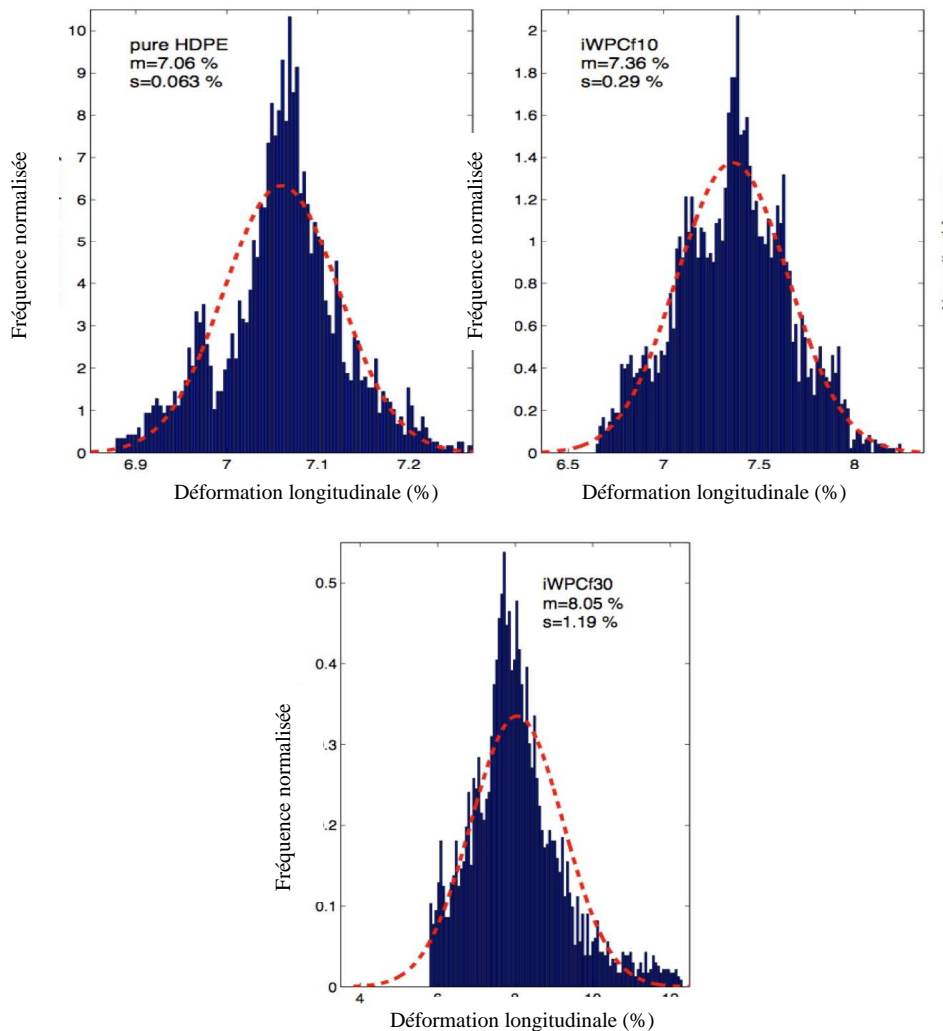


Figure 78. Histogrammes du champ de déformations longitudinales (ϵ_{yy}) relative aux figures 75a (iWPCf00), 76a (iWPCf10) et 77a (iWPCf30).

Par contre, l'histogramme montre aussi une distribution assez gaussienne mais plus large et non symétrique pour 30% de bois. La zone droite de la gaussienne montre que le composite iWPCf30 atteint 12% de déformation longitudinale correspondant à la propagation de la microfissure qui va engendrer la rupture. Nous pouvons dire que le comportement des composites bois plastique (sans ajout de MAPE) montre que le degré d'hétérogénéité croît avec l'augmentation du pourcentage de bois injecté de manière non-linéaire, car plus il y a de bois dans la matrice de PEHD moins la ductilité du composite est grande.

III. 4. 1. 6. Effet des traitements des fibres de bois

Afin de palier le manque d'adhésion à l'interface entre les fibres lignocellulose fortement polaire avec les groupements $-OH$ et le PEHD apolaire, des modifications chimiques peuvent être réalisés au niveau de la fibre de bois telles que l'utilisation de l'anhydride maléique de polyéthylène (MAPE) qui améliore les propriétés mécaniques du composite WPC. Cette première approche qui consiste au greffage par copolymérisation est une approche efficace, mais complexe. De ce fait, nous avons procédé à une seconde approche pour stabiliser ces matériaux. Celle-ci réside dans le traitement chimique des fibres de bois, tels que l'acétylation. Ce traitement permet la formation de liaisons covalentes et de Van Der Waals à l'interface entre le PEHD et la fibre de bois.

III. 4. 1. 6. 1. Propriétés mécaniques

Nous avons utilisé la sétero-corrélation d'image (3D-DIC) au cours d'un essai de traction à température ambiante pour étudier le comportement de plusieurs formulations (PEHD, iWPCf30, iaWPCF30%, 3Cgm20-30% (M1-30) et 3Cgm20-30%+MAPE (M5-30)) Nous avons pu ainsi examiner l'effet de l'acétylation des fibres de bois (greffage de 3 carbones) sur les propriétés mécaniques. Les courbes de comportements des différentes formulations indiquent que le domaine élastique ne correspond qu'aux très faibles déformations longitudinale et que le comportement global est non linéaire (figure 79). La non linéarité se traduit par l'apparition de l'endommagement qui progresse dans le temps au cours de l'essai de traction.

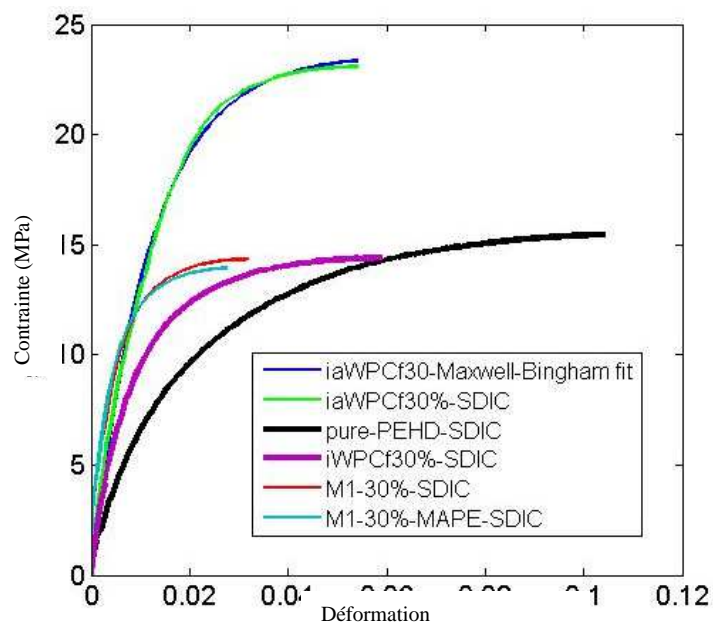


Figure 79. Courbes de comportement Contrainte/Déformation longitudinale [PEHD, iWPCf30, iaWPCF30, 3Cgm20-30% (M1-30) et M1-30+MAPE (M5-30)]

Les propriétés mécaniques des différentes formulations, déterminées à partir des courbes de traction obtenues par stéréo-corrélation sont données dans le tableau 16. De la même manière que précédemment, le module à l'élasticité (MOE) a été évalué par la tangente à l'origine du modèle de Maxwell-Bingham ajusté par optimisation sur les courbes expérimentales. Tout d'abord, l'observation du tableau 16 nous montre un écart entre la valeur du MOE du PEHD pur et des composites à différentes formulations. Le PEHD pur possède le plus faible MOE (750 MPa) mais présente en contre partie le plus grand allongement à la rupture prouvant ainsi son pouvoir supporter de très grandes déformations. Le MOE augmente en présence du MAPE (iaWPCf30 et M5-30), en opposition aux composites à matrice uniquement de PEHD (iWPCf30 et M1-30). Là encore, une amélioration de la compatibilité à l'interface est amenée par l'utilisation du PE maléisé. Par ailleurs, le traitement par acétylation (greffage de chaînes de carbones) permet la formation de façon covalente de petites molécules induisant une amélioration très importante des propriétés mécaniques du matériau ainsi qu'une bonne adhérence à l'interface par réticulation avec la matrice de PEHD. A titre d'exemple, pour les mêmes proportions de bois, le MOE des composites réticulés (M1-30 et M5-30) est 4 à 5 fois supérieur à celui du PEHD pur et presque de 2 fois supérieur à ceux des composites non réticulés (iWPCf30 et iaWPCf30). En revanche, les allongements et le module à la rupture (MOR) sont bien inférieurs pour les composites réticulés prouvant que ces derniers sont plus cassants.

Tableau 16. Module à l'élasticité (MOE), Module à la rupture (MOR) et l'allongement à la rupture pour 5 formulations du WPC (PEHD, iWPCf30, iaWPCf30, 3Cgm20-30% (M1-30) et M1-30+MAPE (M5-30)). (Les valeurs entre parenthèses représentent l'écart type).

Formulation	Pure- PEHD	iWPCf 30%	iaWPCf 30%	M1 30%	M5- 30%+MAPE
MOE (MPa)	750	1709	1885	3140	3489
	(13)	(26)	(27)	(20)	(22)
MOR (MPa)	---	13,3	23	14,5	13,95
	---	(0,6)	(0,3)	(0,7)	(0,6)
Fracture strain (%)	---	5,9	5,4	3,2	2,7
	---	(0,4)	(0,5)	(0,2)	(0,3)

III. 4. 1. 6. 2. Effet de la longueur de la chaîne de carbone sur les propriétés mécaniques du WPC

On s'intéresse dans cette partie à l'étude de l'effet du greffage du carbone effectuée par acétylation des fibres de bois sur les propriétés mécaniques du WPC, en gardant toujours les mêmes paramètres de la méthode optique au cours de l'essai de traction à température ambiante. Lors du greffage de groupes de carbones, le gain de masse étant constant ($\approx 20\%$), c'est le nombre de greffons qui évolue. Ainsi, plus les chaînes greffées sont longues moins il y aura de greffons (limité expérimentalement). La figure 80 permet d'appréhender l'évolution du MOE en fonction des 6 formulations de WPC pour différents pourcentages de fibres de bois acétylées (10% et 30%). Les résultats observés montrent d'une part que plus le pourcentage de bois est élevé, plus le MOE est fort et d'autre part que la longueur de la chaînes n'influe pas significativement sur les caractéristiques du WPC. A titre d'exemple, pour 10% de fibres acétylés et sans MAPE, le MOE passe de 1165 MPa pour M0 jusqu'à 1205 MPa pour M3. Pour 30% de fibres acétylés (en absence de MAPE), le MOE passe de 2377 MPa (M2) jusqu'à 3246 MPa (M4) et la présence de MAPE confère au composite traité le module le plus fort.

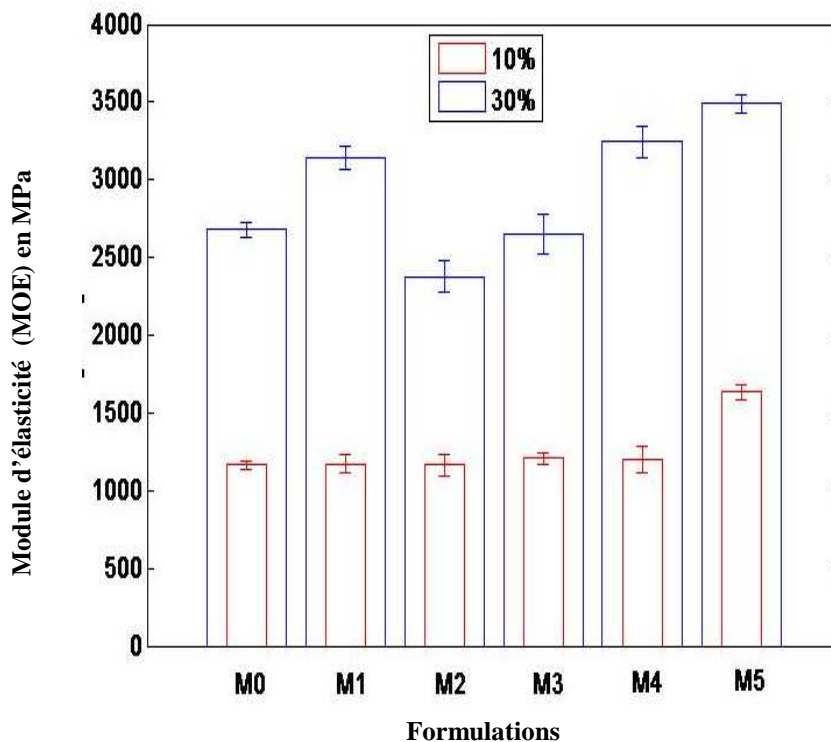


Figure 80. Evolution du module à l'élasticité en fonction des différentes formulations du WPC. Rappel: (M0-2C, M1-3C, M2-4C, M3-10C, M4-18C et M5-3C+MAPE)

Par ailleurs, la figure 81 montre que la contrainte à la rupture des composites traités (sans MAPE) diminue avec la teneur de bois. En outre, plus la longueur de la chaîne carbonée est grande plus le MOR augmente. A titre d'exemple, pour 30% de fibres acétylés (sans MAPE), le MOR passe 14,1 MPa (M0) à 16,6 MPa (M4) et de 15,45 MPa (M0) à 17,1 (M4) pour 10 de bois traités. Ceci explique le caractère cassant des composites acétylés.

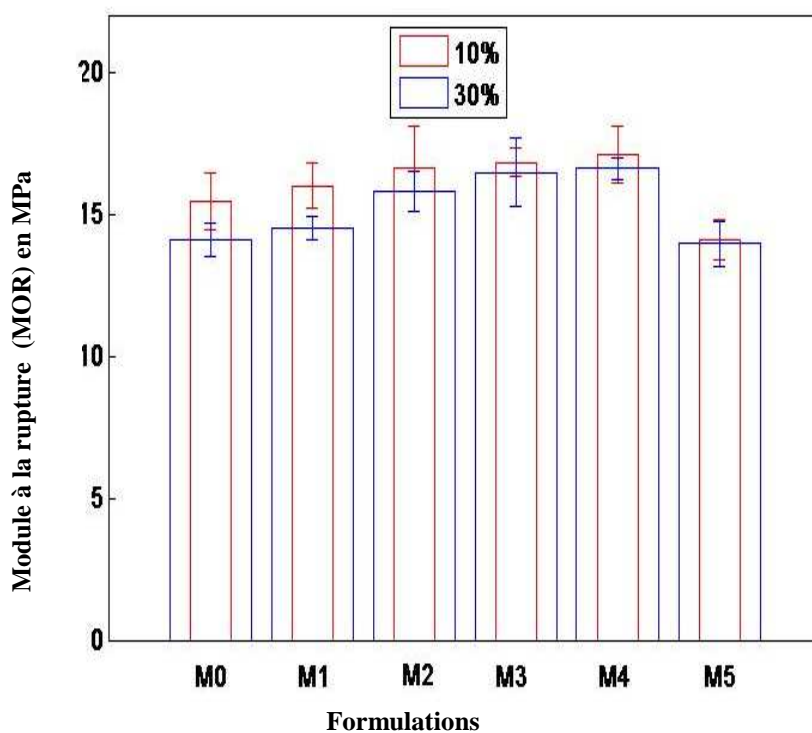


Figure 81. Evolution du module à la rupture en fonction des différentes formulations du WPC. Rappel: (M0-2C, M1-3C, M2-4C, M3-10C, M4-18C et M5-3C+MAPE)

III. 4. 2. Analyse des évolutions du comportement mécanique à partir d'observations microstructurales

L'objectif de cette partie est d'améliorer la compréhension des origines physiques des évolutions des comportements mécaniques (à l'endommagement) décrites dans la première partie de ce chapitre. Nous présentons dans ce qui suit les résultats d'une étude microstructurale, conduite principalement à partir des faciès de rupture.

III. 4. 2. 1. Etude morphologique du WPC

III. 4. 2. 1. 1. Observations microstructurales du WPC

Le MEB est équipé d'un détecteur d'électrons secondaires, d'un détecteur d'électrons rétrodiffusés et nécessitant un vide secondaire dans la chambre d'observation (10⁻⁶ mbar). La mise en œuvre de ces deux modes favorise l'imagerie en mode 12 électrons rétrodiffusés pour l'exploitation d'un contraste chimique et l'imagerie en mode électrons secondaires pour l'exploitation d'un contraste topographique. Nous avons effectué des essais de traction sous MEB (figure 82. a et b) sur des éprouvettes de dimension 30x4x3mm³ pour visualiser et suivre la propagation de la fissure au cours du temps.

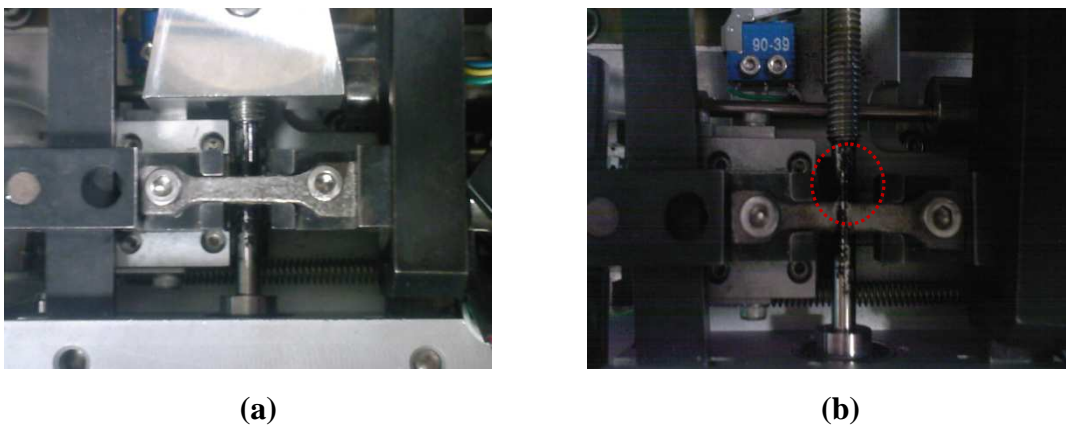


Figure 82. a. Configuration du montage de traction sous MEB, b. Rupture de l'éprouvette à la fin de l'essai de traction sous MEB

La microstructure du composite bois/PEHD à l'état initial (après injection) observée à l'aide d'un microscope électronique à balayage est présentée dans la figure 83.a, on y reconnaît la matrice PEHD (en gris foncé), et les fibres de bois (en gris clair) qui sont nettement visibles, ainsi que des pores

produits au cours du procédé. Lorsque l'éprouvette est sollicitée au cours d'un essai de traction sous microscope électronique à balayage, on peut observer la progression de la macrofissure débutant du bord de l'éprouvette (figure 83. b).

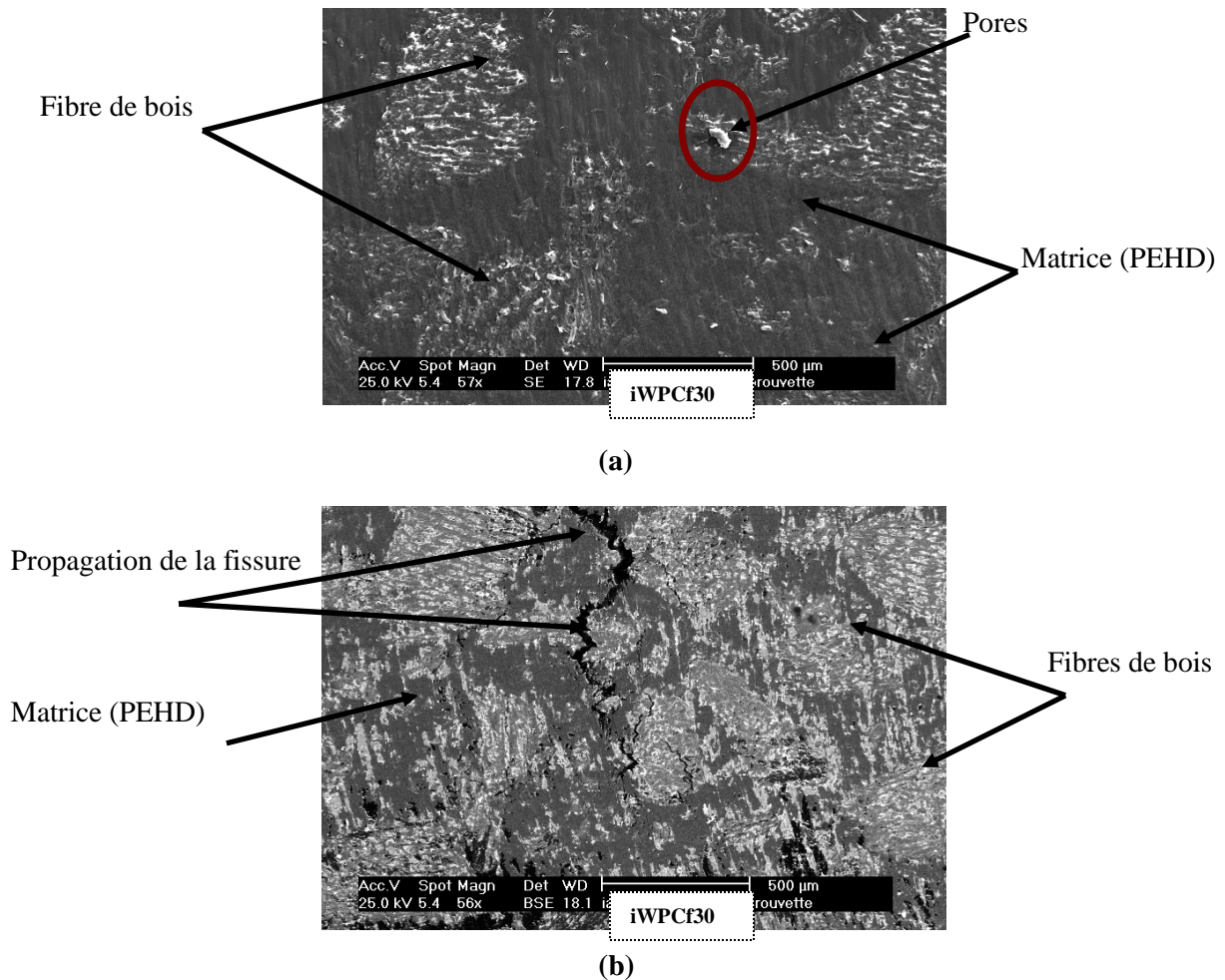


Figure 83. a. Microstructure du iWPCf30 vue au MEB
 b. Microstructure du iWPCf30 au cours d'un essai de traction sous MEB

L'image MEB de la figure 84 représente la microstructure de l'éprouvette sur un faciès de rupture à l'issue d'un essai de traction uni-axial macroscopique à grandissement x131. Après la rupture, on observe ce qui pourrait être des fibrilles de PEHD qui correspondent à des macromolécules étirées qui relient à de fortes déformations des petits blocs cristallins (*Arieby, 2007 (113)*). Les fibrilles sont classiquement observées dans ce genre de composite à base de PEHD et sont orientées aléatoirement dans les trois directions de l'espace et ont une taille moyenne de l'ordre du micron. De plus, cette microstructure laisse apparaître des fibres de bois cassées. La présence de ces fibres de bois rompues indique une rupture dans le bois et non à l'interface bois-matrice. Cette observation confirmerait la

bonne tenue mécanique de l'interface bois-résine selon les observations usuellement rencontrées dans les composites bois-plastiques (*Gardner et al, 1995 (114)*).

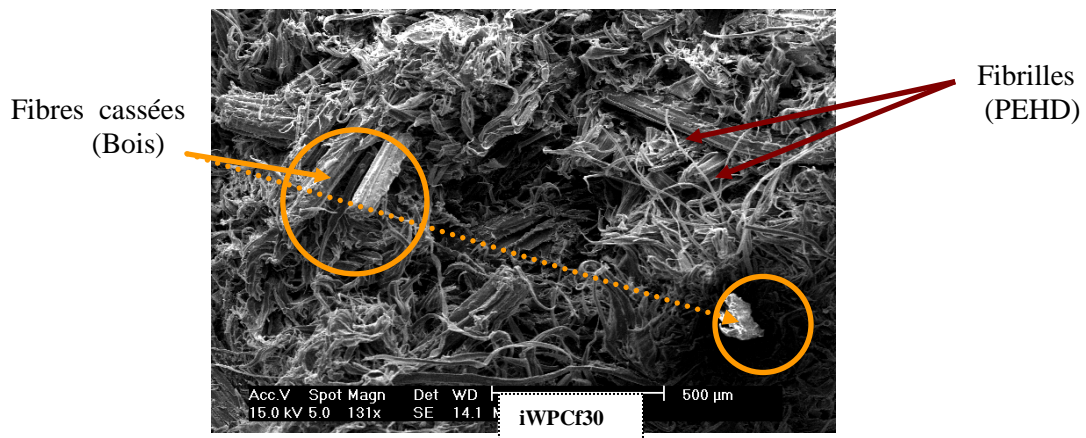


Figure 84. Microstructure de l'iWPCf30 sur un faciès de rupture

4. 2. 1. 2. Etude morphologique de l'endommagement de iWPCf30

Dans le composite (iWPCf30) étudié, on peut noter sur les images de la figure 85 que lors de l'essai de traction, il ya un déchirement du PEHD sur les bords. Ainsi la cause de la rupture pourrait être expliquée de la façon suivante :

- Etirement du PEHD sur le bord de l'éprouvette au cours de l'essai suite à la présence de cristallites imparfaites aux frontières (*Arieby, 2007 (113)*) produisant un affaiblissement du composite que l'on peut relier à l'apparition de fortes déformations longitudinales sur les bords de l'éprouvette au cours de l'étude de l'endommagement par stéréovision.

- A l'issue de cet affaiblissement, le renfort (fibres de bois) intervient pour éviter la propagation de la microfissure et s'oppose à la rupture.

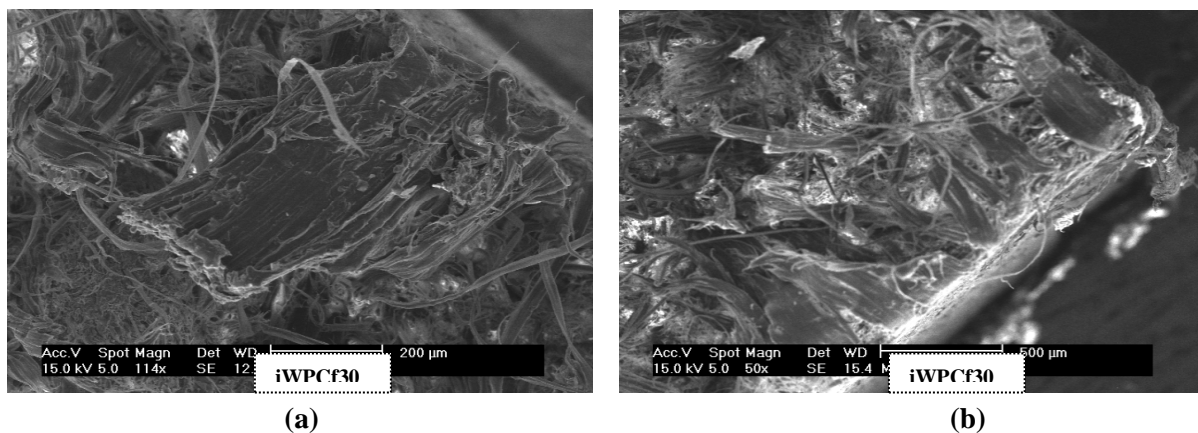
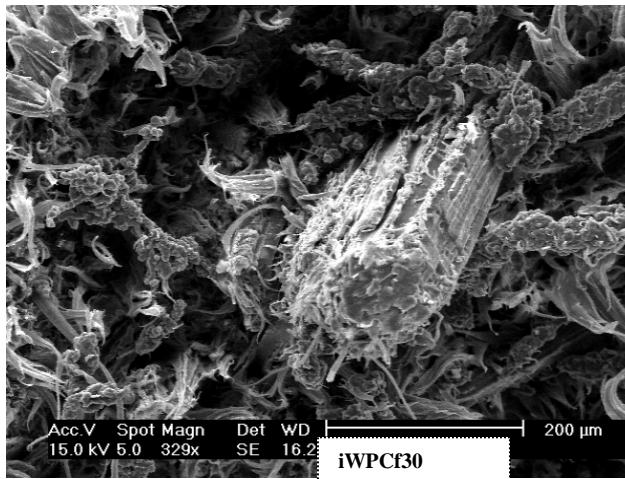


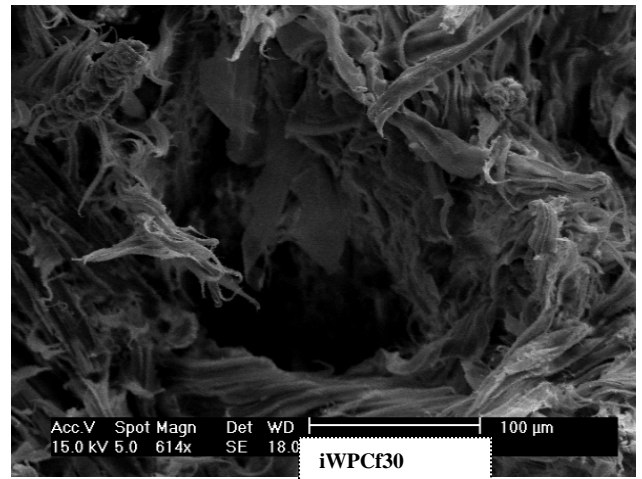
Figure 85. Faciès de rupture (iWPCf30) montrant du PEHD déchiré sur le bord.

(a) 114x , (b) 50x

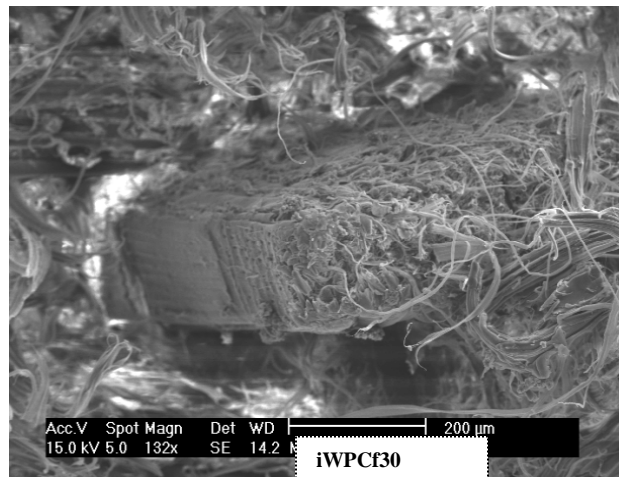
En effet, si la fibre est orientée dans la direction de traction, on observe un déchaussement du renfort (figure 86. a) laissant un trou sur le deuxième faciès de la même éprouvette traduisant la pauvre adhésion à l'interface bois/PEHD (figure 86. b) sinon elle est brisée (figure 86. c). A la fin de l'essai, le PEHD sur les bords finit par se déchirer provoquant alors la rupture complète du composite.



(a)



(b)



(c)

Figure 86. Faciès de rupture (iWPCf30). (a) Fibre de bois déchaussée (329x), (b) cavité (614x), (c) fibre de bois brisée (132x)

L'adhésion entre les fibres et la matrice se produit en surface des fibres. Afin de surmonter cette problématique, nous avons utilisé en premier lieu l'agent de couplage MAPE et en deuxième lieu nous avons traité les fibres de bois par acétylation. Il en résulte une amélioration des propriétés

mécaniques du WPC comme nous l'avons vu précédemment. Dans la section suivante, l'interface fibre de bois/PEHD et l'effet du traitement sont caractérisés aussi par des observations MEB.

III. 4. 2. 1. 3. Observations microstructurales à l'interface bois/PEHD

- Effet du traitement au MAPE

En présence de MAPE, on observe à l'interface bois/PEHD sur un faciès de rupture (iaWPCf30) une fibre de bois enrobée de PEHD (figure 87). Avec le MAPE, le composite se comporte comme si il n'y avait qu'un seul constituant, par adsorption probable des chaînes du MAPE sur les fibres de bois (permettant ensuite aux macromolécules du PEHD de s'enchevêtrer avec celles du MAPE) démontrant ainsi l'efficacité de la « copolymérisation » de la fibre de bois avec le PEHD. L'effet du MAPE est donc indéniable, le composite est plus résistant à la microfissuration (MOE nettement plus élevé)

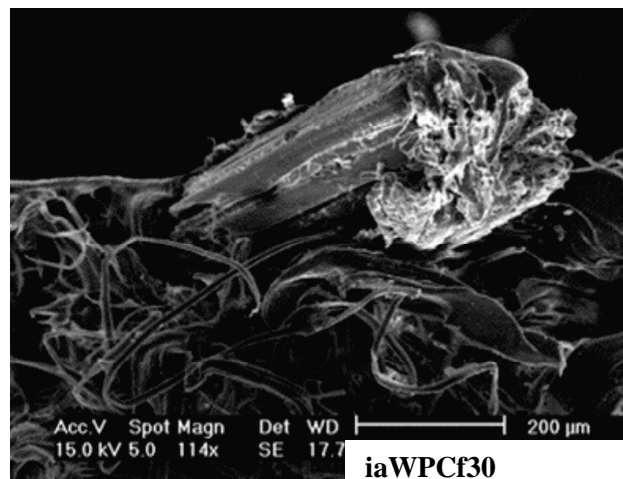


Figure 87. Faciès de rupture (iaWPCf30). Fibre de bois enrobée de PEHD (114x)

- Effet du greffage de carbone par acétylation des fibres de bois

La figure 88 présente des images MEB avec différents grossissements de la surface d'une fibre de bois trouvée sur un faciès de rupture d'un composite 3Cgm20 (M1, c'est-à-dire bois-O-CO-CH₂-CH₃), lors d'un essai de traction uni-axial et à température ambiante. La surface de la fibre de bois révèle cette fois un détail morphologique qui indique la pénétration du PEHD dans les pores du bois augmentant ainsi la surface de contact à l'interface (figure 88). Plus le greffon sera long, plus la pénétration sera meilleure dans la matrice et plus il y aura d'interactions de Van der Waals entre le greffon et le PEHD (enchevêtrement).

Les contraintes étant mieux réparties au niveau des fibres de bois, les propriétés mécaniques du composite sont améliorées, sans toutefois atteindre celles obtenues avec un traitement avec l'agent de couplage MAPE.

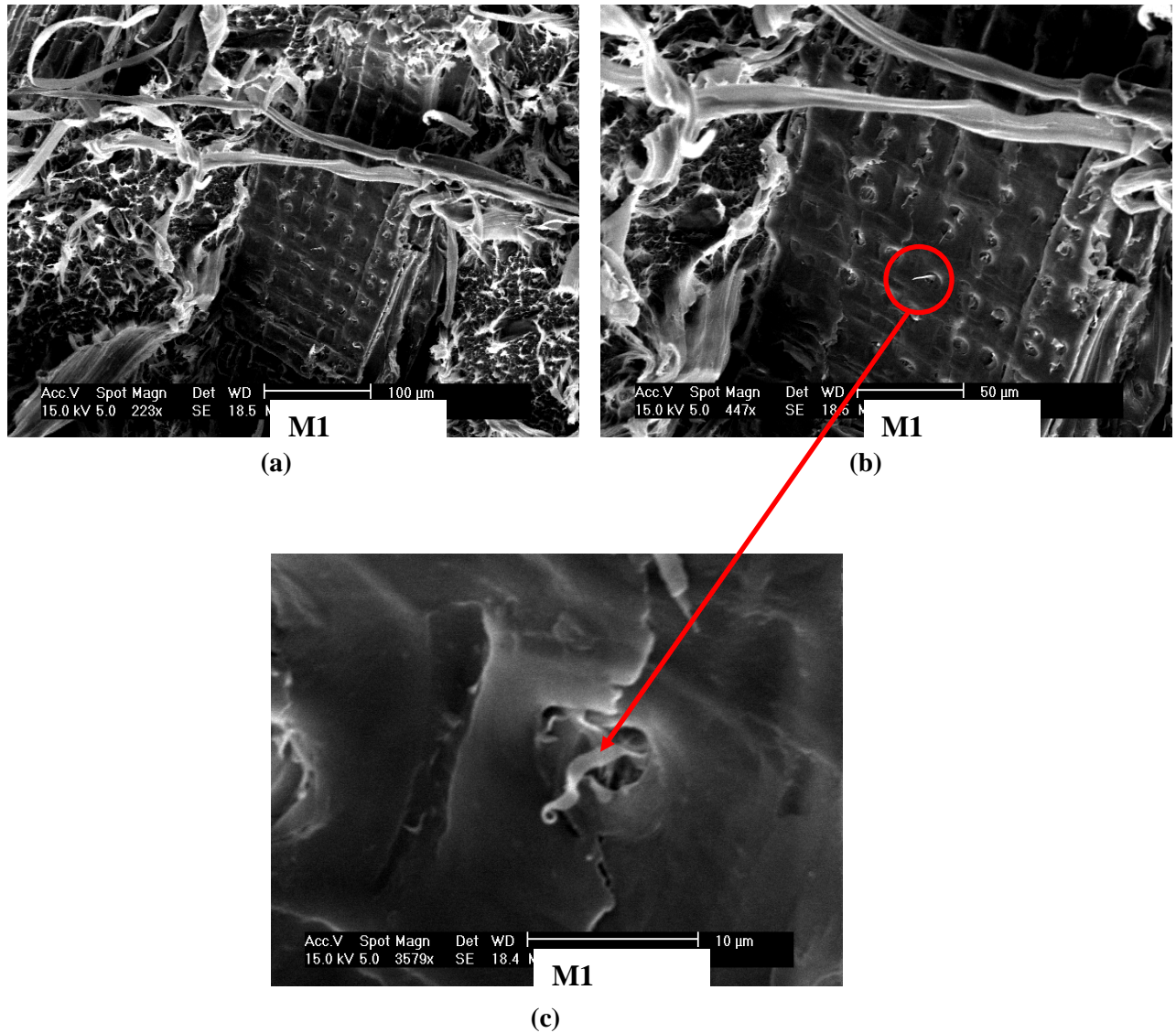


Figure 88. Faciès de rupture (3Cgm20) montrant la pénétration du PEHD dans la fibre de bois. (a) 223x, (b) 447x, (c) 3579x.

Par ailleurs, sur le bord du même faciès de rupture du 3Cgm20 on observe d'une part une fibre déchaussée (figure 89. b) et d'autre part sur le faciès de rupture complémentaire de la même éprouvette on observe l'empreinte d'une autre fibre de bois sur la matrice du PEHD (figure 89. a). Ces observations montrent bien qu'il y a un manque de greffon pour assurer une liaison correcte dans cette zone c'est-à-dire sur les bords. Cependant, un nombre important de liaisons comme celles observées ici avec le 3Cgm20 empêche quand même un glissement au sein de l'éprouvette entre les fibres

lignocellulosiques et la matrice de PEHD, ce qui donne un composite plus rigide mais moins ductile. Ceci est confirmé par le fait que les WPC acétylés à 30% se rompent plus vite que ceux non acétylés.

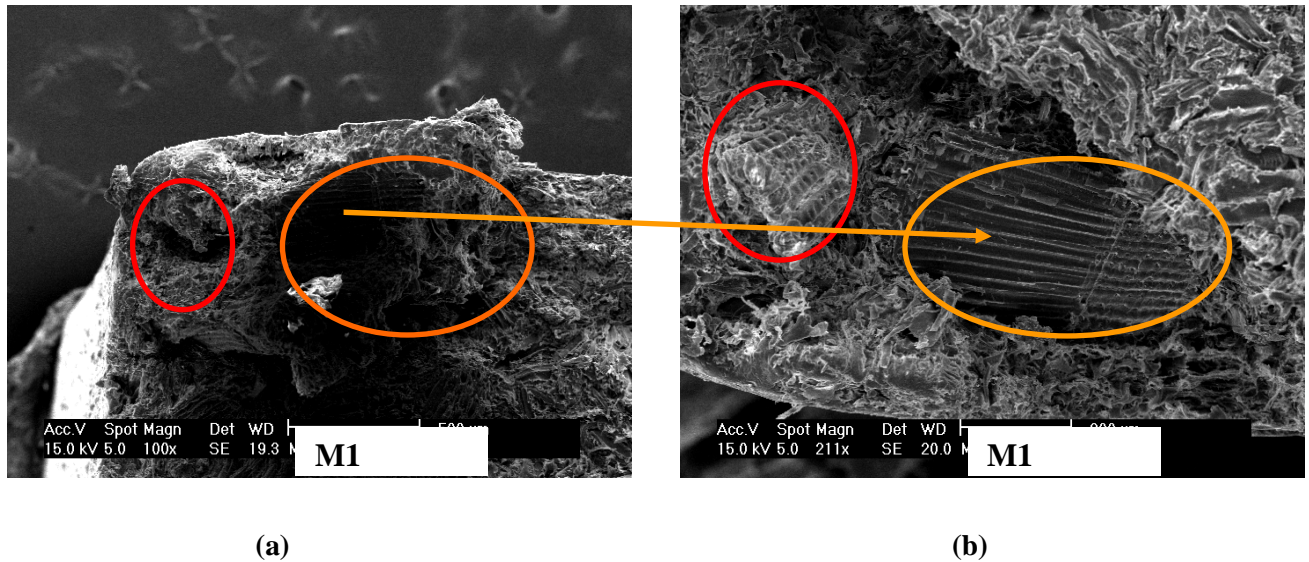


Figure 89. Faciès de rupture (3Cgm20). (a) Faciès de rupture 1 (100x), (b) Faciès de rupture 2 (211x).

III. 4. 3. Comportement en flexion 4 points du WPC

III. 4. 3. 1. Détermination de champs de déformations avec la méthode de stéréo-corrélation lors d'un essai de flexion sur le WPC à température ambiante

Dans le cas d'un essai classique de flexion 4 points, les données qui sont mesurées sont la force et la flèche. La stéréo-corrélation peut également être utilisée lors d'un essai de flexion 4 points. Ce type d'essai a été appliqué aux WPC avec différentes proportions de bois (10% et 30%). Dans un premier temps, la déformation moyenne maximale en traction (ϵ_{xx}) est évaluée sur une ligne tout en bas de la face latérale de l'éprouvette. La région d'étude où la corrélation est effectuée est une zone d'une largeur correspondante à l'écart entre les deux rouleaux supérieurs (26 mm) et d'une hauteur de 4 mm (figure 90). Nous faisons l'hypothèse que la valeur de la déformation maximale moyenne sur cette ligne est égale à la déformation moyenne sur la face inférieure (la face en traction).

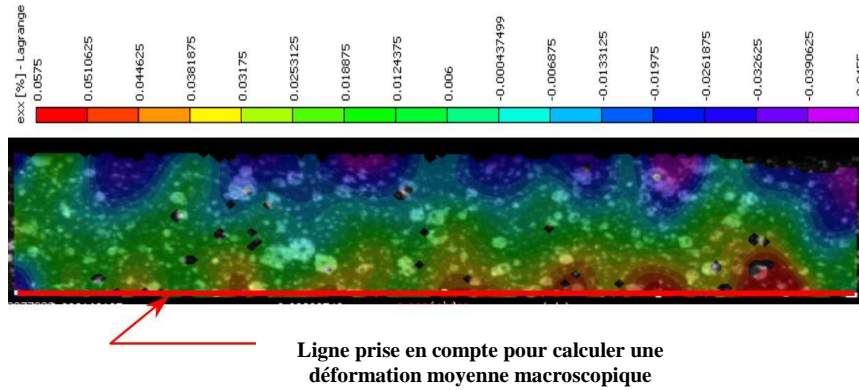


Figure 90. Description de la zone sur laquelle la déformation longitudinale maximale moyenne a été calculée à partir des déformations locales déterminées par stéréo-corrélation lors d'un essai de flexion sur un iWPCf10.

A partir des formules de la théorie des poutres en considérant l'hypothèse que le matériau soit élastique, on peut calculer la déformation en traction à partir de l'effort mesuré avec la relation suivante :

$$\varepsilon = \frac{3P(L-l)}{2bh^2 E} \quad (4)$$

avec P la force, b et h respectivement la largeur et l'épaisseur de l'éprouvette, L et l les distance entre les rouleaux supérieurs et inférieurs, et E le module à d'élasticité déterminé par exemple en traction (ici 980 MPa).

Les évolutions des valeurs théoriques de la déformation sur la face inférieure obtenues à partir de l'effort suivant l'équation (4) pour une formulation iWPCf10 sont comparées sur la figure 91, avec celles mesurées par la méthode de stéréo-corrélation. Au début de l'essai, nous observons une équivalence de l'évolution des déformations pour des niveaux très faibles qui ne dépassent pas 0,5% de déformation. Ensuite, l'écart entre les courbes devient important puisque la déformation mesurée par stéréo-corrélation augmente fortement par rapport à la déformation calculée à partir de la relation (4). Cette dernière n'a en effet plus de sens car les hypothèses de la théorie d'élasticité ne sont plus valables. La divergence des deux courbes traduit donc la non linéarité du comportement et permet d'indiquer le seuil d'apparition de l'endommagement.

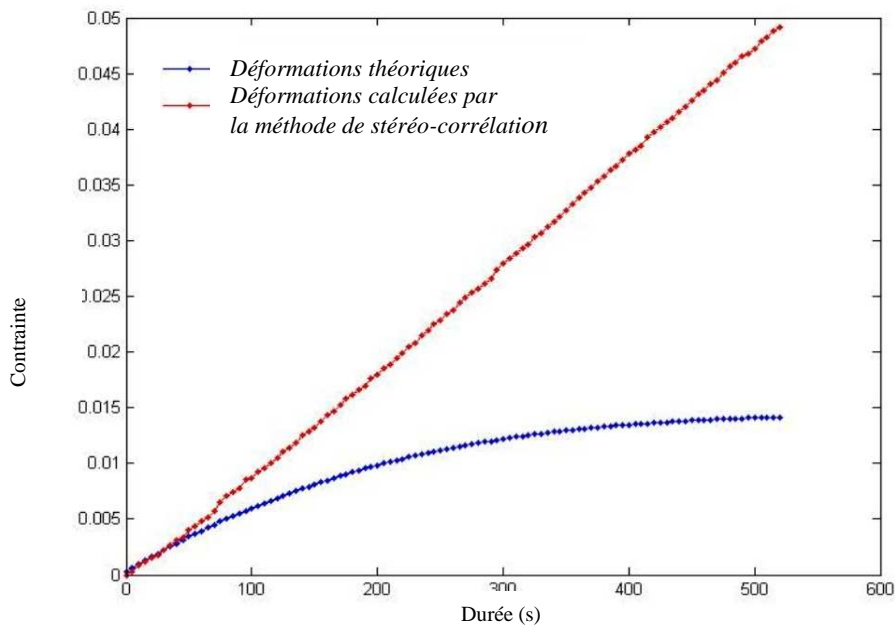


Figure 91. Comparaison de l'évolution de la déformation théorique avec la déformation déterminée par stéréo-corrélation (strain) sur la zone de traction de la face latérale lors d'un essai de flexion 4 points sur iWPCf10 en fonction du temps (time)

Dans un deuxième temps, nous effectuons une seconde analyse à l'échelle des déformations. La figure 92 présente les champs de déformations ϵ_{xx} mesurées par stéréo-corrélation dans la même zone que celle considérée précédemment.

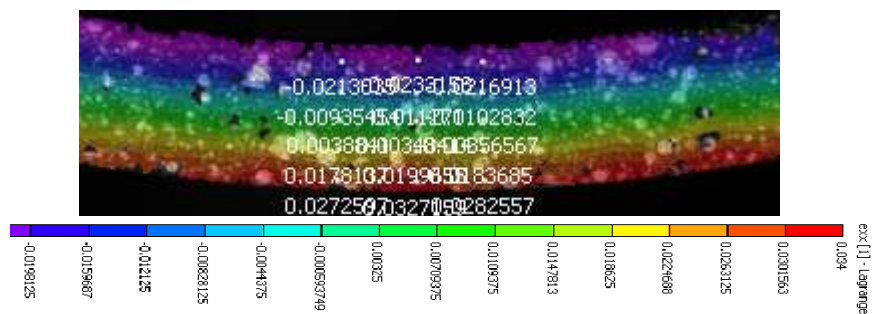


Figure 92. Champs de déformation longitudinale par 3D-DIC entre les rouleaux supérieurs en flexion 4 points (t=340s)

La distribution des déformations sur la face latérale dans l'épaisseur (mesurées par stéréo-corrélation) sont données par une construction graphique qui relie les 5 points de mesure (en $y = -2, -1, 0, 1$ et 2 mm) pour plusieurs instants (figure 93). Quelque soit le temps t , les lignes de distributions obtenues par stéréo-corrélation pour $t \in [20s, 365s]$ se croisent globalement en un même point. Le point d'intersection est proche de la fibre neutre théorique. La figure 93, montre aussi que plus la déformation augmente et plus les lignes ne se décalent de telle sorte qu'elles ne se croisent plus réellement au même point, ce point se décalant vers la droite. Ce phénomène traduit une dissymétrie entre les modules (ou du moins la rigidité) en traction et en compression. Sachant cela, il n'est en théorie plus possible d'utiliser la théorie des poutres élastiques classique en flexion (cf. l'équation (4)) qui considère bien évidemment un seul module. Cependant, dans ce qui suit nous avons considéré que l'équation (4) était toujours valable, les modules trouvés n'étant pas exactement les bons. En effet il nous est paru difficile de trouver les modules en réécrivant l'équilibre de la poutre en flexion pure avec un module de traction différent d'un module de flexion, car cela nécessite la connaissance exacte de la position de la fibre neutre dans l'épaisseur de la poutre. Cette donnée est trop entachée d'erreur de mesure pour estimer correctement les modules. Notons enfin que ce calcul devient très délicat dès que la poutre n'est plus élastique ce qui arrive très rapidement (pour une déformation $>$ à 0.3 à 0.5 %).

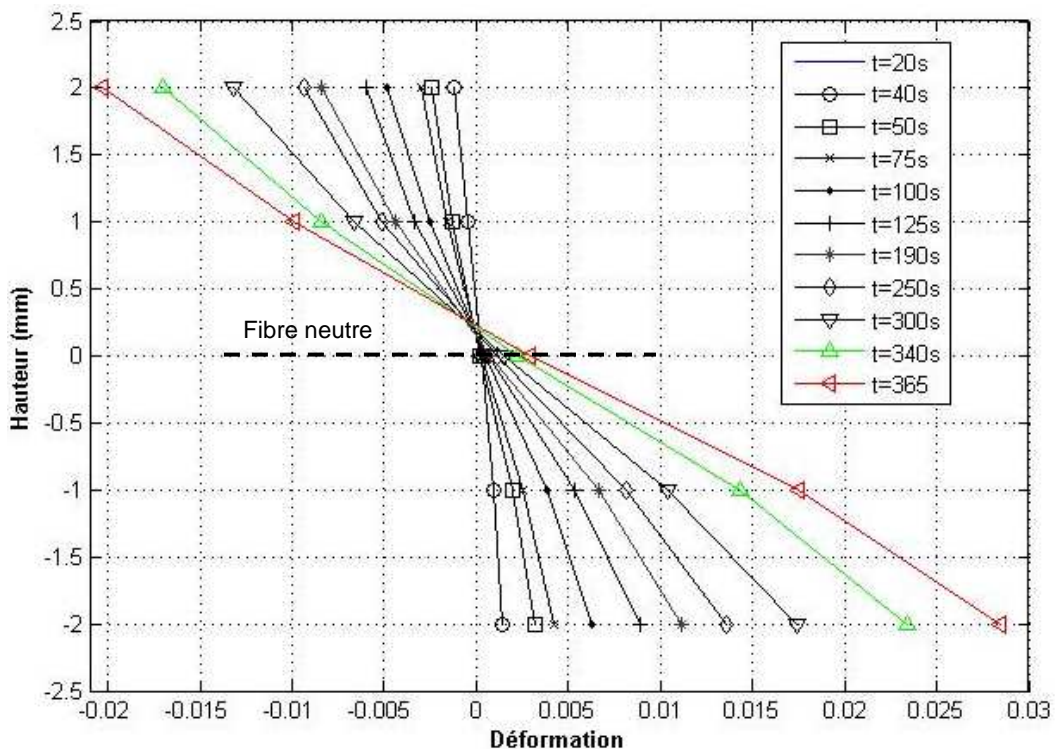


Figure 93. Flexion 4 points. Déformations ϵ_{xx} dans l'épaisseur mesurées par stéréo-corrélation d'image numérique.

Dans ce qui suit, les propriétés qui sont donc ajustées à partir des courbes expérimentales sont les modules d'élasticité (sens longitudinal) en traction et en compression, valeurs qu'il faut considérer avec précautions. Nous analyserons en premier lieu les phénomènes locaux d'endommagement et de fissuration.

III. 4. 3. 2. Analyse de la capacité du WPC à se multi-fissurer

L'analyse de la fissuration par la méthode de stéréo-corrélation donne des informations précieuses qui alimentent notre étude. Les essais de flexion 4 points ont servi de support aux observations par la méthode de stéréo-corrélation d'image. La figure 94 permet de visualiser le champ de déformation longitudinale en fonction de l'effort lors de l'essai sur une éprouvette de iWPCf10. La zone observée se situe entre les deux appuis supérieurs. On peut constater que pour les trois premiers champs de déformation (figure 94. a. b. c) plusieurs sites de localisation distant d'un pas assez régulier sont visibles. Ils apparaissent avec des déformations positives pour des niveaux d'effort peu élevés variant de 3 jusqu'à 10 N (σ variant de 1 à 3,5MPa) dans la partie inférieure de la face latérale en traction. Dans la partie supérieure en compression (déformations négatives) on observe une déformation homogène. Cela dit à ces niveaux faibles de déformation, il faut être prudents car le bruit de mesure se manifeste aussi de cette façon. Il apparaît que l'endommagement favorise l'apparition de plusieurs sites de fissuration. La stéréo-corrélation montre quand même que l'endommagement s'initie plutôt sur la face sollicitée en traction car cela correspond physiquement à une multi-fissuration et donc à des sites de localisation de la déformation.

En effet, les fibres de bois subissent une contrainte de traction, ce qui favorise la désorption des chaînes macromoléculaire de PEHD / limite l'accrochage physique. Sur la face en compression, les fibres de bois sont d'autant plus « tenues mécaniquement » que la contrainte de compression est importante, ce qui est finalement une hypothèse raisonnable. Ce mode d'endommagement dit de multi-fissuration apparaît bien avant le pic de charge et explique que la déformation globale mesurée précédemment diverge de la déformation calculée pour un matériau élastique non endommagé. Par conséquent, on peut avancer l'hypothèse de faibles perturbations pour ajuster le module à l'élasticité sur une partie quasi-linéaire.

D'autre part, nous observons qu'à partir d'un effort 11N ($\sigma = 3,5\text{MPa}$) (figure 94.d) et jusqu'au pic de la force 39,5N ($\sigma = 12,6\text{MPa}$) (figure 94. e) le champ de déformation semble toujours discontinu sur la face sollicitée en traction tandis que sur la face sollicitée en compression le champ reste toujours plus homogène.

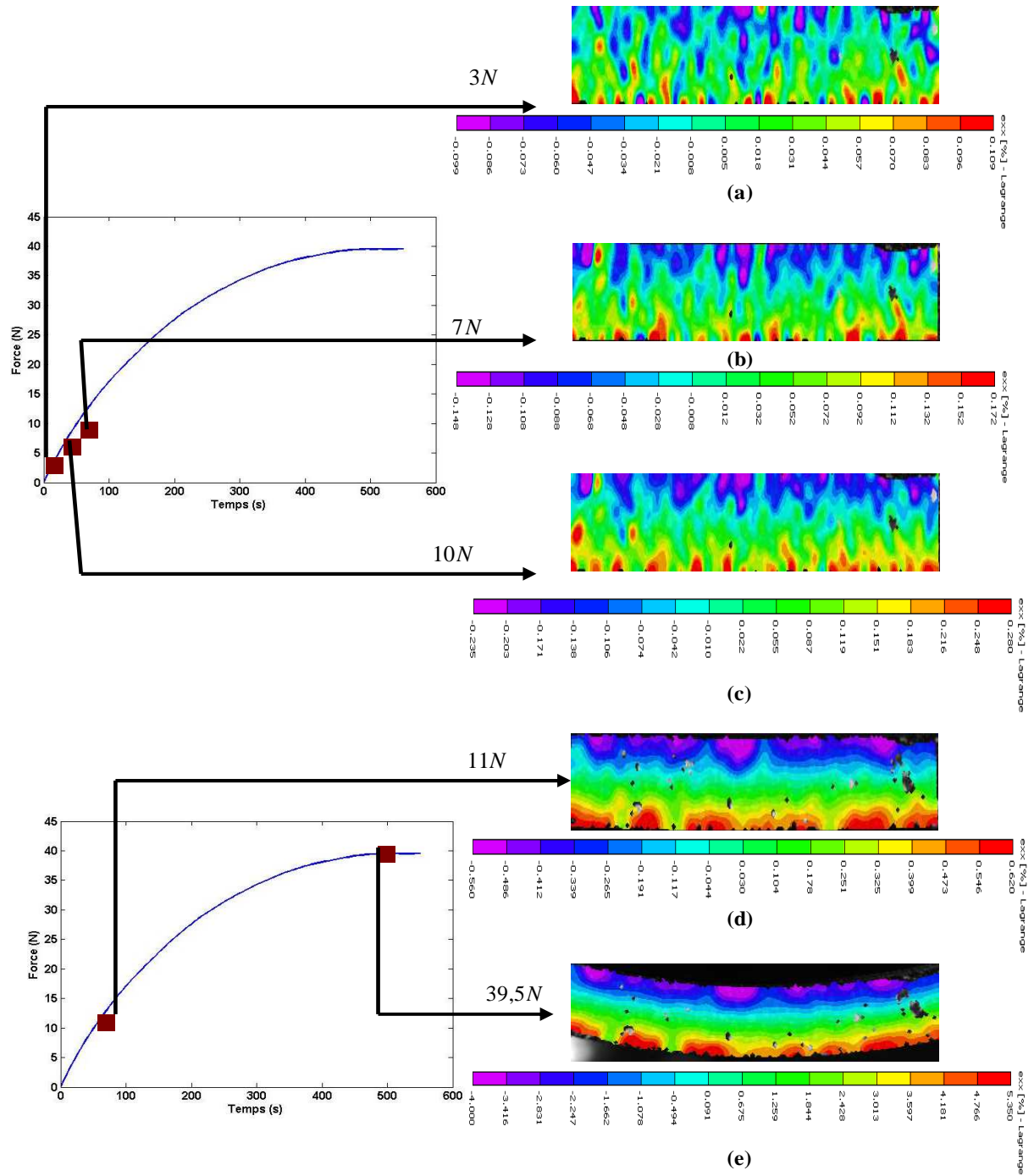


Figure 94. Confrontation des champs de déformations locaux mesurés par stéréo-corrélation en flexion 4 points sur iWPCf10 avec le niveau d'effort correspondant

III. 4. 3. 3. Propriétés mécaniques en flexion 4 points du WPC

La méthode de stéréo-corrélation peut permettre d'évaluer le module d'élasticité du WPC en traction uniaxiale en calculant une moyenne macroscopique de la déformation longitudinale sur toute la zone d'intérêt considérée. La stéréo-corrélation d'images peut également être utilisée pour évaluer le MOE en traction et en compression au cours d'un essai de flexion 4 points. Les figures 95. a et 95. b donnent les courbes de comportement (contrainte nominale / déformation) de l'essai de flexion pour différentes formulations avec et sans MAPE (iWPCf10, iaWPCf10, iWPCf30 et iaWPCf30). Les courbes de gauche présentent la réponse donnée par la jauge optique de traction (moyenne sur ligne inférieure 'L+') alors que celles de droite présentent celle de la jauge optique de compression (moyenne sur la ligne supérieure 'L-', dessinée en valeurs positives). Les courbes de comportement en traction et en compression montrent un comportement bien entendu non linéaire (figure 95).

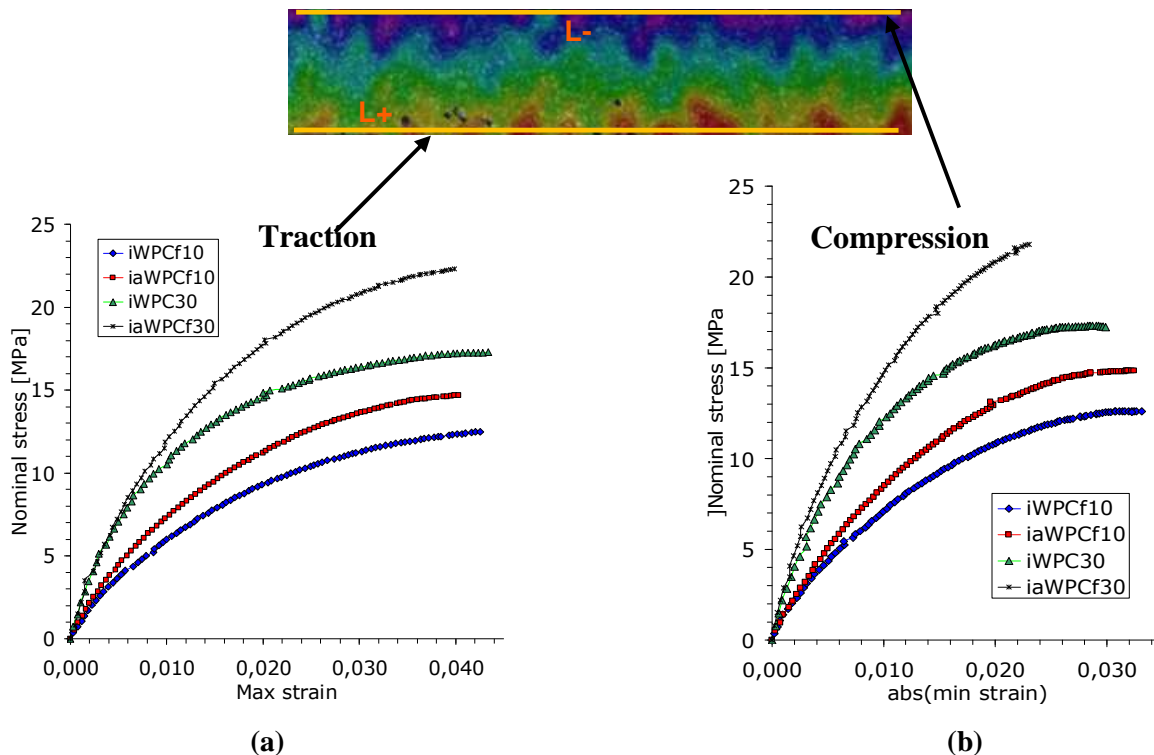


Figure 95. Courbes de comportements en flexion 4 points contrainte/déformation (stress/strain) pour différentes formulations (iWPCf10, iWPCf30, iaWPCf10 et iaWPCf30).

a. Réponses de la jauge optique en traction. b. Réponses de la jauge optique en compression

A partir de ces courbes, nous nous sommes intéressés à la détermination des caractéristiques mécaniques du WPC (voir Tableau 17) en notant bien que nous sortons des hypothèses de l'élasticité en flexion. Les valeurs sont donc à prendre avec prudence. Pour chaque formulation nous donnons les valeurs des MOE estimées en flexion 4 points (traction et compression) ainsi qu'en traction uniaxiale ainsi que leur rapport. Le MOE est toujours évalué par la tangente à l'origine d'un modèle de

Maxwell-Bingham $\sigma = a(1 - \exp(-b\varepsilon))$ ajusté par optimisation sur les courbes expérimentales sur un domaine qui va du début de l'essai jusqu' à des niveaux de contrainte raisonnable (20- 40% de la contrainte maximale). En tout état de cause le MOE est mesuré dans la plage où le modèle de Maxwell-Bingham approxime bien la courbe expérimentale. Les résultats répertoriés dans le tableau 17 montrent une légère différence entre les valeurs des modules issues de la mesure optique en traction et celles obtenues en flexion 4 points puisque les écarts sont au pire de 10%. Pour un tel composite, la méthode optique peut permettre de déterminer le module d'élasticité sur une partie quasi-linéaire de la courbe de comportement. Ainsi l'observation des résultats du tableau 17 montre que le module d'élasticité en compression est toujours supérieur au module d'élasticité en traction pour les différentes formulations étudiées. Le rapport des modules de compression sur traction varie de 1,14 à 1,37. De tels résultats sont attendus et s'expliquent par le fait que la sollicitation de traction a tendance à ouvrir facilement les fissures tandis que celle de compression commence par les refermer engendrant une plus grande rigidité au composite.

Tableau 17. Comparaison des valeurs des MOE évaluées par stéréo-corrélation en traction avec celles en flexion 4 points. (Les valeurs entre parenthèses représentent l'écart type).

	Module à l'élasticité évalué par stéréo-corrélation lors des essais de traction	Module à l'élasticité évalué par stéréo-corrélation en flexion 4 points		MOE(compression)/MOE(traction)
		Traction	Compression	
iWPCf10 MOE (MPa)	980 (14)	910 (25)	1230 (100)	1,35
iaWPCf10 MOE (MPa)	1137 (26)	1105 (17)	1480 (90)	1,34
iWPCf30 MOE (MPa)	1709 (100)	1686 (70)	1926 (25)	1,14
iaWPCf30 MOE (MPa)	1885 (27)	1795 (27)	2470 (14)	1,37

Par ailleurs, on constate, comme en traction pure, que le module des différentes formulations (avec et sans MAPE) augmente en traction et en compression au cours d'un essai de flexion 4 points quand le taux du renfort augmente. En présence de l'agent de compatibilité MAPE, un effet synergique est observé : Le module en traction et en compression augmente légèrement pour des concentrations de 10% et 30% de fibre de bois.

III. 4. 3. 4. Etude de l'hétérogénéité et de l'endommagement en flexion 4 points par stéréocorrélation

Afin d'enrichir la caractérisation des propriétés mécaniques, nous avons étudié dans cette partie le degré d'hétérogénéité ainsi que l'endommagement pour les formulations iWPCf10 et iaWPCf30 en flexion 4 points. Les figures 96. a et 96. b présentent l'évolution de la valeur moyenne et de l'écart type spatial de la déformation en traction et en compression au cours du temps, sur les lignes L+ et L- respectivement, comme présenté dans la figure 95. Comme attendu, les niveaux de déformation en traction pour un temps donné sont plus importants qu'en compression. Sur la figure 96.a, la valeur de l'écart type spatial sur la déformation longitudinale pour 10% de fibre de bois est relativement importante : environ 5% de la valeur moyenne de la déformation en traction. Pour 30% de fibre (figure 96.b), la valeur de l'écart type devient importante (environ 20% en traction). A l'issue de ces résultats, nous pouvons conclure que le degré d'hétérogénéité est proportionnel au pourcentage de bois du composite et que l'endommagement est d'autant plus important que le pourcentage de bois est important.

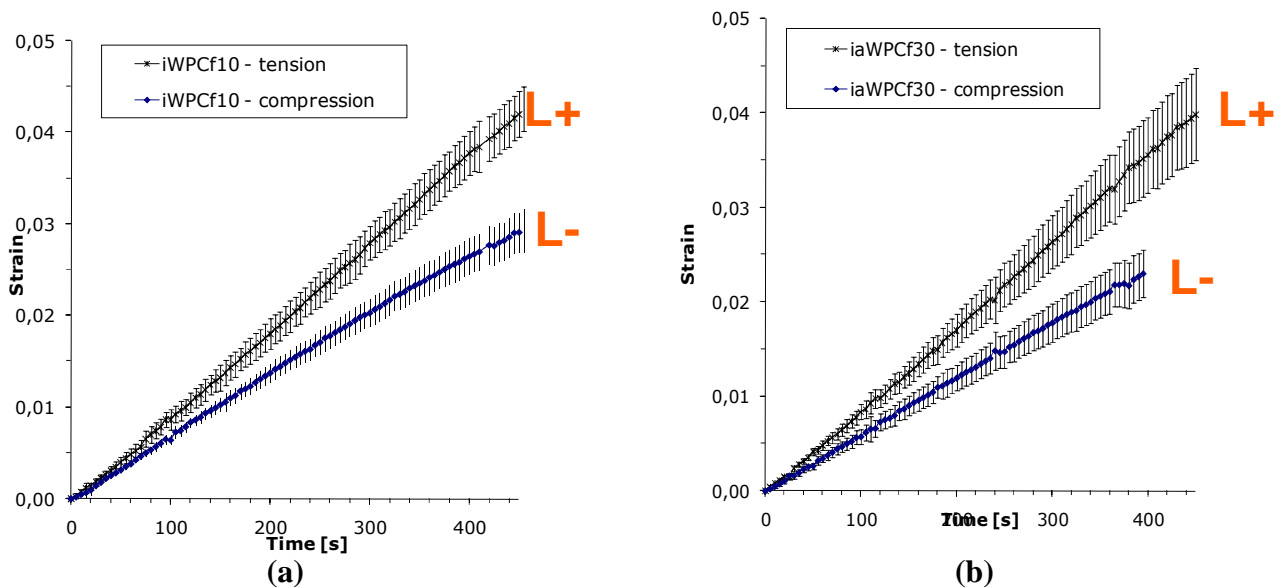


Figure 96. Evolution de la valeur moyenne et de l'écart type spatial de la déformation (strain) en flexion 4 points (traction et compression) au cours du temps (time).
a. iWPCf10 et b.iaWPCf30

III. 5. Synthèse du chapitre

Ce chapitre détaille l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus par la méthode de mesure des champs par stéréo-corrélation d'images, pour toutes les formulations de composites fibres de bois (Pin maritime)/PEHD, lors d'essais de traction et de flexion 4-points. Au début du chapitre, nous avons examiné les hypothèses de staticité afin de caractériser le comportement du WPC en traction uniaxiale. Il a été montré que ces hypothèses sont presque valables sur tout le domaine de déformation considéré (environ 10% de déformation longitudinale). Nous avons ensuite justifié la partie de la courbe de comportement qui sera utile pour déterminer le module à l'élasticité (MOE). Le MOE est évalué par la tangente à l'origine d'un modèle de Maxwell-Bingham ajusté par optimisation sur les courbes expérimentales. Nous avons aussi montré que sur les composites bois/plastique, les mesures par corrélation d'images donnent des résultats très proches en moyenne des mesures par extensomètres mécaniques mêmes pour de très faibles déformations de l'ordre de (10^{-4} %). De plus, la corrélation d'images permet de faire des observations locales et de mieux comprendre le comportement mécanique du WPC. L'utilisation de la stéréo-corrélation a montré qu'il est difficile de réaliser une éprouvette de traction plane. Il apparaît en effet difficile de réaliser une structure plane à cause des gradients thermiques liés au moule et au procédé d'injection. D'autre part, la mesure de champs par stéréo-corrélation d'image nous permet d'observer le niveau de déformation en cisaillement local en traction pure, celui-ci étant très probablement lié aux endommagement localisés qui provoquent à terme la rupture de certaines éprouvettes.

La méthode optique nous a permis de mieux comprendre le comportement mécanique à l'endommagement en traction et en flexion 4 points de ces composites. De plus, ces mesures de champ permettent d'observer la répartition spatiale des déformations et montrer l'hétérogénéité de la déformation lors des essais de traction et de flexion. Cette hétérogénéité, calculée par l'écart type spatial de la déformation, a été caractérisée pour plusieurs formulations de WPC différentes, nous avons ainsi montré que le degré d'hétérogénéité croît avec l'augmentation du pourcentage de bois injecté de manière non linéaire. Bien évidemment, la méthode de stéréo-corrélation peut permettre d'évaluer le module d'élasticité du WPC en traction uniaxiale en calculant une moyenne macroscopique de la déformation longitudinale sur toute la zone d'intérêt considérée. Nous avons aussi fait apparaître les différents domaines de comportement des WPC (en soumettant le composite à une sollicitation cyclique) : limite élastique du WPC, transition entre le domaine linéaire et le domaine non linéaire, viscoplasticité puisqu'il y a déformation permanente qui dépend du temps.

Lors des essais de flexion 4 points, la stéréo-corrélation d'images peut également être utilisée pour évaluer le MOE en traction et en compression. Il a été montré pour les différentes formulations (0%, 10% et 30%, avec et sans MAPE), que d'une part le module augmente en traction et en compression (au cours d'un essai de flexion 4 points) ainsi qu'en traction pure quand le taux du renfort augmente. D'autre part, le degré d'hétérogénéité, qui est une manière de caractériser

l'endommagement, augmente avec le pourcentage de bois du composite de manière non linéaire : il est d'autant plus important que le pourcentage l'est aussi. Par contre, il semble se manifester plus en traction qu'en compression au cours d'un essai de flexion 4 points car la traction favorise l'ouverture par la création des microfissures interfaciales alors que la compression s'y oppose.

Enfin, afin de palier au manque d'adhésion à l'interface entre les fibres lignocellulosiques fortement polaires avec leurs groupements -OH et le PEHD apolaire, des modifications chimiques peuvent se faire au niveau de la fibre de bois en utilisant par exemple de l'anhydride maléique de polyéthylène (MAPE). Cette première approche qui consiste au greffage par copolymérisation est une approche efficace, mais complexe. De ce fait, nous avons procédé à une seconde approche pour stabiliser ces matériaux. Elle réside dans le traitement chimique des fibres de bois au travers de la technique d'acétylation (greffage de chaîne de carbone). Cette dernière permet la formation de liaisons covalentes et de Van Der Waals à l'interface. L'étude du comportement et des observations microstructurales grâce au microscope électronique à balayage a montré d'une part que l'agent de couplage MAPE et le greffage de chaînes de carbone améliorent les propriétés mécaniques des WPC et d'autre part que la longueur de la chaîne de carbone greffée n'influe pas significativement sur les caractéristiques mécaniques du WPC.

Conclusion générale et perspectives

L'objectif de cette thèse était d'étudier le comportement, sous diverses sollicitations mécaniques, d'un composite bois (pin maritime)/plastique (polyéthylène à haute densité (PEHD)) [WPC] à l'aide d'une méthode de mesure de champs cinématique. En effet, les techniques de mesure de champs sans contact sont parfaitement adaptées pour ce type de matériau hétérogène qui présente un comportement non linéaire avec de l'endommagement localisé. Nous avons utilisé dans ce travail la technique de stéréo-corrélation d'images numériques, couplant la stéréovision et l'appariement de points par corrélation d'images numériques. Cette méthode permet de mesurer le champ de déplacements / déformations sur une éprouvette de forme quelconque.

Nous avons entamé notre étude par une évaluation des performances métrologiques à partir des mesures de déformations apparentes obtenues lors de déplacements de type corps rigide d'une éprouvette de WPC non déformée. D'après la littérature, l'appariement par corrélation conduit à une résolution de l'ordre de 1/100 pixels avec une résolution de la reconstruction 3D utilisant la stéréo-corrélation estimée à 1/50 pixels. Afin de justifier la valeur de certains paramètres à choisir pour la corrélation d'images, nous avons étudié l'influence de la taille du filtre (taille de la zone considérée pour calculer la déformation à partir du champ de déplacement = taille de la « jauge optique ») sur un essai de type « zéro déformation » (translation de solide rigide de l'éprouvette) pour 5 configurations par rapport à une position de référence. Il a été montré que la moyenne (erreur systématique) est quasiment indépendante de la taille de filtre et que l'écart type (erreur aléatoire) décroît d'une manière exponentielle lorsque la taille du filtre augmente, par effet de moyenne spatiale des déformations. Nous avons montré aussi qu'une augmentation de la taille de la fenêtre de corrélation diminue l'écart type, la limite étant le compromis erreur / résolution spatiale.

Nous avons examiné les hypothèses de staticité pour caractériser le comportement du WPC au cours d'un essai de traction, Pour satisfaire à ces hypothèses, nous avons vérifié la bonne maîtrise des conditions aux limites (force, déplacement imposé, vitesse de sollicitation uniforme, alignement des axes, etc.).

Nous avons étudié dans un deuxième temps l'évolution de l'erreur et l'erreur relative sur la déformation longitudinale moyenne afin de valider les mesures par stéréo-corrélation au travers des mesures avec extensomètre mécanique. Les résultats trouvés ont montré que les erreurs sont globalement petites devant l'amplitude de la déformation moyenne mesurée tout au long de l'essai. Puis, nous avons étudié l'impact de l'erreur sur la déformation longitudinale entre les deux méthodes citées précédemment sur le module d'élasticité estimé (MOE). Les courbes de traction ont présenté un comportement global non linéaire et le MOE a été évalué par la tangente à l'origine d'un modèle de Maxwell-Bingham $\sigma = a.(1 - \exp(-b\varepsilon))$ ajusté par optimisation sur les courbes expérimentales. Le MOE évalué à partir des deux courbes de comportement a présenté une légère différence qui serait due

au fait que les valeurs expérimentales de la déformation longitudinale données par l'extensomètre mécanique, dépendent de l'emplacement des deux touches de ce dernier sur la surface de l'éprouvette. Ainsi, les mesures par méthode optique sans contact donnent des résultats très proches en moyenne des mesures par extensomètre mécanique et ont permis, comme on le détaillera dans la suite, d'apporter la vision locale correspondante au champ de déformations.

Afin d'étudier l'influence du procédé de fabrication (injection) sur la qualité et les propriétés mécaniques du WPC, nous avons observé les formes 3D reconstruites par stéréo-corrélation pour analyser et mesurer les surfaces des éprouvettes composites. A l'issue de cette étude, il apparaît difficile de réaliser une éprouvette plane par injection, à cause du refroidissement du moule. Lors des essais de traction, des déplacements hors plan sont aussi observés quelque soit la formulation (pourcentages de bois de 0%, 10% et 30%). L'ensemble de ces observations justifie le choix d'utiliser la stéréo-corrélation plutôt que la corrélation bidimensionnelle.

Des essais complémentaires ont été réalisés pour étudier le niveau des déformations de cisaillement en traction uni-axiale. Les essais mécaniques classiques de traction effectués sur les composites bois plastiques à l'aide d'extensomètre mécanique ne peuvent pas donner une information sur le cisaillement qui peut être produit au cours de l'essai et qui est considéré par hypothèse nul. L'utilisation de la méthode optique nous a permis d'avoir cette information sur le cisaillement. Nous avons montré ensuite que l'évolution de la déformation du cisaillement reste très faible devant la déformation longitudinale au cours du temps.

Les mesures de champ ont permis aussi d'observer la répartition spatiale des déformations et ont montré comment se développait l'hétérogénéité de la déformation lors des essais de traction et de flexions 4-points. Il est montré que le degré d'hétérogénéité, qui permet de caractériser un niveau d'endommagement, augmente avec le pourcentage de bois mais de manière plutôt exponentielle. Pour étudier le comportement à l'endommagement du WPC à 30% de bois en traction et en flexion, un certain nombre d'essais sur les éprouvettes iWPCf30% ont été menés afin d'observer par stéréo-corrélation les évolutions des champs de déformation longitudinale ainsi que leurs variations spatiales au cours de l'essai (et par conséquent, le développement des différents sites de localisation au cours du temps). Les observations ont montré que l'endommagement en traction de iWPC30% ne se localise qu'à la fin de l'essai, juste avant la rupture. Il est d'autant plus important que le pourcentage de bois est important.

La caractérisation lors d'essais de traction à température ambiante sur des éprouvettes de composite fibres de bois/polyéthylène pour les formulations avec ou sans additif (iaWPCf/iWPCf) et à 10% ou 30% de bois, a montré que le MOE croit avec l'augmentation du pourcentage de bois pour les

deux cas (iaWPCf/iWPCf), ainsi qu'avec l'additif (MAPE) qui confère au composite le plus fort module. D'autre part, le module à la rupture (MOR) de l'iWPCf (sans additif) décroît avec l'augmentation du pourcentage de bois, par contre il croît lorsqu'il y a présence d'additif (10% et 30%). Cette augmentation peut être expliquée par la modification des paramètres au cours du processus d'injection, mais ceci ne contredit pas la tendance générale. Par ailleurs, des essais de charge/décharge en traction ont mis en évidence l'importance de l'adoucissement en fonction du nombre de cycle, ainsi que le caractère viscoplastique marqué.

Un autre avantage de l'utilisation de la méthode optique est la détermination du MOE en traction et en compression à partir d'un seul essai de flexion 4- points, essai hétérogène par nature. En restant dans le cadre de la résistance des matériaux classique en flexion, il est montré que le MOE en compression serait plus important de 33% que celui en traction. Ceci est expliqué par l'existence de plusieurs sites de microfissure au niveau de la surface inférieure de l'éprouvette, sur laquelle nous avons mesuré une déformation longitudinale en traction. Sur la partie sollicitée en compression, cela semble moins marqué, cette sollicitation tendant à refermer les microfissures / limiter l'ouverture des fissures.

Pour améliorer les propriétés mécaniques de notre composite en raison de l'incompatibilité entre les fibres de bois et la matrice de polyéthylène, nous avons effectué, d'une part, une étude quantitative sur les formulations de WPC avec fibres de bois traitées par greffage de chaînes de carbones acétylées. Les résultats ont montré que le silane est un bon agent de couplage mais qu'il n'atteint pas tout à fait les performances du MAPE, et que la longueur de la chaîne de carbone n'influe pas significativement sur les caractéristiques mécaniques du composite. D'autre part, une étude qualitative par Microscopie Electronique à Balayage (MEB) a été effectuée. L'observation par MEB a prouvé une meilleure pénétration des fibres dans la matrice pour les WPC greffés. Avec le MAPE, le faciès de rupture est dans la matrice de PEHD. Le composite se comporte un peu comme si il n'y avait qu'un seul constituant, démontrant ainsi l'efficacité de la copolymérisation du bois avec le PEHD. Ceci est différent de ce qu'on observe avec les WPC acétylés et non traités, où l'on constate une rupture à l'interface PEHD/fibre, avec aussi des fissures suivant les fibres de bois.

Enfin, ce travail de thèse, aura permis d'utiliser, ce qui est encore rare dans la littérature, la méthode optique de corrélation d'images numériques pour décrire le comportement d'un composite PEHD/pin maritime. La stéréo-corrélation a permis d'observer la forme des éprouvettes mises en œuvre par le procédé d'injection.

Concernant les perspectives à ce travail, à court terme, l'étude de sollicitation de type compression simple pourrait permettre la comparaison avec les résultats des essais de flexion. Il serait

aussi très intéressant d'arriver à effectuer des mesures de champs de déformation in situ lors d'essai de traction sous MEB. Cela permettrait d'analyser l'endommagement à l'échelle de la taille des fibres de bois pour statuer sur les phénomènes réels se passant à l'interface fibre / matrice. Sur ce type de matériau, il est aussi possible d'envisager d'analyser la réponse mécanique à partir d'images volumiques telles que celles obtenues par micro-tomographe équipés de cellule de type traction / compression. Ce type d'équipement est de plus en plus présent dans les laboratoires et lorsqu'une texture naturelle est présente en imagerie par rayon X, ce qui est le cas avec les WPC de ce travail, des méthodes de corrélation d'images volumiques existent et permettent de donner le champ tridimensionnel des déformations.

Nous pourrions enfin envisager d'étudier le comportement du composite en utilisant la méthode de stéréo-corrélation d'image mais cette fois-ci en fatigue thermique en traction et en flexion-4-points. Ceci nous permettrait d'évaluer le comportement du WPC sous ce type de contraintes que l'on peut rencontrer en environnement réel.

Références bibliographiques

1. Michaud F. Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : aptitude au post formage. *Mémoire de thèse Université Bordeaux I*. 2003.
2. Pizzi A. Wood Adhesives chemistry and technology. *Edited by A. Pizzi, Marcel Dekker Inc, NY* 1983.
3. Park B.D, Riedl B, Hsu E.W, Shields J. Effects of weight average molecular mass of phenolformaldehyde adhesives on medium density fiberboard performance. *Holz als Roh- und Werk-*, 56 : 155-161, 1998.
4. Kamoun C et Pizzi A : Particleboard I.B. forecast by TMA bending in MUF adhesives curing. *Holz als Roh- und Werk-*, 58 : 288-289, 2000.
5. Panthapulakkal S, Zereshkian A., Sain M. Preparation and characterization of wheat straw fibers for reinforcing application in injection molded thermoplastic composites. *Bioresource Technology* 97 (2) : 265–272, 2006.
6. Osso D, Tillement O, Fleurentin P, Guichard J-L. Physico-chimie de l'interface bois polymère. *Rapport CST 99/001 CAP Sciences & Techniques*, Dombasle, France, 1999.
7. Department of Physics and Institute for Pure and Applied Physical Sciences, *University of California San Diego*, La Jolla, California 92093, USA, 2011.
8. Haygreen J.G., Bowyer J.L. Forest products and wood science: an introduction. *Ames: Iowa State University*, 459 pp, 1982.
9. Prat R. Biologie et Multimédia. www.snv.jussieu.fr/bmedia/. *Université Pierre et Marie Curie-UFR de Biologie*, 2005.
10. Martin et Lauthar. *Le site de référence en environnement et sciences de la Terre*, 1999.
11. Klaus. *Le site de référence en environnement et sciences de la Terre*, 2009.
12. Puech J. Mise en valeur de la forêt française et développement de la filière bois. *Rapport ministériel*, 74 pp, 6 avril 2009.
13. Jacob M., Thomas S., in press. Biofibres and biocomposites. *Carbohydrate Polymers*. www.sciencedirect.com, 2011.
14. Passas R. Caractérisation de la morphologie des fibres de bois. *Cours. INP Grenoble*, 2008.
15. Cloutier A. Anatomie et structure du bois. Notes de cours, chapitre 1. *Département des sciences du bois et de la forêt, Université Laval*, 2005.
16. Harrington J.J. MicroFibril Angle in Wood. *Ed B.G Butterfield, IAWA/IUFRO, New Zealand*, 1998.
17. Sjostrom, E. Wood Chemistry : Fundamentals and Applications. *San Diego, Academic. Press, Inc*, 1993.

18. Grubbstrain G, Oksman K. Influence of wood flour moisture content on the degree of silane crosslinking and its relation ship to structure-property relations of wood thermoplastique composites. *Composite Science and Technology*, 69, (7-8) : 1045-1050, 2009.
19. Takatani M, Kato O, Kitayama T, Okamoto T, Tanahashi M. Effect of adding steam-exploded wood flour to thermoplastic polymer/wood composite. *J Wood Sci* , 46 : 210-214, 2000.
20. Dányádi L, Janecska T, Szabó Z, Nagy G, Móczó J and Pukánszky B. "Wood flour filled PP composites: Compatibilization and adhesion." *Composites Science and Technology*, 67 (13) : 2838-2846, 2007.
21. Ashori A. Wood–plastic composites as promising green-composites for automotive industries!. *Bioresource Technology*, 99 : 4661–4667, 2008.
22. Rowell R.M, Young R.A, Rowell J.K : Paper and composites from agro-based resources. *Ed Rowell R.M, Lewis publishers, Boca Raton, USA*, 1997.
23. Studinka J.B. Asbestos substitution in the fibre cement industry. *International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete*, 11 (2) : 73-78. doi:10.1016/0262-5075(89) 90117-6, 1989.
24. Kompella M.K et Lambros J : Micromechanical characterization of cellulose fibers. *Polym. Test.*, 21 (5) : 523-530, 2002.
25. Meyer K.H, Mish L. Positions des atomes dans le nouveau modèle spatial de la cellulose. 20 (1) : 232–244, 1937.
26. Zugenmaier P. *Progress in polymer science– Elsevier*, 2001.
27. Fengel D, Wegner G. Wood :chemistry, ultrastructure, reactions. *Berlin : Ed walter de Gruyter*, 1989.
28. Bismarck A, Jimenez B.Y, Sarlkakis K. Green composites as Panacea? Socio-economic aspects of green materials. *Environment, Development and Sustainability* 8 (3) : 445–463, 2006.
29. Wu Y, Dollimore D. Kinetic studies of thermal degradation of natural cellulosic materials. *Thermochimica Acta*, 324 (1-2) : 49-57, 21 December 1998.
30. Kim J.P., Yoon T.H., Mun S.P., Rhee J.M., Lee J.S. Wood– polyethylene composites using ethylene–vinyl alcohol copolymer as adhesion promoter. *Bioresource Technology* 97 (3) : 494–499, 2006.
31. Sheila E. Gradwell, Scott Renneckar, Alan R. Esker, Thomas Heinze, Paul Gatenholm, Carlos Vaca-Garcia, Wolfgang Glasser. Surface modification of cellulose fibers: towards wood composites by biomimetics, 2004.
32. Bledzki A.K, Reihmane S et Gassan J. Properties and modification methods for vegetable fibers for natural fiber composites. *Journal of Applied Polymer Science* 59 (8) : 1329-1336, 1996.
33. Oss C.J. Acid—base interfacial interactions in aqueous media. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, (78) : 1-49, 15 October 1993.
34. Dilsiz N, Wightman J.P. Effect of acid–base properties of unsized and sized carbon fibers on fiber/epoxy matrix adhesion *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 164 (2-3) : 325-336. , 15 May 2000.

35. Chtourou H., Riedl B., Kotka B.V. Strength properties of lignocellulosic/Polyethylene paper with regard to treated polyethylene. Pulp proportion and interfiber acid/base interactions. *Tappi J.*, 80 (4) : 141-151, 1997.
36. Bledzki A.K, Reihmane S, Gassan J. Thermoplastics reinforced with wood fillers. A literature review. *Polym. Plast. Tech. Eng.* 37 (4) : 451-468, 1998b.
37. Kazayawoko M, Balatinecz J.J, Matuana L.M. Surface modification and adhesion mechanisms in wood fiber-polypropylene composites. *J. Mater. Sci.*, 34 : 6189-6199, 1999a.
38. Belgacem M.N., Czeremuskin G., Sapiuha S., and Gandini A. Surface characterization of cellulose fibres by XPS and inverse gas chromatography *Cellulose*. 2 (3) : 145 157, 1995.
39. Belgacem M.N., Blayo A et Gandini A. Surface characterization of polysaccharides, lignins, printing ink pigments, and ink fillers by inverse gas chromatography. *Journal of Colloid and Interface Science*, 182 (2) : 431 436, 1996.
40. Liu F.P.P, Rials T.G et Simonsen J. Relationship of wood surface energy to surface composition. *Langmuir*. 14 (2) : 536 541, 1998.
41. Belgacem M.N et Gandini A. The surface modification of cellulose fibres for use as reinforcing elements in composite materials. *Composite Interfaces*, 12 (1-2) : 41-75, 2005.
42. Carrasco F, Pagès P, Pascual S, Colom X. Artificial aging of high-density polyethylene by ultraviolet irradiation. *European Polymer Journal*, 37 (7) : 1457-146, 2001.
43. Zhao X, Zongwei Li, Chen Yi, Shi L, Zhu Y. Solid-phase photocatalytic degradation of polyethylene plastic under UV and solar light irradiation. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 268 (1-2) : 101-106, 1 May 2007.
44. Morales J, Cruz G.J, Herrera F.P, Olayo R. Plasma modification of cellulose fibers for composite materials *Journal of applied polymer science ISSN 0021-8995 CODEN JAPNAB* , 101 (6) : 3821-3828, 2006.
45. Panaitescu D M, Donescu D, Bercu C, Vuluga D.M, Michaela Iorga, Marius Ghiurea. *Polymer composites with cellulose microfibrils*. 47 (8) : 1228–1234, 2007.
46. Bledzki A.K, Gassan J. Composites reinforced with cellulose based fibres. *Prog. Polym Sci.*, 24 : 221-274, 1999.
47. Yang H.S, Kim H.J, Park H.J, Lee B.J, Hwang T.S. Effect of compatibilizing agents on rice-husk flour reinforced polypropylene composites. *Composite Structures*, 77 (1) : 45–55, 2007.
48. Gatenholm P, Felix J, Klason C, Kubat J. Cellulose-polymer composites with improved properties. p75-82 in J.C Salamone and J.S Riffle, eds. Contemporary topics in polymer science : *Advances in new materials*, (7), Plenum Press, New York, NY, 1992.
49. Rozman H.D, Banks W.B, Lawther M.L. Improvements of fiber board properties through fiber activation and subsequent copolymerization with vinyl monomer. *J. App. Polym Sci.*, 54 : 191-200, 1994.

50. Lu J.Z., Wu Q, McNabb H.S. Chemical coupling in wood fiber and polymer composites : A review of coupling agents and treatments. *Wood Fib. Sci.*, 32 (1) : 88-104, 2000.
51. Chen M.J, Meister J.J, Gunnels D.W, Gardner D.J. A process for coupling wood to thermoplastic using graft copolymers. *Adv Polym Technol*, 14 (2) : 97-109, 1995.
52. Zadorecki P, Flodin P : Surface modification of cellulose fibers. II. The effect of cellulose fiber treatment on the performance of cellulose-polyester composites. *J. App. Polym. Sci.*, 30 (10) : 3971-3983, 1985.
53. Zadorecki P, Flodin P : An ESCA study of chemical reactions on the surface of cellulose fibers. *J. App. Polym. Sci.*, 31 : 1699-1707, (1986).
54. Agassant J.-F., Avenas P, Sergent J.-P, Vergnes B, Vincent M. La mise en forme des matières plastiques. *Lavoisier, Tec. & doc, 3ème ed.*, 1996.
55. Trotignon J.P, Verdu J, Dobraczynski A, Piperaud M. Précis des matières plastiques : Structures-Propriétés, Mise en œuvre, Normalisation, *AFNOR* 1996.
56. Rosato D.V, Rosato D.V, Rosato M.G. Injection Molding Handbook. *Boston/Dordrecht/London, Kluwer Academic Publishers*. 2000.
57. Gamstedt E.K., Neagu K , Bogren K, Lindström N.M. Micromechanical Approaches to Development of Improved Wood-Fibre Biocomposites. *Proc. Intern. Conf. on Progress in Wood and Bio-fibre Plastic Composites, Toronto, ON, Canada*, 10 pp. 2006.
58. Le Baillif M, Oksman K. The influence of the extrusion process on bleached pulp fiber and its composites. *Proc. Progress in Wood & Biofibre Plastic Composites conference, Toronto, ON, Canada*, 2006.
59. Englund K et Olson B (USA) : *9th International Conference on Wood & Biofiber Plastic Composites*, 21-23 mai 2007.
60. Burgstaller C, Stadlbauer W. Influence of polymer grade and compatibilizer concentration on the interfacial shear strength in sisal fibre polypropylene composites. *Proceedings of the 28th Risø International Symposium on Materials Science: Interface Design of Polymer Matrix Composites – Mechanics, Chemistry, Modelling and Manufacturing* 2007.
61. Khalifeh A et Clermont J.-R, Courbes caractéristiques débit-pression d'une extrudeuse monovis pour des fluides non-newtoniens par des simulations numériques tridimensionnelles. *Rhéologie*, 18 : 44-50, 2005.
62. Marechal P. Analyse des principaux facteurs impliqués dans le fractionnement combiné de pailles et de sons de blé en extrudeur bi-vis : obtention d'agro-matériaux. *Thèse de Doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse, Toulouse, Sciences des Procédés : Sciences des Agro-ressources*, 2001.
63. Peyrat E. Nouveau composite biodégradable obtenu à partir de maïs plante entière Etude du procédé de transformation thermo-mécano-chimique en extrudeur bi-vis et de la mise en forme par injection-moulage. *Thèse de Doctorat. Institut National Polytechnique de Toulouse, Toulouse, FRANCE, Sciences des Procédés : Sciences des Agro-ressources*, 2000a.
64. Geneau C. Procédé d'élaboration d'agromatériau composite naturel par extrusion bivis et injection moulage de tourteau de tourenesol. *Thèse de Doctorat. Institut National de Toulouse, Toulouse France, Sciences des Agroressources*, 2006.

65. Kasliwal S.G, Jones J.W. Gentle compounding of natural fibre filled PVC composites. *ANTEC Annual Technical Conference*, 52 : 2004.
66. Saidi B, Boulila A, Bourara F. Optimisation des paramètres de réglage d'injection des caisses à légumes en PEHD. *2ème Congrès des Innovations Mécaniques*, 1-10, Sousse 28 – 29 Avril 2010.
67. Gosselin R, Rodrigue D. Injection Molding of Postconsumer Wood-Plastic Composites I: Morphology. *Journal of Thermoplastic Composite Matrix*. 19 (6) : 639-659, 2006.
68. Yeh S.-K, Gupta R.K. Improved wood-plastic composites through better processing. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39 (11) : 1694-1699, 2008.
69. Bourmaud A, Baley C. Investigations on the cycling of hemp and sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Laboratoire Polymères, Propriétés aux Interfaces et Composites, Université de Bretagne Sud*, 2008.
70. Stark N.M, Matuana L.M, Clemons C.M. Effect of processing method on surface and weathering characteristics of wood-flour/HDPE composites. *J Appl Polym Sci*, 93 : 1021–30, 2004.
71. Bledzki A.K, Faruk O. Extrusion and injection moulded microcellular wood fibre reinforced polypropylene composites. *Cell Polym*, 23 (4) : 211–27, 2004.
72. Migneault S, Koubaa A, Erchiqui F, Chaala A, Englund K, Wolcott M.P. Effects of processing method and fiber size on the structure and properties of wood–plastic composites. *Composites: Part A* 40 : 80–85, 2009.
73. Yemele M.N.C, Koubaa A, Cloutier A, Soulonganga P, Wolcott M.P. Effect of bark fiber content and size on the mechanical properties of bark/HDPE composites. *Composite Part A: Applied Science and manufacturing*, 41 (1) : 131-137, 2010.
74. Renner K, Moczo J, Pukanszky B. Deformation and failure of PP composites reinforced with lignocellulosic fibers : Effect of inherent strength of the particles. *Composites Science and Technologie*; 69 (10) : 2009.
75. Dobircau L, Sreekumar P.A, Saiah R, Leblanc N, Terrié C, Gattin R, Saiter J.M. Wheat flour thermoplastic matrix reinforced by waste cotton fibre : Agro-green-composites. *Composites Part : Applied Science and manufacturing*, 10 (4) : 329-334, 2009.
76. Cui Y, Lee S, Noruziaan B, Cheung M, Tao J. Fabrication and interfacial modification of wood/recycled plastic composite materials. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39 (4) : 655-661, 2008.
77. Nzokou P, Freed J, Kamdem D.P. Relationship between non destructive and static modulus of elasticity commercial wood plastic composites. *European Journal of wood and wood products*, 64 (2) : 90-93, 2009.
78. Beldzki A.K, Faruk O, Huque M. Physico-mechanical studies of wood fiber reinforced composites. *Polym Plast Techn Eng*, 41 : 435-451, 2002.
79. Srentovic A, Muller U, Gindl W. Mechanism of stress transfer in a single wood fiber-LDPE composite by means of electronic laser speckle interferometry. *Composites Part A*, 37 : 1406-1412, 2006.

80. Hugot F, Michaud F, Cazaurang G. Interface behaviour of moulded natural fibre composite. Interface behaviour of Moulded Natural Fibre Composite. *Proceedings of the International Conference on Recent Advances in Composite Materials (ICRACM)*, 20-23, 2007.
81. Beldzki A.K, Gassan J. Composites reinforced with cellulose based fibres. *Prog. Polym. Science*, 24 : 221-274, 1999.
82. Kuang X, Kuang R, Zheng X, Wang Z. Mechanical properties and size stability of wheat straw and recycled LDPE composites coupled by waterborne coupling agents. *Carbohydrate Polymers*, 80 : 927-933, 2010.
83. Grubbstrom G, Oksman K. Influence of wood flour moisture content on the degree of silane-crosslinking and its relationship to structure-property relations of wood-thermoplastic composites. *Composites Science and Technology*, 69 : 1045-1050, 2009.
84. Adhikary K.B, Pang S, Staiger M.P. Dimensional stability and mechanical behaviour of wood-plastic composites. based on recycled and virgin high-density polyethylene (HDPE). *Composite Part B*, 39: 807-815, 2008.
85. Guo C.-G, Song Y.-M, Wang Q.-W, Shen C.-S. Dynamic-mechanical analysis and SEM morphology of wood flour/polypropylene composites. *Journal of Forestry Research*, 17 (4) : 315-318, 2006.
86. Karmakar A, Chahan S.S, Modak J.M, Chanda M. Mechanical properties of wood-fiber reinforced polypropylene composites : Effect of anovel compatibilizer with isocyanate functional group composite. *Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38 (2) : 227-233, 2007.
87. Abdelmouleh M, Boufi S, Belgacem M.N, Dufresne A. Short natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites: Effect of silane coupling agents and fibres loading. *Composites Science and Technology*, 67 : 1627-1639, 2007.
88. Cui Y, Lee S, Noruziaan B, Cheung M, Tao J. Fabrication and interfacial modification of wood/ recycled plastic composite materials. *Composites Part B: Applied Science and Manufacturing*, 39 (4) : 655-661, 2008.
89. Ichazo M.N, Albano C, Gonzalez J, Perera R, Candal M.V. Polypropylene/wood flour composites : treatments and properties. *Composite Structures*, 54, (2-3) : 207-214, 2001.
90. Panaitescu D.M, Notingher P.V, Ghiurea M, Ciuprina F, Paven H, Iorga M, Florea D. Properties of composite materials from polyethylene and cellulose microfibrils. *Journal of optoelectronics and advanced materials*, 9 : 2524-2528, 2007.
91. Li I, Yang N. Mechanical properties of wood flour/HDPE/inomer composites. *Composites: Part A*, 38 : 1-12, 2007.
92. Kim S W, Oh S, Lee K. Variation of mechanical and thermal properties of thermoplastics reinforced with natural fibers electron beam processing. *Radiation Physics and Chemistry*, 76 : 1711-1714, 2007.
93. Wechsler A, Hiziroglu S. Some of the properties of wood-plastic composites. *Building an Environnement*, 42 (7) : 2637-2644, 2007.
94. Mulle M, Périé J.N, Robert L, Collomb F, Grunevald Y.H. Mesures de champs par stéréocorrélation sur structures composites instrumentées par capteurs à fibre optique à réseaux de

- Bragg : comparaison et validation des mesures, *Instrumentation, Mesure, Métrologie*, 4 : 167-192, 2004.
95. Robert L, Nazaret F, Cutard T and Orteu J.-J. Use of 3-D Digital Image Correlation to characterize the mechanical behavior of a Fiber Reinforced Refractory Castable. *Experimental Mechanics*, 47 : 761-773, 2007.
96. Sutton M, Wolters W.J, Peters W.H, Ranson W.F , McNeill S.R. Determination of displacements using an improved digital correlation method. *Image and vision computing*, 21 : 133-139, 1983.
97. Giancane S, Panella F.W, Nobile R, Dattoma V. Fatigue damage evolution of fiber reinforced composites with digital image correlation analysis. *Procedia Engineering*, 1307-1315, 2010.
98. Godara A, Raabe D, Bergmann I, Putz R, Muller U. Influence of additives on the global mechanical behavior and the microscopic strain localization in wood reinforced polypropylene composites during tensile deformation investigated using digital image correlation. *Composites Science and Technology*, 69 (2) : 139-146, 2009.
99. Michaud F, Hugot F. Mechanical behaviour of wood plastic composite product for decking application, *ICRACM, New Delhi, India*, 2007.
100. Jouneau P.H. *Centre d'Energie Atomique-Minatec*. France, 2011.
101. Sutton M.A, Orteu J.J, Shreir H. Image correlation for deformation and shape measurements: basic concepts, theory and applications. *New York: Springer*, 2009.
102. Grediac et Hilld. Livre: Mesures de champs et identification en mécanique des solides. *ISTE Ltd and John Wiley & Sons Inc*. 253 pp. 2011.
103. Nazaret F. Caractérisation et modélisation du comportement thermomécanique d'un béton réfractaire renforcé de fibres métalliques. *Thèse de l'Ecole National Supérieur des Mines de Paris*, 2005.
104. Garcia D. "Mesure de formes et de champs de déplacement tridimensionnels par stéréocorrélation d'images". *Thèse de l'institut National Polytechnique de Toulouse*, 2001.
105. Vic 3D et Vic-snap softwares. *Correlated Solutions Incorporated*, 2010.
106. Robert L, Watrisse B. Evaluation d'erreurs de mesure par corrélation d'images numérique : méthodologie et résultat. 19^{ème} *Congrès Français de mécanique, Marseille*, 2009.
107. Blanchard S. Caractérisation du comportement non-linéaire des matériaux à partir d'essais statiquement indéterminés et de champs de déformation fortement hétérogènes. *Thèse Académie de Lille Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis*, 2009.
108. Guibin L. HDPE Wood-Plastic Composite material model subject to damage. *Master of Science In Civil Engineering, Washington State University*, 2002.
109. Hugot F et Cazaurang G. Mechanical behaviour of an extruded wood plastic composite: analytical modelling. *Journal of wood chemistry*, 28 : 283-295, 2008.
110. Buffière J.Y, Maire E, Cloetens P, Lormand G and Fougères R. Characterization of internal damage in a MMCp using X-ray synchrotron phase contrast microtomography. *Acta Materialia*, 47 (5) : 1613-1615, 1999.

111. Maire E, Buffière J.Y, Salvo L, Blandin J.J, Ludwig W and Létang J.M. On the application of X-ray microtomography in the field of material science. *Adv Eng Mater*, 3 (8) : 539–546, 2001.
112. Lévêque D, Longuet K, Mavel A, Le Besnerais G, Champagnat F. Intérêt des mesures de champs dans la caractérisation expérimentale du comportement des composites stratifiés. *Journées Nationales sur les Composites, Marseille, 2007*.
113. Arieby R. Caractérisation mécanique et modélisation thermodynamique du comportement anisotrope du polyéthylène à haute densité. *Thèse doctorat de l'Institut National Polytechnique De Lorraine, Nancy-Université, 2007*.
114. Gardner D.J, Wolcott M.P, Wilson L, Huang Y, Carpenter M : Our understanding of wood surface chemistry in 1995, *Proceeding of Wood Adhesive, Ed. by A.W. Christansen and A.H. Conner, Forest Products Society, 7296 : 29, 1995*.

Annexes

Mechanical behavior of wood–plastic composites investigated by 3D digital image correlation

Talel Ben Mbarek¹, Laurent Robert², Françoise Hugot³ and Jean José Orteu²

Abstract

The tensile behavior of wood–plastic composite (WPC) with or without additive is studied using full-field strain measurements by 3D digital image correlation. It is shown that macroscopic values of the longitudinal strain are close to those measured by mechanical extensometer using standard mechanical tests. The modulus of elasticity provided by a Maxwell–Bingham model fitted to the experimental tensile curves is analyzed for several WPC formulations depending on the wood contents and the presence of additive. Color maps of the spatial strain distribution are commented. Moreover, the damage behavior and the degree of heterogeneity are analyzed thanks to the spatial standard deviation of the longitudinal strain field.

Keywords

composite material, digital image correlation, stereo-correlation, wood plastic composite, mechanical properties, elastic properties, strain measurement, strain heterogeneity

Introduction

Nowadays, wood–plastic composites (WPC) are used in several sectors, such as garden furniture, automotive, and buildings (infrastructure and finishing). WPC are predicted to have 25% of the market in 2009.¹ WPC are composed of thermoplastic polymers, often recycled, and of wood fibers in different sizes and proportions.^{2–4} This kind of material benefits from the relatively low density of wood, low cost, good mechanical properties, as well as its recyclability. Thermoplastic fraction reduces the fragility while improving the resistance against biological attacks. The thermoplastic polymer matrix show many qualities (e.g., low density, low cost) and are widely available in the market. They can be polyethylene, polypropylene, polyvinyl chloride, and polystyrene. The characteristics of wood in the composite will play a role in the adequate choice of plastic, as well as the chemical surface treatments on the interfacial adhesion between fibers and polymer.⁵

Many experimental methods have been used to study the mechanical behavior at macro/micro level, the properties of wood/plastic interface, and the surface properties of WPCs. For instance, scanning electron

microscopy (SEM) is used for characterizing the morphology of the composite surface in order to compare injection molded and extruded composites.⁶ Attenuated total reflection Fourier transform infrared (ATR-FT-IR) spectroscopy is also used to identify functional groups present at the surface of WPC. Cui et al.⁷ also used FT-IR to evaluate the surface chemistry of the treated fibers. The authors found that the treatment by the alkaline followed by silane together with the maleated polypropylene (MAPP) coupling agent increased the mechanical performances of the wood/recycled plastic composite (WRPC) material. The content of wood fiber affects the flexural strength, the flexural modulus, and impacts strength of these WRPC

¹LETTM, Ecole Supérieure des Sciences et de Technologie de H-Sousse, rue Lamine ElAbbassi, 4011 H-Sousse, Tunisie.

²Ecole des Mines Albi, Campus Jarlard, F-81013 Albi, France.

³Université de Limoges, ENSIL, 16 rue Atlantis, Parc ESTER Technopole, BP 6804, 87068 Limoges, France.

Corresponding author:

Françoise Hugot, Université de Limoges, ENSIL, 16 rue Atlantis, Parc ESTER Technopole, BP 6804, 87068 Limoges, France.
Email: hugot@ensil.unilim.fr

materials. It is generally highlighted in the literature that macroscopic properties are mainly related to the association, nature, proportion, and orientation of the components.^{8–10} Adhikary et al.¹¹ investigated the stability, the mechanical properties, and the microstructure of WPC which were made using either recycled or virgin high-density polyethylene (HDPE) with wood flour (*Pinus radiata*) as filler. Using standard mechanical tests, they found that bending and tensile properties of the composite based on recycled HDPE were equivalent to those based on virgin HDPE. Adding MAPP by 3–5 wt% significantly improved both the stability and the mechanical properties by increasing the interfacial bonding, which is confirmed by SEM analysis. This is observed also in¹² where the authors showed that added coupling agent increases the bending properties because the modulus of elasticity (MOE) becomes higher than that of the specimen made without any chemicals. Najafi et al.¹³ studied the mechanical properties from sawdust and recycled plastics and found from tensile and flexural tests that the mechanical properties of WRPC containing recycled HDPE and PP were statistically similar to those of composites made from virgin plastics. Hugot and Cazaurang¹⁴ performed mechanical (tensile) tests and SEM analysis to study the mechanical behavior of wood pine composite fiber/HDPE. They found that the MOE increases with wood content for specimen manufactured both by extrusion and injection processes. Michaud and Hugot¹⁵ studied the mechanical behavior of WPC product for decking application using tensile, compressive, and bending tests and confirmed the anisotropy of extruded WPC.

Although many studies are devoted to evaluating and understanding WPC mechanical behavior from tensile and bending tests using cross-head displacement or mechanical extensometers, few studies used non-contact optical methods to analyze the mechanical performance of WPCs. Srentovic et al.¹⁶ studied the mechanism of stress transfer in a single wood fiber-LDPE composite specimen during tensile test by means of Electronic Speckle Pattern Interferometry (ESPI). They compared the strain distribution measured by ESPI and calculated by finite element method and analytical analyses, and demonstrated that ESPI is a valuable tool for the direct measurement of local strain around a single wood fiber in composite materials. Godara et al.¹⁷ investigated the influence of additives on the global mechanical performances and the microscopic strain localization in PP-based WPC by digital image correlation (DIC) coupled with tensile tests. Giving access to the full surface strain field of the specimen, the DIC technique allows a detailed investigation of complex micromechanical questions associated with the distribution of the strain in these heterogeneous materials. Thanks to that, they resolved the influence of the amount of coupling agent,

biopolymers, and inorganic fillers on the structural integrity of the WPC material. At the mesoscale (field of view of $3 \times 10 \text{ mm}^2$ for 316×1050 pixels), they observed both high- and low-strain domains along the longitudinal axis of the specimen related to the influences of amount of PP and adding other constituents, that is studied by a sectional analysis.

The work presented in this article proposes the analysis of the mechanical behavior of a HDPE-based injected wood fibers WPC using 3D digital image correlation (3D-DIC) also known as stereo-correlation.¹⁸ Some formulation specimens have been added with a maleic anhydride grafted polyethylene (MAPE) coupling agent to improve the interfacial adhesion between wood fibers and plastic. First, the 3D-DIC results have been compared to classical extensometer results for validate the method. In order to determine the macroscopic mechanical properties of the WPC, the MOE is evaluated by a Maxwell–Bingham model adjusted on the experimental strain–stress curves and the module of rupture (MOR) is measured. Next, the degree of heterogeneity relating to the damage level of different WPC formulations (percentages of wood fibers) is investigated by mean of spatial standard deviation (SD) of the longitudinal strain field during tensile tests. These results will make it possible to better understand the behavior during the damage of these composites.

Material

HDPE granulates are Lacqtene from ATOFINA. Softwood *Pinus pinaster* sawdust is screened (mesh size 2 mm) with the morphological characteristics described in Table 1. Optical scanning device of fiber (MorFi LB01 system from Techpap) is used to determine the size distribution in frequency of the wood raw material (Table 1). The very small elements (length $<30 \mu\text{m}$), called fines, represent about 76% in total length and 17% of the total surface of all elements analyzed.

After wood fiber drying, premixed wood/HDPE pellets are done by extrusion process in a single screw device. Then, $4 \times 10 \text{ mm}^2$ section tensile specimens are produced by injection process. Parameters are set at: injection temperature 200°C , zone 1 = 160°C , zone 2 = 170°C , zone 3 = 180°C , mold temperature from 50°C to 70°C ; injection pressure = 100 bars, injection speed = 47 mm/s, speed of screw = 60 mm/s; holding time = 6 s; cooling time = 25 s.

Indexation of realized formulations of WPC with or without additive is presented in Table 2. Additive used as compatibilizer is MAPE, OREVAC 18307 product from Arkema with a melt index of 2.5 g/10 mg. Two formulations are studied: 10% wood content and 30% wood content. Depending on wood content, adjustments of injection parameters had to be done to obtain acceptable

Table 1. Morphological characteristics and size distribution of wood fiber (*P. pinaster*)

Fibers	Size	Frequency (%)
Average length (without thin fibers)	220 μm	
Average thickness (without fines)	30 μm	
Curvature (without thin fibers)	4.5%	
Size distribution (in length %)	Fines < 30 μm	76
	30–150 μm	9.7
	150–250 μm	6.5
	250–300 μm	1.5
	300–450 μm	2.5
	450–680 μm	1.3
	680–1030 μm	1.2
	$\geq 0550 \mu\text{m}$	1.3

Table 2. WPC formulations

Index	Description
iWPCf10	10% wood without additive
iWPCf30	30% wood without additive
iaWPCf10	10% wood with 3% of MAPE additive
iaWPCf30	30% wood with 3% of MAPE additive

specimens. It will be shown in the following that the performance of the WPC formulation can be influenced by the content of wood fibers and the addition of the coupling agent.

Method

Tensile test

Tensile tests are based on the standard guide for evaluating mechanical properties of WPC products (ASTM D 7031-04). They are performed at room temperature on an electro-mechanical universal testing machine (Instron 5800 R) with a cross-head speed of 2 mm/min. A set of three specimens for each formulation is tested. The dimensions of the specimens are 10 mm in width, 4 mm in thickness, and 150 mm in length. Strain measurements can be performed using a mechanical extensometer that is characterized by 50 mm gage length, or by 3D-DIC (see next section).

It is known that due to the global non-linear behavior of WPC, mechanical properties such as MOE are difficult to obtain. Indeed standard guide recommendations are often not suitable for this kind of composite. It has been shown in the work of Hugot and Cazaurang¹⁴ that there are large differences between the MOE evaluated

using specification for reinforced plastic standard (MOE taken between 5×10^{-4} and 2.5×10^{-3} of strain) and the one, define as tangent MOE, based on the first derivate of a stress/strain fitting function. The authors conclude that the tangent MOE is the more appropriate to calculate tensile elastic modulus and confirms an underestimation of MOE standard method due to the non-linear behavior. In this study, the non-linear strain/stress relationship is modeled, in the area where the stress remains monotonous, by the Maxwell–Bingham equation:

$$\sigma = a(1 - \exp(-b\varepsilon)) \quad (1)$$

where a and b are parameters. A fitting is done by minimization in the least-squares sense of the difference between the experimental curve and the Maxwell–Bingham equation, resulting to an optimized set of parameters a and b . The MOE is then calculated as the first derivate at $\varepsilon = 0$ of the fitted Maxwell–Bingham:

$$\left. \frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} \right|_{\varepsilon=0} = ab \quad (2)$$

Three-dimensional DIC

The DIC method has been successfully employed for characterizing the heterogeneity of a lot of materials: metallic materials considering heterogeneity at the macroscale, as plastic strain localization and necking¹⁹ or at the microscale,^{20–23} short-glass-fiber reinforced epoxy composites,²⁴ polymeric foams.²⁵ This technique has been also used, for example, for analyzing the mechanical behavior and the local anisotropy of crimped glass wool,²⁶ and for the characterization of the thermohydronechanical behavior of rock–clay matrix.²⁷ In this study, the degree of heterogeneity related to the damage level of different WPC formulations is investigated, thanks to the 3D-DIC technique during tensile tests.

The 3D-DIC method is based on both DIC and computer stereo vision (utilization of two cameras), and was developed at the end of the past century.²⁸ This technique uses a DIC algorithm to determine point correspondences between two images of a specimen acquired from two different view points by two rigidly bounded cameras. The correlation scores are computed by measuring the similarity of a fixed subset window in the first image to a shifting subset window in the second one. A first-order 2D shape function in the subset and a zero normalized sum of square difference correlation criterion are used. Sub-pixel correlation is performed using B-spline gray level interpolation. After determining the calibration parameters for each camera as well as the 3D relative position/orientation of the two cameras (pin-hole model and radial distortion of third-order), the

3D shape of the specimen can be reconstructed by triangulation from the image-points correspondences founded by DIC. To determine the 3D displacement field, DIC is also used to determine image-points correspondences between the stereo pairs acquired before and after deformation. The surface strain field is obtained as follows: at each matched point, a displacement function, assumed as affine, is fitted using a set of $N \times N$ neighboring matched points chosen in a square surface. The Green–Lagrange 2D strain tensor is then computed using the estimated terms of the displacement function. Computations are done in a local coordinate system (aligned with a local tangent plane to the undeformed surface) obtained by a least-square plane fitting of this square surface. A complete description of the 3D-DIC technique can be found in the literature.¹⁸

The stereo rig is composed of two 8 bit Qicam (Qimaging) CCD cameras allowing a 1360×1036 pixels resolution. They are equipped with Nikon 50 mm aperture 1:1 lenses. Two synchronized images are taken at the frequency of 2 Hz. The calibration and numerical image processing are carried out with the assistance of the Vic-3D[®] commercial software.²⁹ For this study, because of the very small optical contrast of the fibers in the matrix, and in order to increase the spatial resolution and the accuracy of the strain measurement, a randomly distributed white paint pattern is applied on the painted-in-black side of the specimens. The suitability of a speckle pattern (pattern density) for accurate displacement and strain measurements with DIC is an important issue that has been investigated by several authors and that is still under study. In Sutton et al.,¹⁸ for instance, the issue of optimal sampling of the features in each speckle pattern (to avoid aliasing) is addressed and some rules of thumb for determining the appropriate patterning and the optimal speckle/subset size for accurate measurements are provided. Dimensions of the region of interest (ROI) are $60 \times 10 \text{ mm}^2$, with a magnification factor $g = 16.5 \text{ px/mm}$. In these conditions, chosen 3D-DIC parameters are: a $f \times f$ subset size with $f = 19$ pixels corresponding to a displacement spatial resolution of $f/g = 1.15 \text{ mm}$. Figure 1 defines the ROI, the subset size, and the speckle pattern. The strain spatial resolution (optical strain gage size) can be considered to be the size of the square surface of the $N \times N$ neighboring matched points. As the grid step size, p , of the matched points is chosen equal to 5 pixels and $N = 5$ (smaller value allowed by the software), the strain gage size (optical gage size) is equal to $p(N - 1)/g = 1.2 \text{ mm}$ (20 pixels). This value is the minimum value for the strain spatial resolution and has been chosen because local strain gradients are expected during deformation. It has been shown in another study³⁰ that strain standard uncertainty can be estimated to 10^{-4} in similar experimental conditions.

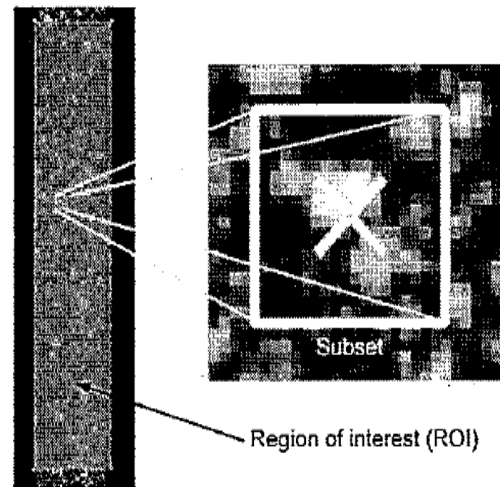


Figure 1. ROI, subset, and speckle pattern.

It should be noted that 3D-DIC was used in this study instead of standard (2D) DIC mainly because in 2D-DIC the specimen must be planar, positioned parallel to the camera sensor, and must undergo a planar deformation without any out-of-plane displacement. In practice, this is difficult to guarantee, and an apparent strain could be added to the real strain undergone by the specimen.³¹ 3D-DIC does not rely on any hypothesis as the full 3D displacement can be measured. Shapes of the injected specimens and out-of-plane displacements were measured in order to verify these assumptions. As expected, surface of the specimens emphasized a relatively important V-shape due to the injection process, with a mean size of the groove of 0.2 mm, as it can be seen in Figure 2(a). This will generate strain measurement errors if 2D-DIC is used. An out-of-plane displacement ΔZ of about 0.3 mm at each edges ($+0.36 \text{ mm}$ for the top and -0.22 mm for the bottom) can be also measured during the experiments, as presented in Figure 2(b) for an iWPCF10 specimen undergoing about 7.4% longitudinal strain. The out-of-plane strain errors if 2D-DIC had been used can be estimated³¹ as $\Delta\epsilon_{yy} = \Delta\epsilon_{xx} = \Delta Z/Z$, where $Z \approx 500 \text{ mm}$ is the distance from the specimen to the camera. Out-of-plane strain errors value will be in this configuration of more than 0.06% at each edges.

Results and discussion

Validation of the 3D-DIC measurements

In this section, the Green–Lagrange longitudinal strain measured by 3D-DIC is compared to the one measured by the mechanical extensometer during the same tensile test. For that, the magnification is adjusted so that the length of the considered ROI will be the same of the gage length of the extensometer, $L_0 = 50 \text{ mm}$. Measured

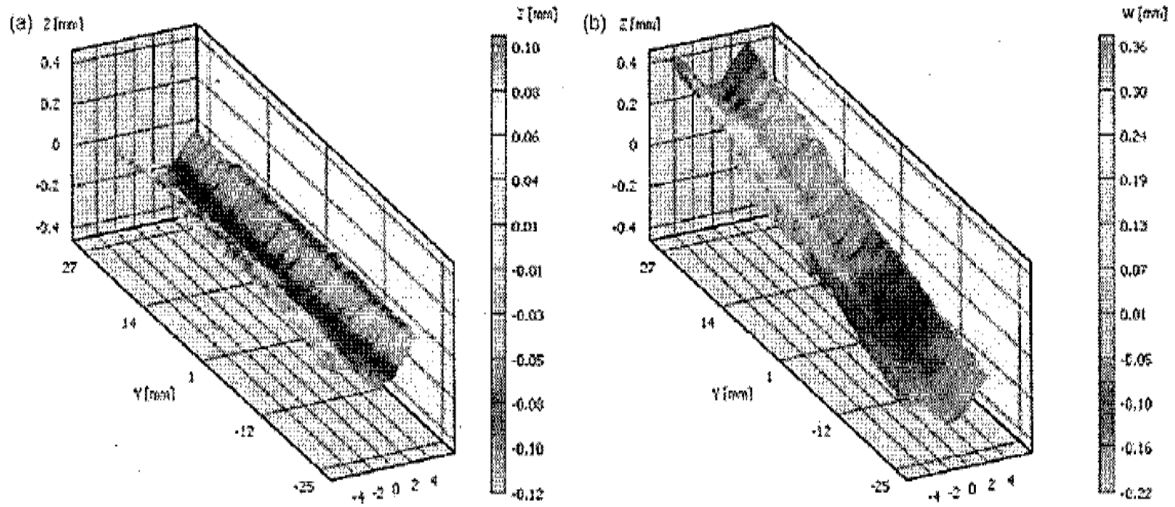


Figure 2. (a) Shape of the surface of the injected specimen before deformation. (b) Out-of-plane displacement field for 7.4% longitudinal strain (iWPCf10 specimen). *Note:* Both shapes are represented in the same basis.

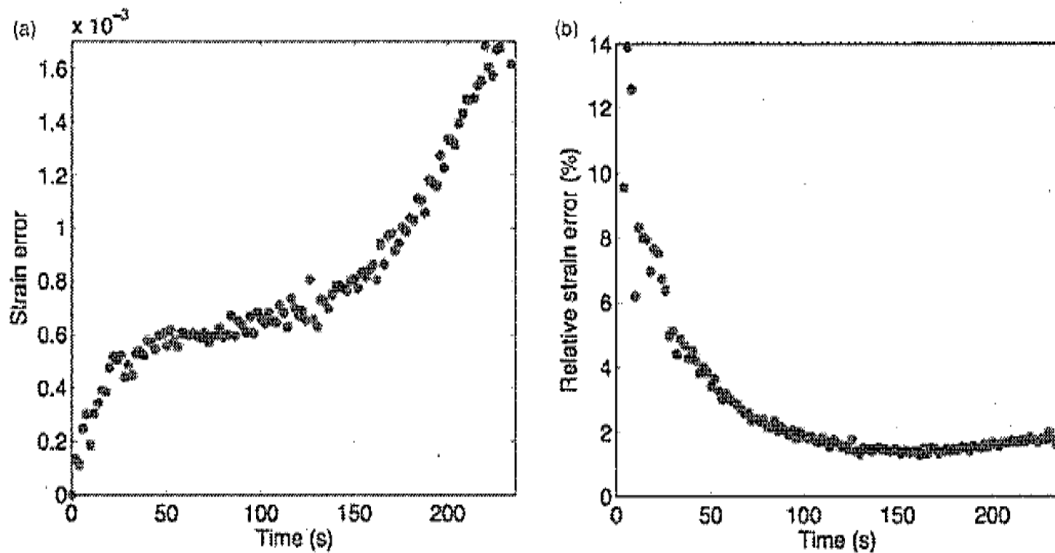


Figure 3. Errors between strain measured by 3D-DIC and by mechanical extensometer function of time during the tensile test of an iaWPCf30 sample: (a) strain error $\epsilon_{yy}^{ME} - \epsilon_{yy}^{DIC}$ and (b) relative error $(\epsilon_{yy}^{ME} - \epsilon_{yy}^{DIC}) / \epsilon_{yy}^{ME}$.

values from the mechanical extensometer are computed as Green-Lagrange strain by $\epsilon_{yy}^{ME} = (\Delta L/L_0) + \frac{1}{2}(\Delta L/L_0)^2$ where ΔL is the variation of length. The strain measured by 3D-DIC is computed as the mean spatial strain over all the N calculated points $\epsilon_{yy}^{DIC} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (\epsilon_{yy})_i$ in the ROI. Note that with our video acquisition device (Vic-snap²⁹), the time is manually synchronized with the extensometer acquisition device, with a time delay less than 1 s, that needs to be updated. As the camera frame rate (0.5 fps) and the frequency acquisition of the extensometer (5 Hz) are not the same, the extensometer strain vs. time curve which

having the largest resolution is interpolated by a fifth-order polynomial approximation to obtained the value of ϵ_{yy}^{ME} at each image time corresponding to ϵ_{yy}^{DIC} . Figure 3(a) presents the strain error $(\epsilon_{yy}^{DIC} - \epsilon_{yy}^{ME})$ and Figure 3(b) the relative error $100 * (\epsilon_{yy}^{DIC} - \epsilon_{yy}^{ME}) / \epsilon_{yy}^{ME}$ in percent function of time during the tensile test of an iaWPCf30 sample. Figure 3(a) shows that the error is maximum at the end of the test ($t = 236$ s) and reaches 1.7×10^{-3} for a global longitudinal strain of about 10%. This corresponds to a relative error of 0.019 (less than 2%) as it can be seen in Figure 3(b). Moreover, Figure 3(b) shows that the relative error is maximum for small strain and

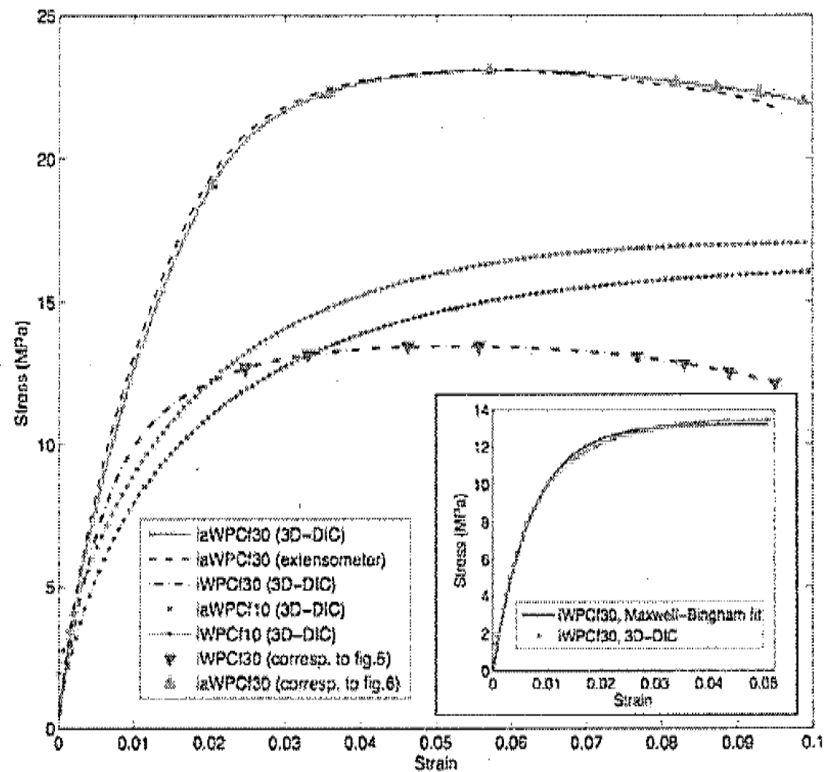


Figure 4. Stress/strain curves of the four studied WPCs with varying the wood percentage and with or without MAPE additive.

reaches 14% because of the resolution of the 3D-DIC measurement and because of the unsynchronized time. However, errors are globally small according to the amplitude of strain encountered during the tensile tests of WPC. Note that these small differences on the strain measurements are propagated when the MOE is evaluated from the stress/strain curve, and a small difference of about 4% in the evaluated MOE is found (1881 MPa for the extensometer method compared to 1974 MPa for the 3D-DIC method), as it can be seen in the next section. These results confirm that strain values measured by 3D-DIC are in agreement with strain values measured by mechanical extensometers. Moreover, extensometer values remain highly dependent on their location on the sample because of strain localization phenomena. As the 3D-DIC method can determine a strain mean value by averaging all the strain values of the field being considered, the material heterogeneity becomes less influential. Full-field measurements could give obviously complementary information, particularly when considering damage.

Mechanical properties of iWPCf and iaWPCf

The 3D-DIC method is used during tensile tests, at room temperature, of the four WPC formulations specimens (with or without additive and with 10% or 30% wood;

Table 2). The value of the longitudinal strain is evaluated as the mean spatial strain over all the N calculated points in the ROI using parameters of the 3D-DIC method presented below. The stress is the global force divided by the initial section. Figure 4 presents all the results. As an illustration, for the iaWPCf30 formulation, both the strain measured by 3D-DIC and by extensometer are presented and are clearly close to be superimposed (dashed line and large solid line in Figure 4). The tensile curves show a global non-linear behavior. As it is explained below, this behavior can be modeled by the Maxwell-Bingham model (Equation (1)). A fitting of this model is presented in an insert in Figure 4 for the iWPCf30 formulation (blue solid line and red dots). MOE are calculated after fitting using Equation (2). Results are summarized in Table 3. We observe that the MOE increases with the rise in the percentage of wood for both cases (with or without MAPE), with larger values when additive is used, which confers to the composite the strongest module. When added coupling agent, the MOE increases from 980 to 1137 MPa for formulation with 10% wood, and increases from 1709 to 1885 MPa for formulation with 30% wood. Three percent MAPE adjunction also allows taking benefit from wood fiber reinforcement with higher MOR for iaWPCf than for iWPCf with a better stress transfer to wood element (Table 3). Furthermore,

Table 3. MOE and MOR for the four WPC formulations

Percentage of wood fiber	iWPCf		iaWPCf	
	10	30	10	30
MOE (MPa)	980 (14)	1709 (100)	1137 (26)	1885 (27)
MOR (MPa)	15.6 (0.4)	13.6 (0.7)	16.4 (0.6)	21 (0.3)

Values are the mean over all the tensile tests. SD values are given within parentheses.

the MOR of the iWPCf (without additive) decreases with the rise in the percentage of wood fibers. On the other hand, it increases to 16.4 MPa for iaWPCf10 and up to 21 MPa for iaWPCf30. In fact, this increase also can be due to a certain modification of the parameters during the injection process, but it does not contradict the general tendency and these results are in agreement with the literature.¹⁴ Finally, results of strain measurements by 3D-DIC are very close to those obtained by mechanical extensometer.^{14,15}

Spatial strain localization during tensile test

It is known that WPC are heterogeneous materials that exhibit some strain heterogeneities, for example, during tensile.¹⁷ To analyze these phenomena, spatial variations of the longitudinal strain fields measured by 3D-DIC during tensile test are observed. Only WPC with 30% wood fibers are analyzed, with or without MAPE additive. Figure 5 shows eight color maps of the longitudinal strain field ϵ_{yy} of iWPCf30 sample for various times up to breaking. Figure 6 is similar but concerns the WPC with additive (iaWPCf30 sample). In both cases, the stress-strain values corresponding to these maps are indicated by dots (triangles) in Figure 4. Color maps presented in Figures 5 and 6 confirm that the strain field is very heterogeneous and randomly distributed even for quite small deformation level. The crack appears at the surface at random in both cases (iWPCf30 and iaWPCf30) but the material with additive becomes heterogeneous slightly more rapidly (up to $t=60$ s) than the one without additive ($t=80$ s): at $t=100$ s, the strain amplitude (maximum value minus minimum value) is equal to 0.89% for the iWPCf30 sample and to 1.31% for the iaWPC30 sample. However, at $t=200$ s the strain amplitude is equal to 9.15% for the iWPCf30 sample and to 4.16% for the iaWPC30 sample, showing that the apparent strain heterogeneity is not so linked to the difference in modulus between the fibers and the matrix, but is mainly a consequence of local microscopic fractures between the fibers and the matrix. The failure of the iWPCf30 specimen obviously occurs before the one with additive. The coupling agent (MAPE) increases the mechanical

performance by postponing the failure between the fibers and the HDPE. Of course for small strain levels, the small strain heterogeneity is due to the stiffness difference between wood fibers and HDPE matrix. It is also reported, by carefully observing the 3D-DIC strain field evolution, that high-strain domains (HSD) are more pronounced in the boundary of the specimens whatever the considered material. These observations have been also reported in the work of Godara et al.¹⁷ The authors suggest that it is due to the propagation of preexisting microcracks or microvoids which is easier at the free edges than in the middle of the sample. Such microcracks are probably caused by the fact that the samples are produced by injection process. However, some additional studies have been done on homogeneous materials like aluminum metallic specimens during tensile test, and if the ROI is defined correctly, no preponderant strain level have been observed near the free edges, showing that our observations are not artifacts from the DIC method. It is interesting to note that, for instance, for the iWPCf30 sample (Figure 5), the macroscopic crack is not propagated precisely from one of the localized HSD area which can be observed at $t=80$ s, $t=100$ s, and $t=130$ s (at $t=60$ s, $t=100$ s, and $t=150$ s for the iWPCf30 sample; Figure 6), but appears at $t=150$ s just before the peak of stress (respectively at $t=200$ s for the iaWPCf30 sample). For that kind of material, the internal structure is damaging under tension with the increase of microscopic fractures between fibers and matrix corresponding to the strain heterogeneity increase. Consequently, the damage of iWPCf30 and iaWPCf30 seems to develop during all these tests, but the maximum stress is reached as soon as the main macroscopic crack is propagating.

These phenomena are obviously linked to the spatial distribution of wood fibers in the HDPE matrix during the manufacturing of the specimens by the injection process, which is circular in our study. Indeed, iWPCf30 microstructure has been observed by X-ray tomography using the image analysis derived from mathematical morphology. The images obtained give information on the random fiber orientation in the HDPE matrix. Reconstruction methods of fiber network have been investigated and the general principle of the tomography technique has been described in previous papers.^{32,33} To enhance the visualization of the composite components, wood fiber has been traced with potassium iodide. The local absorption coefficient in the composite components is finally transformed in 2D image of gray levels: dark gray corresponds to wood fibers and light gray represents HDPE matrix. The analyzed volume is a longitudinal cross-section of $9.3 \times 9.3 \text{ mm}^2$ in the plane of the specimen by 1.16 mm in the thickness. With a pixel resolution equal to $7.75 \text{ }\mu\text{m}$, the size of the observed surface is $1200 \times 1200 \text{ pixels}^2$ (about 86 mm^2). This pixel size

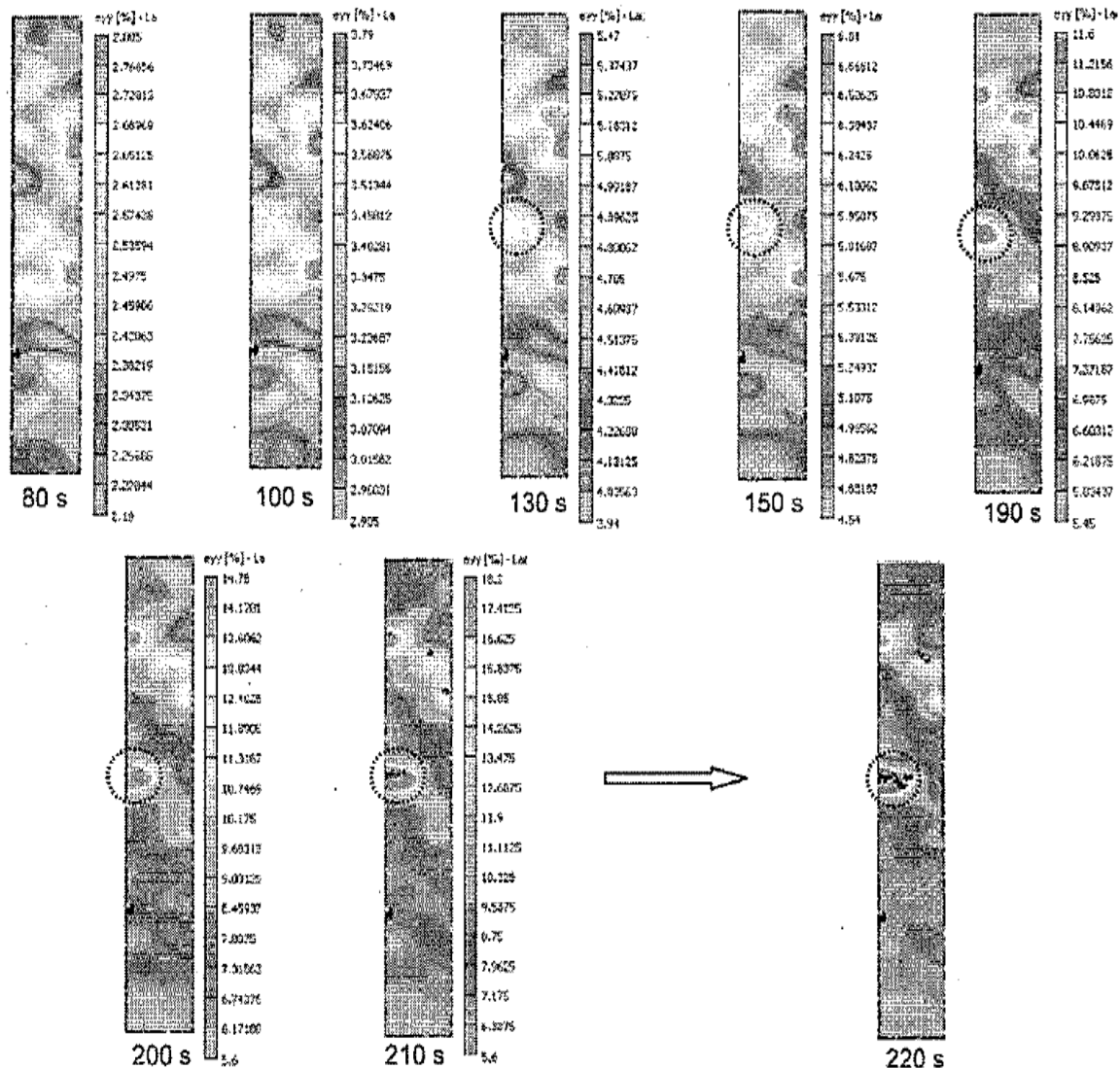


Figure 5. Longitudinal strain field measured by 3D-DIC during the tensile test of an iWPCf30 specimen (30% wood without additive). Note: Breaking occurs at 220 s.

insured a high resolution throughout the entire reconstructed surface. Figure 7 shows the iWPCf30 microstructure and gives a very good description of fiber orientation in the HDPE polymer: it suggests a circular preferential direction due to the injection process. Process plays an important role on the reinforcement distribution in the matrix. Therefore, the orientation of the wood fibers in WPC affects the mechanical properties.

It is important to note, however, that using 3D-DIC the strain spatial distribution can be observed only on the surface of the samples, under the generally admitted assumption that the behavior observed on the surface of the sample is representative of the behavior in the volume. It is guessed that there is a heterogeneity through the thickness strain distribution, but not

probably exactly the same as observed on the surface of the sample, because of the spatial distribution of the wood fibers in the matrix. This cannot be characterized using (surface) 3D-DIC but using volumetric 3D imaging tools such as X-rays computed microtomography (and in situ facilities) combined with the extension to volumetric images of DIC techniques.³⁴

Strain heterogeneity for various wood contents

In the following section, we will study the degree of heterogeneity using the 3D-DIC technique on specimens with 10% and 30% wood fibers. A method for investigating the degree of the strain heterogeneity consists in analyzing the spatial distribution function of the longitudinal strain over the ROI for each mean strain

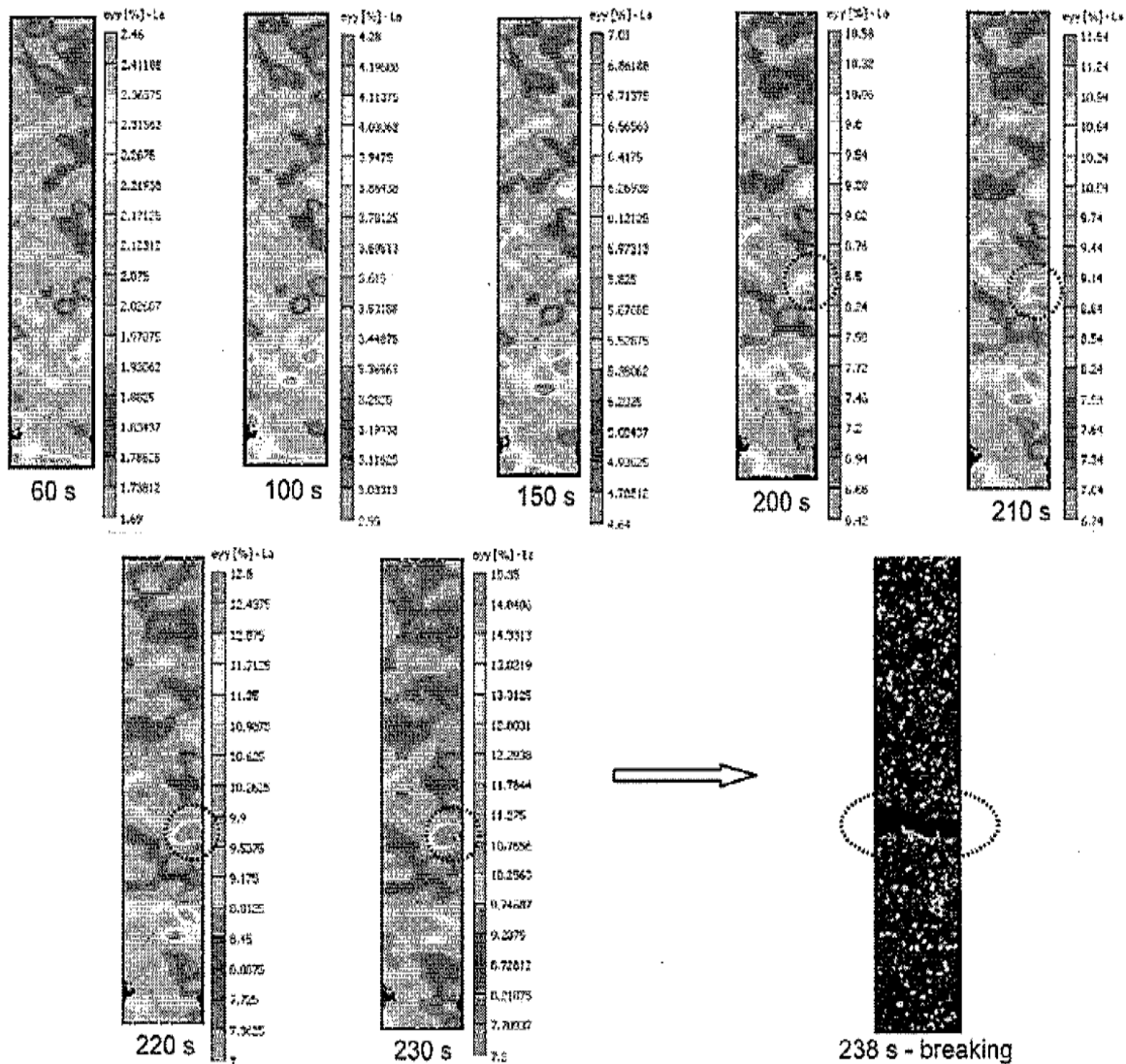


Figure 6. Longitudinal strain field measured by 3D-DIC during the tensile test of an iaWPC30 specimen (30% wood + additive). Note: Breaking occurs at 238 s.

level and each specimen. As that gave too much data, only the strain SD and its mean value have been analyzed. The strain SD is obviously related to the strain gage (optical gage size) chosen in the 3D-DIC parameters (Three-dimensional DIC section). Consequently, a sensitivity study has been done for several strain gage values and several mean strain levels. Results based on strain fields corresponding to the iWPC30 tensile test (Figure 11) are presented in Figure 8. Results for other formulations showed similar tendencies. As expected, the strain SD decreases when increasing the optical gage size (spatial averaging). It can be concluded also that the DIC method is limited by its spatial resolution (the optical gage size) which is in our case larger than the mean size of the wood fiber and close to the size of the larger wood fiber (only 10% of the wooden fibers have a length of more than 1.5 mm). Because strain

gradients are present, we have chosen the minimum value allowed by the software for the strain spatial resolution (about 1.2 mm), insuring that the measured strain value is smaller but not so far from the true strain value.

First, it is necessary to analyze the strain field of a pure HDPE specimen to verify the homogeneity. Figure 9 shows a color map of the strain field at $t=200$ s, and the mean strain and the strain spatial SD vs. time for pure HDPE during tensile. Strain is obviously homogeneous since the strain amplitude at $t=200$ s is very small ($6.9\% < \epsilon_{yy} < 7.22\%$; Figure 9(a)), and in this case, the SD presented in Figure 9(b) may be associated with the uncertainty of the strain measurement by the 3D-DIC method, from 1.5×10^{-1} to 6×10^{-4} in a strain range from 0% to 7% (less than 1% of the average strain value). Without any changes

in the method and in the image correlation parameters. the same tests are conducted with an iWPCf10 sample (Figure 10) and an iWPCf30 sample (Figure 11). By observing Figures 10 and 11, it is clear that the degree of heterogeneity increases with the rise in percentage of injected wood. For 10% wood fiber, the value of the spatial SD of the longitudinal strain is relatively significant (approximately 4% of the average strain value), whereas for 30% wood fiber the value of the SD becomes very significant (until over 15% of the average strain

value). It is found also that the strain heterogeneity increases with the increase of average longitudinal strain, almost proportionally for 10% wood fiber but in an exponential way for the sample which contains 30% of wood. One may suppose that two different phenomena take place as there is 10% or 30% of wood content and after the (linear) elastic limit is reached: for small amount of wood the strain localizations are due to microscopic internal failures (micro-void in the matrix, microscopic cracks as well as very local



Figure 7. Rendering of iWPCf30 (30% wood fiber content) after tomography reconstruction.

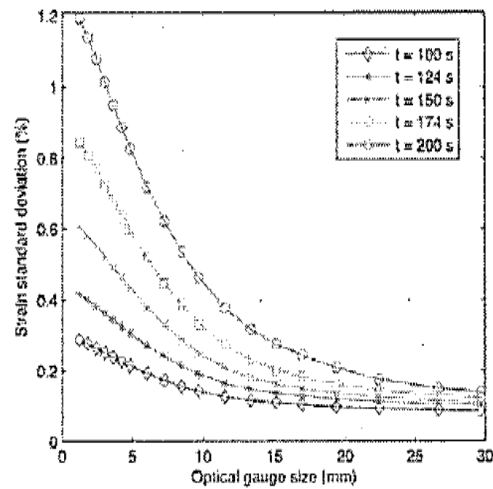


Figure 8. Evolution of the strain SD function of the optical gage size (parameter of the 3D-DIC software). Note: Times in the legend of the figure correspond to times on the abscise in the Figure 11.

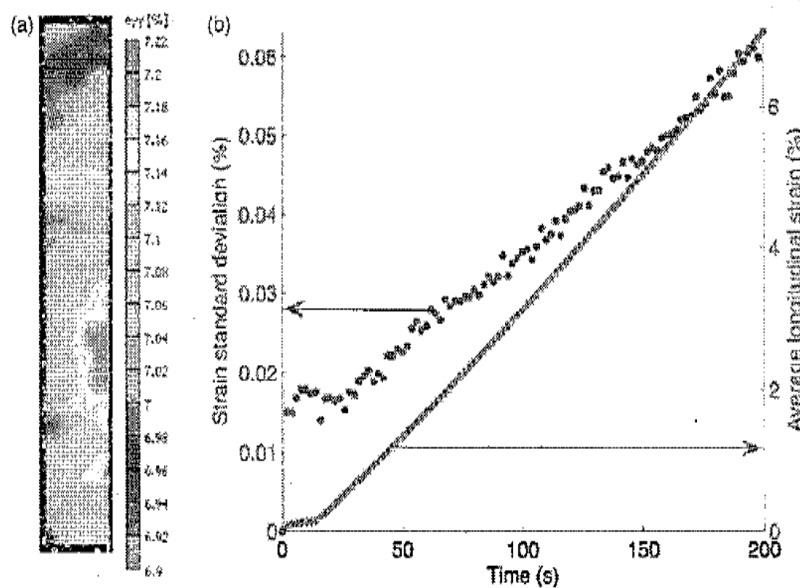


Figure 9. Analysis of the strain heterogeneity of a pure HDPE tensile sample: (a) longitudinal strain field at $t = 200$ s and (b) evolution of the 3D-DIC longitudinal strain spatial SD and mean strain vs. time.

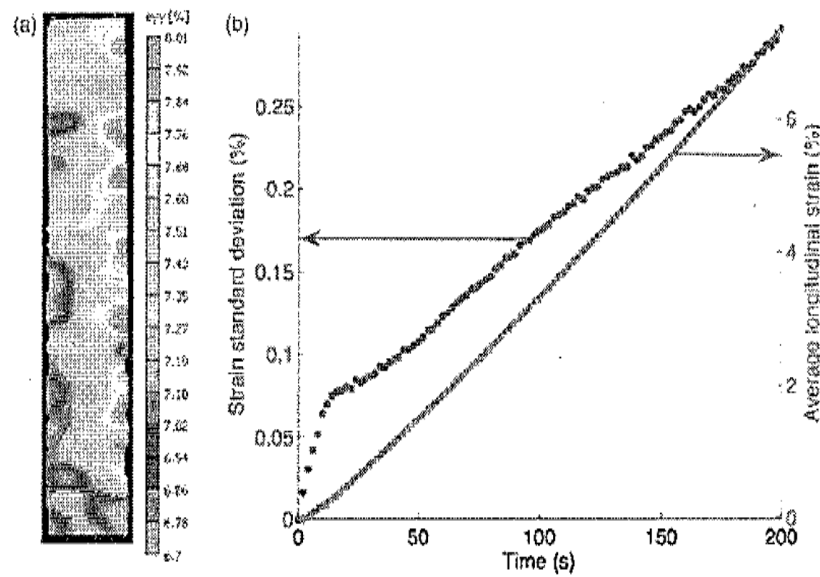


Figure 10. Analysis of the strain heterogeneity of an iWPC10 tensile sample: (a) longitudinal strain field at $t = 200$ s and (b) evolution of the 3D-DIC longitudinal strain spatial SD and mean strain vs. time.

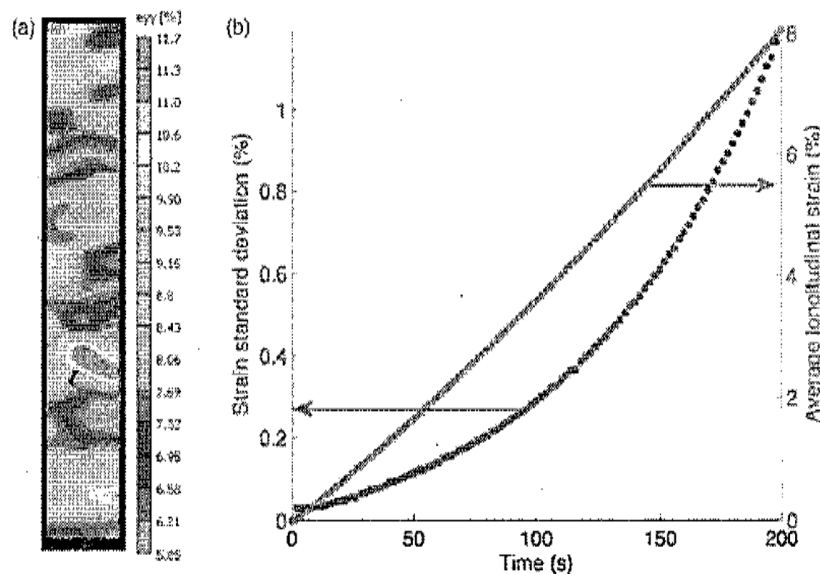


Figure 11. Analysis of the strain heterogeneity for an iWPC30 tensile sample: (a) longitudinal strain field at $t = 200$ s and (b) evolution of the 3D-DIC longitudinal strain spatial SD and mean strain vs. time.

interfacial debonding between wood and HDPE) that increase proportionally with the strain level. The damage of the internal structure comes from all these microscopic phenomena. There is probably a continuous creation of microcracks and decohesion between wood and matrix, and probably not coalescence of the microcracks. Indeed no breaking occurs during the tensile tests for the specimens containing 10% of wood fibers (Figure 4) until very large strains are reached. For 30% wood in the HDPE matrix, the strain

localizations increase in an exponential way with the strain level because, after the linear elastic regime and above strains corresponding to small strain localizations that are due to microscopic internal failures, the amount of strain creates coalescence of the microcracks and (at least) one macroscopic fracture is created. It seems confirmed by plotting histograms of strain fields of Figures 9(a), 10(a), and 11(a) (Figure 12). The histogram for 10% of wood is almost symmetric and rather close to the one corresponding to a Gaussian

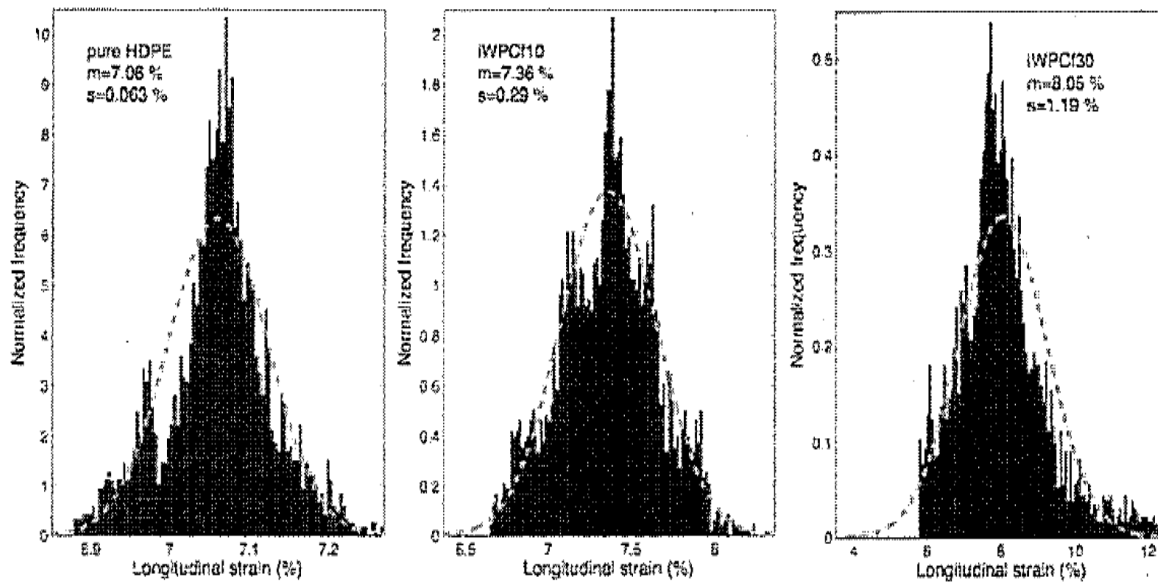


Figure 12. Histograms of the strain fields of Figures 9(a), 10(a), and 11(a). Note: The curves in dashed line are the normal distribution computed with the corresponding measured mean (m) and SD.

distribution, although this distribution widens with regard to the one corresponding to the strain field of the pure HDPE. On the other hand, the histogram for 30% of wood tightens but is not symmetric any more: there is a zone with strain up to 12% on the right corresponding to the development of the macroscopic fracture.

To summarize, for WPC without MAPE additive, the degree of heterogeneity increases both with wood contents and strain levels. As one shows that the heterogeneity is linked to the local damage (microscopic crack and decohesion between fibers and polymeric matrix), the damage and thus the loss of mechanical properties (for sufficiently high strain levels, i.e., after the elastic regime) increases also with the wood contents and strain levels. Coalescence of microscopic internal failures which creates macroscopic fractures is only observed for the 30% of wood content.

Conclusion

The 3D-DIC measurement method has been used on specimens of wood fiber/HDPE composites with and without additive during tensile tests. This method has enabled us to better analyze the mechanical behavior during the damage of these kinds of WPC. On the one hand, it is confirmed that average measurements by 3D-DIC give results very close to measurements by mechanical extensometers. Obviously, the vision-based measurements are contactless and not dependent on the position of the sensor. On the other hand, full-field measurements provided by 3D-DIC make it possible to

observe strain spatial distributions. We showed that the apparent strain heterogeneities observed during the tensile tests of materials with or without MAPE additive are not so linked to the difference in modulus between the constituents, but are mainly a consequence of local microscopic fractures between fibers and matrix. The MAPE coupling agent increases the mechanical performance by postponing the failure between the fibers and the HDPE. The study of the impact of wood contents for WPC without MAPE additive showed that the degree of heterogeneity increases both with wood contents and strain levels, as the damage and thus the loss of mechanical properties (after the elastic regime). Experiments of morphological aspects of fracture using SEM observations are in progress to validate our assumptions and will be the subject of a forthcoming paper.

Acknowledgments

The authors wish to acknowledge Correlated Solutions Inc. for providing the Vic-3D[®] software. The authors wish also to acknowledge Prof. Habib Sammouda (LETTM, H-Sousse, Tunisia), Prof. Alain Graciaa (IPRA, UPPA, France), Bertrand Charrier (Sylvadour, UPPA, France), and Alain Bourmaud (Univ. Bretagne Sud, France) for their technical support.

References

- Rossi LM and Morton J. WPCs: putting innovation on a faster track. In *Proceedings 8th International Conference on Woodfiber-Plastic Composites*. Madison, WI. 23–25 May. 2005.

2. Georgopoulos ST, Tarantili PA, Avgerinos E, Andreopoulos AG and Koukios EG. Thermoplastic polymers reinforced with fibrous agricultural residues. *Polym Degrad Stab* 2005; 90: 303–312.
3. Avelle M, Casale L, Dell'Erba R, Foher B, Macruscelli E and Marzetti A. Broom fibers as reinforcing materials for polypropylene-based composites. *J Appl Polym Sci* 1998; 68: 1077–1089.
4. Clemons C. Wood plastic composites in the United States: the interfacing of two industries. *Forest Prod J* 2002; 52(6): 10–17.
5. Wu J, Yu D, Chan CM, Kim J and Mai JW. Effect of fiber pretreatment condition on the interfacial strength and mechanical properties of wood fiber/PP composites. *J Appl Polym Sci* 2000; 76: 1000–1010.
6. Stark NM and Matuana LM. Polymer degradation and stability: characterization of weathered wood plastic composite surfaces using FTIR spectroscopy, contact angle, and XPS. *Polym Degrad and Stab* 2007; 92(10): 1883–1890.
7. Cui Y, Lee S, Noruziaan B, Cheung M and Tao J. Fabrication and interfacial modification of wood/recycled plastic composite materials. *Compos Part A* 2008; 39(4): 655–661.
8. Stark N and Berger M. Effect of species and particle size on properties of wood-flour-filled polypropylene composite. In: *Proceedings of Conference on Functional Fillers for Thermoplastics and Thermosets*, Madison, USA, 1997.
9. Verbeek CJR. The influence of interfacial adhesion, particle size and size distribution on the predicted mechanical properties of particulate thermoplastic composites. *Mater Lett* 2003; 57: 1919–1924.
10. Herrera-Franco PJ and Valadez-Gonzalez A. A study of the mechanical properties of short natural-fiber reinforced composites. *Compos part B* 2005; 36: 597–608.
11. Adhikary KB, Pang S and Staiger MP. Dimensional stability and mechanical behaviour of wood-plastic composites based on recycled and virgin high-density polyethylene (HDPE). *Compos Part B* 2008; 39(5): 807–815.
12. Wechsler A and Hizirolu S. Some of the properties of wood-plastic composites. *Build Environ* 2007; 42(7): 2637–2644.
13. Najafi SK, Hamidinia E and Tajvidi M. Mechanical properties of composites from sawdust and recycled plastics. *J Appl Polym Sci* 2006; 100(5): 3641–3645.
14. Hugot F and Cazaurang G. Mechanical properties of an extruded wood plastic composite: analytical modeling. *J Wood Chem Technol* 2008; 28: 283–295.
15. Michaud F and Hugot F. Mechanical behaviour of wood plastic composite product for decking application. In: *Proceedings of International Conference on Recent Advances in Composite Materials (ICRACM)*. New Delhi, India, 20–23 February, 2007.
16. Srentovic A, Muller U and Gindl W. Mechanism of stress transfer in a single wood fiber-LDPE composite by means of electronic laser speckle interferometry. *Composites Part A* 2006; 37(9): 1406–1412.
17. Godara A, Raabe D, Bergmann I, Putz R and Müller U. Influence of additives on the global mechanical behavior and the microscopic strain localization in wood reinforced polypropylene composites during tensile deformation investigated using digital image correlation. *Compos Sci Technol* 2009; 69: 139–146.
18. Sutton MA, Orteu JJ and Schreier H. *Image correlation for deformation and shape measurements: basic concepts, theory and applications*. New York: Springer, 2009.
19. Wattrisse B, Chrysochoos A, Muracciole JM and Némz-Gaillard M. Analysis of strain localization during tensile tests by digital image correlation. *Exptl Mech* 2000; 41(1): 29–39.
20. Lagattu F, Bridier F, Villechaise P and Brillaud J. In-plane strain measurements on a microscopic scale by coupling digital image correlation and an in-situ SEM technique. *Mater Char* 2006; 56(1): 10–18.
21. Héripré E, Dexet M, Crépin J, Gélchart L, Roos A, Bornert M and Caldemaison D. Coupling between experimental measurements and polycrystal finite element calculations for micromechanical study of metallic materials. *Int J Plast* 2007; 23(9): 1512–1539.
22. Roters F, Eisenlohr P, Hantcherli L, Tjahjanto DD, Bieler TR and Raabe D. Overview of constitutive laws, kinematics, homogenization and multiscale methods in crystal plasticity finite-element modeling: theory, experiments, applications. *Acta Materialia* 2010; 58(4): 1152–1211.
23. Efstathiou C, Schitoglu H and Lambros J. Multiscale strain measurements of plastically deforming polycrystalline titanium: Role of deformation heterogeneities. *Int J Plast* 2010; 26(1): 93–106.
24. Godara A and Raabe D. Influence of fiber orientation on global mechanical behavior and mesoscale strain localization in a short glass-fiber-reinforced epoxy polymer composite during tensile deformation investigated using digital image correlation. *Compos Sci Technol* 2007; 67(11–12): 2417–2427.
25. Wang Y and Cuitino AM. Full-field measurements of heterogeneous deformation patterns on polymeric foams using digital image correlation. *Int J Solids Struct* 2002; 39(13): 3777–3796.
26. Bergonnier S, Hild F, Rieunier JB and Roux S. Strain heterogeneities and local anisotropy in crimped glass wool. *J Mater Sci* 2005; 40(22): 5949–5954.
27. Bornert M, Vals F, Gharbi H and Nguyen Minh D. Multiscale full-field strain measurements for micromechanical investigations of the hydromechanical behaviour of clayey rocks. *Strain* 2010; 46(1): 33–46.
28. Helm JD, McNeill SR and Sutton MA. Improved three-dimensional image correlation for surface displacement measurement. *Optical Eng* 1996; 35(7): 1911–1920.
29. Vic-3D and Vic-snap softwares. Correlated Solutions Incorporated, <http://www.correlatedsolutions.com/> 2010.
30. Robert L, Nazaret F, Cutard T and Orteu JJ. Use of 3-D digital image correlation to characterize the mechanical behavior of a fiber reinforced refractory castable. *Exp Mech* 2007; 47: 761–773.
31. Sutton MA, Yan JH, Tiwari V, Schreier HW and Orteu JJ. *The effect of out of plane motion on 2D and 3D digital image correlation measurements* *Optic Laser Eng* 2008; 46(10): 746–757.

32. Buffière JY, Maire E, Cloetens P, Lormand G and Fougères R. Characterization of internal damage in a MMCp using X-ray synchrotron phase contrast microtomography. *Acta Materialia* 1999; 47(5): 1613–1615.
33. Maire E, Buffière JY, Salvo L, Blandin JJ, Ludwig W and Létang JM. On the application of X-ray microtomography in the field of material science. *Adv Eng Mater* 2001; 3(8): 539–546.
34. Lenoir N, Bornert M, Desrues J, Bésuelle P and Viggiani G. Volumetric digital image correlation applied to X-ray microtomography images from triaxial compression tests on argillaceous rock. *Strain* 2007; 43: 193–205.

ICRACM2010 - 3rd International Conference on Recent Advances in Composite Materials

Effect of carbon chain graft and additive on wood fiber/HDPE composite behavior Limoge, France, December 13-15, 2010:

T. Ben Mbarek^{1,4}, L. Robert^{2,3,1}, F. Hugot⁵, J.-J.Orteu^{2,3}, H. Sammouda¹, A. Graciaa⁴, B. Charrier⁴

¹LETTM, Ecole Supérieure des Sciences et de Technologie de H-Sousse, rue Lamine ElAbbassi, 4011 H-Sousse, Tunisie

²Université de Toulouse; INSA, UPS, Mines Albi, ISAE ; ICA (Institut Clément Ader); Campus Jarlard, F-81013 Albi, France

³Ecole des Mines Albi, Campus Jarlard, F-81013 Albi, France

⁴Sylvadour, IUT des Pays de l'Adour, 371 rue du Ruisseau BP 201 40004 Mont-de-Marsan, France

⁵Université de Limoges, ENSIL, 16 rue Atlantis, Parc ESTER Technopole, BP 6804, 87068 Limoges, France

Abstract. In recent years, many studies have been conducted on the development of wood plastic composites (WPC_s) because they are economic, environmentally friendly, and show fairly good performance. The compounding of polymer plastic and wood fibers often leads to poor mechanical properties of the composites because the poor compatibility between the polar hydrophilic woods fibers and the non-polar hydrophobic polyethylene. In this study, the mechanical properties and the effect of maleic anhydride modified polyethylene (MAPE) and the length of the carbon chain graft (CCG) between of a high density polyethylene injected (HDPE) matrix and *pinus pinaster* wood fiber from composites and four WPC formulations specimens (with or without additive and with 10% or 30% wood) were studied. Tensile test was carried out. The 3-DDIC method is used to determine strain fields and strain mean values. The modulus of elasticity (MOE) provided by a Maxwell-Bingham model fitted to the experimental tensile curves is analyzed for several WPC formulations depending on the wood contents, the length of the carbon chain grafted and the addition of additive. Furthermore, Scanning Electron Microscope (SEM) is used to characterize the morphology of the wood fibre/HDPE matrix interface for specimens with the carbon chain graft.

INTRODUCTION

Currently, the production of wood plastic composites (WPCs) composed by thermoplastic matrix and wood fillers (fibers or flour) is obviously increased in the world [1]. WPCs market reaches about one million tons annually in North America for only some ten thousands tons in Europe. In the United States, the request should increase by 10% per annum and it will reach 5.5 Billion dollars by 2011. This composite presents many advantages such as a good performance, a low cost, a low maintenance, a break resistance, a high aesthetical quality (color, touch ...), a low toxicity... For these reasons, recently, such material has attracted the attention of many researchers.

However, poor compatibility between hydrophilic woods fibers and hydrophobic polymer matrix due the low resistance to moisture, the tendency of aggregates during the processing and the low thermal stability, is one of the major disadvantages because it often leads to a non-uniform dispersion of fibers within matrix [2, 3, 4].

Many researches have been made in order to improve the affinity and adhesion between fibers and thermoplastic matrices. The chemical “coupling” or “compatibilizing” agents are widely used as a solution to strengthen composites containing fillers and fibre reinforcements [4]. In small quantities, these substances, typically polymers are able to treat a surface and make a bond with other surfaces; wood and thermoplastics for example.

Also, as another solution, some chemical treatments can be used to modify the properties of plants fibers. Some compounds are known to promote adhesion by chemically coupling the adhesive to the material, such as sodium hydroxide, silane, acetic acid, acrylic acid, isocyanates, potassium

¹ e-mail: Laurent.Robert@mines-albi.fr

permanganate, peroxide, etc. **T.J. Keener et al [5]** had studied the effect of the MAPE on the WPC, and they show that the new polyethylene couplers at 3% loading can double the tensile strength and triple the impact properties compared to non-coupled blend of wood and polyethylene.

To improve the toughness of wood-fiber/polypropylene composites and the interfacial compatibility between wood fibers and polypropylene, **DANG et al [6]** had used as modifiers the maleic anhydride grafted polypropylene (PP-g-MAH) and the maleic anhydride grafted styrene-ethylene-butadiene-styrene copolymers (SEBS-g-MAH) and they show that the mechanical properties of the composites were significantly improved because of the good

interfacial bonding between wood fibers and polypropylene when PP-g-MAH and SEBS-g-MAH were added. **R. Gosselin and D. Rodrigue [7]** had studied the effect of coupling agent MAPP on foam WPC based on postconsumer HDPE/PP blends and yellow birch wood fibers were injection molded. The microscopic properties studied shows that the skin thickness changes with MAPP content (0 to 10 wt% of wood content). **K. B. Adhikary et al [8]** examine the stability, mechanical properties, and the microstructure of wood-plastic composites, which were made using either recycled or virgin high-density polyethylene (HDPE) with wood flour (*Pinus radiata*) as filler. They show that the composites treated with coupling agents (MAPP by 3–5 wt %) in the composite will be desirable as building materials due to their improved stability and strength properties. **Y. Cui et al [9]** used to improve the interfacial adhesion between the wood fiber and the HDPE, a coupling agent, maleic anhydride modified polypropylene (MAPP), together with three surface treatments (an alkaline method, a silane method and an alkaline followed by silane method) were used to treat the wood fibers. The surface chemistry of the treated fibers was evaluated using Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) technique. They show that wood/recycled plastic composite (WRPC) material with wood fiber treated by the alkaline followed by silane treatment method together with the MAPP coupling agent possesses good mechanical properties.

In addition, few studies used the new methods such non-contact optical to analyze the mechanical properties and the effect from coupling agent and treatment wood of WPCs. **A. Godara et al [10]** studied the Influence of additives on the global mechanical behavior and the microscopic strain localization in wood reinforced polypropylene composites during tensile deformation investigated using digital image correlation, and found the addition of coupling agent (MAPP) proved to be more efficient than acetylation in increasing overall mechanical performance (stiffness and strength) and inducing global microstructural homogeneity (distributed localized strain). In this research, the analysis of the mechanical behaviour of HDPE and waste *Pinus radiata* sawdust were used by 3-D Digital Image Correlation (3D-DIC) also known as stereo-correlation. The effect of length of the carbon chain graft, maleic-anhydride-polyethylene (MAPE 3%), mechanical properties and microstructure were investigated.

2. Material and experimental method

2.1 Wood plastic composite material

In our study, the polymeric matrix of the WPC is a polymer high density polyethylene (HDPE). Lacqtene HDPE (MFI=2,5 g/10min) polymer granulates are from Atofina and additives coupling used as compatibiliser is Maleic Anhydride Polyethylene (MAPE). The characteristics of wood fibres (*pinus pinaster*) are given in figure 1. Optical scanning device of fibre (MorFi LB01 system from Techpap) is used to determine the size distribution in frequency of the wood fibres. The very small elements (length < 30 µm), called fines, represent about 76% in total length and 17% of the total surface of all analyzed elements.

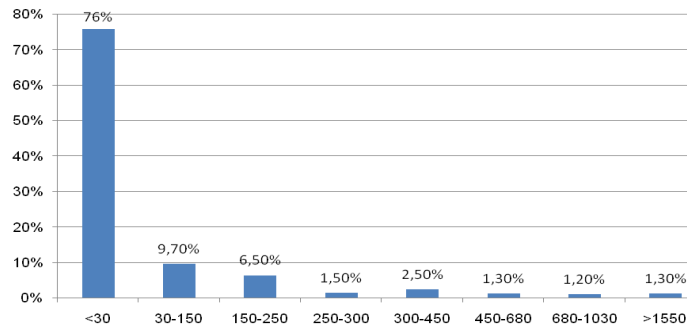


Fig. 1. Morphological characteristics and size distribution of wood fibres (*pinus pinaster*).

After wood fiber drying, premixed wood/HDPE pellets are done by extrusion process in a single screw device. Then $4 \times 10 \text{ mm}^2$ section tensile specimens are produced by injection. Parameters are set at: injection temperature 200°C , zone 1 = 160°C , zone 2 = 170°C , zone 3 = 180°C , mould temperature from 50°C to 70°C ; injection pressure = 100 bars, injection speed = 47 mm/s, speed of screw = 60 mm/s; holding time = 6 sec, cooling time = 25 sec. Indexation of realized formulations of WPC with or without additive is presented in table 1.

Index	Description
iWPCf30	30% wood without additive
iaWPCf30	30% wood with 3% of MAPE additive

Table 1. WPC formulations.

Treatment of wood fibres

The wood fibres undergo an extraction to eliminate the extractable ones from wood (terpenes, lignanes, stilbenes...) in order to eliminate from the parasites from the reaction from grafting by acetylation from lignocellulose. These tests will be carried out on the specimens in injection with the fluid PEHD and a percentage of wood of 10 and 30%. The denomination of the grafted WPC is done by the addition of the number of carbon constituting the grafted chain, the weight saving of wood fibre following the reaction of acetylation, example: WPCf with 30% of wood fibres and grafted - O - CO - (CH₂)₈ - CH₃ with a gain of mass is of 12% will be named WPCf 10Cgm10 (30%) (table [2])

Chemical reaction on wood	Symbol	Nomenclature for the ratios	Gain of mass
Bois - O - CO - CH ₃	M0	2Cgm10 (10 and 30%)	14 %
Bois - O - CO - CH ₂ - CH ₃	M1	3Cgm20 (10 and 30%)	26 %
Bois - O - CO - (CH ₂) ₂ - CH ₃	M2	4Cgm10 (10 and 30%)	10 %
Bois - O - CO - (CH ₂) ₈ - CH ₃	M3	10Cgm10 (10 and 30%)	12 %
Bois - O - CO - (CH ₂) ₁₆ - CH ₃	M4	18Cgm20 (10 and 30%)	23,5 %
Bois - O - CO - CH ₂ - CH ₃ + MAPE	M5	3Cgm20MAPE (10 and 30%)	22,8 %

Table 2. Formulation of treated fibres

2. 2 Experimental methods

Tensile Test

Tensile tests are based on the standard guide for evaluating mechanical properties of WPC products (ASTM D 7031-04). They are performed at room temperature on a electro-mechanical universal testing machine (Instron 5800R) with a crosshead speed of 2 mm/min. A set of 4 specimens for each formulation is tested. The dimensions of the specimens are 10 in width, 4 mm in thickness and 150 mm in length. Strain measurements can be performed using a mechanical extensometer that is characterized by a 50 mm gauge length.

Morphological study

The fracture surface of the sample was sputter-coated with gold deposit before examination to have a better observation with environmental scanning electron microscope (ESEM 30).

Stereo-vision Digital Image Correlation (SDIC)

The 3-D DIC method is based on both digital image correlation (DIC) and stereovision [11]. For tensile tests the 3-D DIC method is used to determine strain fields and strain mean values. the stereo-rig is composed of two 8 bit Qicam (Qimaging) CCD cameras allowing a 1360x1036 pixels resolution, equipped with Nikon 50 mm aperture 11 lenses. The calibration and numerical image processing are carried out with the assistance of the Vic-3D[®] commercial software [12]. Because of the very small optical contrast of the fibres in the matrix, and in order to increase the resolution and spatial resolution, a random black-and-white speckle pattern was created at the surface of the specimen by using spray paint. The 3-D DIC parameters as follow: region of interest (ROI) of 60x10 mm², magnification factor of 16.5 px/mm, subset size of 19x19 pixels² corresponding to a 1.18 mm displacement spatial resolution, strain spatial resolution (optical gauge size) of 1.5 mm (25x25 pixels²) and acquisition frequency of 0.5 Hz.

3. Results and discussion

3.1. Validation of the SDIC measurements

In the first part, we compared measurements by SDIC (Green-Lagrange strain) to the one by the mechanical extensometer. The magnification is adjusted so that the line of the considered ROI will be the same of the gauge of the extensometer (Fig. 2. a). Fig. 2. b shows that the behaviour curve plotted from the 3-D DIC values follows the behaviour curve plotted with the values measured by the extensometer. The Modulus of Elasticity (MOE) of iaWPCf30% is evaluated from the stress/strain curve show a small difference of about 1,4% in the evaluated MOE is found (1962 MPa for the SDIC method compared to 1990 MPa for the extensometer). These very small difference are due to the strains measured by the extensometer are more dependent on crack location sites. These results confirm that strain values measured by SDIC are in agreement with strain values measured by mechanical extensometers.

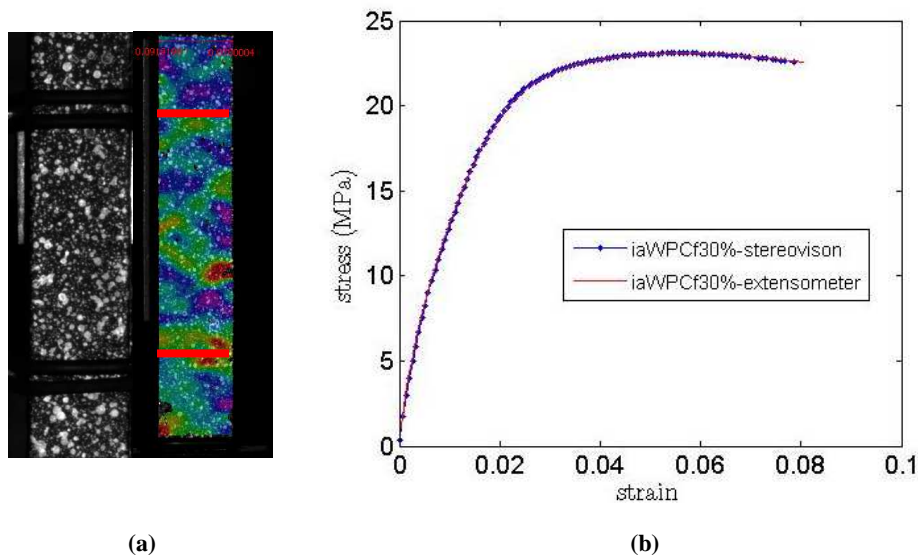


Fig. 2. a. Line of the considered ROI of SDIC and the gauge of extensometer
b. Strain is measured by 3-D DIC and by the mechanical extensometer (iaWPCf30).

3. 2. Mechanical properties of PEHD, iWPCf30, iaWPCf30, M1 and M1-MAPE

The SDIC method is used during tensile tests, at room temperature, of the five WPC formulations specimens (with or without the carbon chain graft and with or without additive and the same wood percent (30%), see Tab[mat].). The value of the longitudinal strain is evaluated as the mean spatial strain over all the N calculated points in the ROI using parameters of the digital image correlation presented below. The stress is the global force divided by the initial section. The root cause of the morphological and various chemical is due of the interaction between polymer matrix (PEHD) and the surface of wood fiber during injection processing. In order to raise this problem, we study the effect of the chain carbon graft (three carbons) and the MAPE on the mechanical properties of our composite. Mechanical properties are summarized in **Table [3]**. We observe that the pure-HDPE showed the higher strain at fracture but the lower MOE. The MOE for M1-30% and M1-MAPE-30% increases four fold more than the MOE of pure-PEHD but the fracture strain decreased (~80%) **Table [3]**. These results lead from the increased interfacial properties. The MOE of M1-30 (without MAPE) increased twice with chain graft as much as iWPCf30% but the fracture strain decreased (~50%) and also the MOE of M1-30 (with MAPE) increased almost twice as much as iaWPCf30, **Tab [3]**.

For composite containing 30% (without Carbon chain grafted) the adding coupling agent (iaWPCf30%) increased the MOE and MOR but the fracture strain remains almost similar with (iWPCf30%), Tab. the same time MOR decreases from 23 to 13,95 MPa for iaWPCf30 and M1-30%+MAPE respectively. In fact, ultimate stress is more related to fibre matrix interface performance than MOE which is delimited by elastic linear domain defined at low stress level for these composites **[13]**. Low MOR is relevant of a lack of adhesion between wood and plastic. In the other hand iWPCf30% (without MAPE and CCG) present the MOE more important than the MOE of pure-PEHD. They various results show that the addition of 30% of wood fibers enhances the mechanical properties of WPC and the carbon chain graft (treated wood) improves the interfacial adhesion properties than the interphase **[10]** and that the adding MAPE increases the compatibility between the hydrophobic matrix (HDPE) and hydrophilic wood fibres.

Formulation	Pure-PEHD	iWPCf 30%	iaWPCf 30%	M1 30%	M1+MAPE 30%
MOE (MPa)	760	1550	1800	3140	3489
	(13)	(25)	(10)	(20)	(22)
MOR (MPa)	15,5	14,4	23	14,5	13,95
	(0,2)	(0,6)	(0,4)	(0,7)	(0,6)
Fracture strain (%)	10,5	5,9	5,4	3,2	2,7
	(0,4)	(0,4)	(0,5)	(0,2)	(0,3)

Table 3 : Modulus of elasticity (MOE), modulus of rupture (MOR) and fracture strain for the five WPC formulations. MOE is calculated as the tangent at $\epsilon=0$ of a fitted Maxwell-Bingham equation ($\sigma=a(1-\exp(-b \epsilon))$) onto experimental data. Values are the mean oven all the tensile tests. Values in brackets are the standard deviation.

The stress-strain behaviour of all the HDPE-wood fibers composites under tensile loading is presented in **Fig. 3** . It reveals a global non linear behaviour for all these WPC and it could be considered that the behavior is linear for very small deformations. This behavior can be modeled in the area where the stress remains monotonous by the Maxwell-Bingham model $\sigma = a(1 - \exp(-b\epsilon))$ where a and b are parameters. A fitting of this model is presented in **Fig. 3** for the iaWPCf30 formulation (strait line).

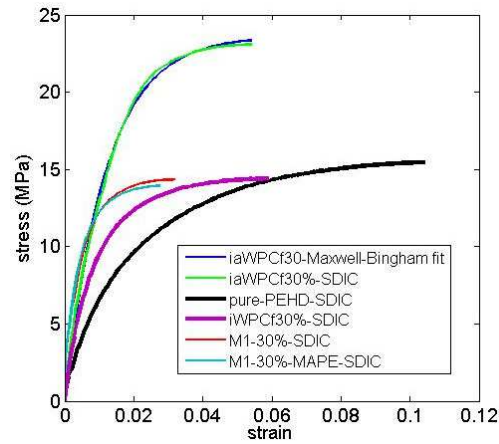


Fig. 3. Tensile Stress/strain curves of HDPE/wood fibres

3. 3. Effect the length of the chain of carbon on the properties mechanics of the WPC

In this section, the SDIC method is used during tensile test was performed to study the effect of the length carbon chain on tensile behaviour. Our results showed the increase wood content leads to improve MOE properties (Fig. 4. a) for different formulations and **that the** use of MAPE additive (M5) enhance efficiently this effect. The MOE of the different formulations (without MAPE) is found to lie in the range of 1165 MPa (M0) and 1205 MPa (M3) for 10% of wood content and 2377 MPa (M2) and 3246 MPa (M4) for 30% but the MOE does not increase with the length of carbon chain (for example the M1 have a higher MOE than M3(Fig.4. a)). This indicate that the length of the chains do not influence the characteristics significantly. In the other hand, the Modulus of Rupture (MOR) decreased with the increasing wood content for 10% and 30% for the specimen. In addition, MOR increased with the length of carbon chain (without MAPE) from 15, 45 (M0-10%) to 17, 1 (M4-10%) and from 14, 1 (M0-30%) to 16,6 (M4-30%) (Fig. 4. b). This last result shows that the length of the carbonaceous chain is large more the constraint rupture increases.

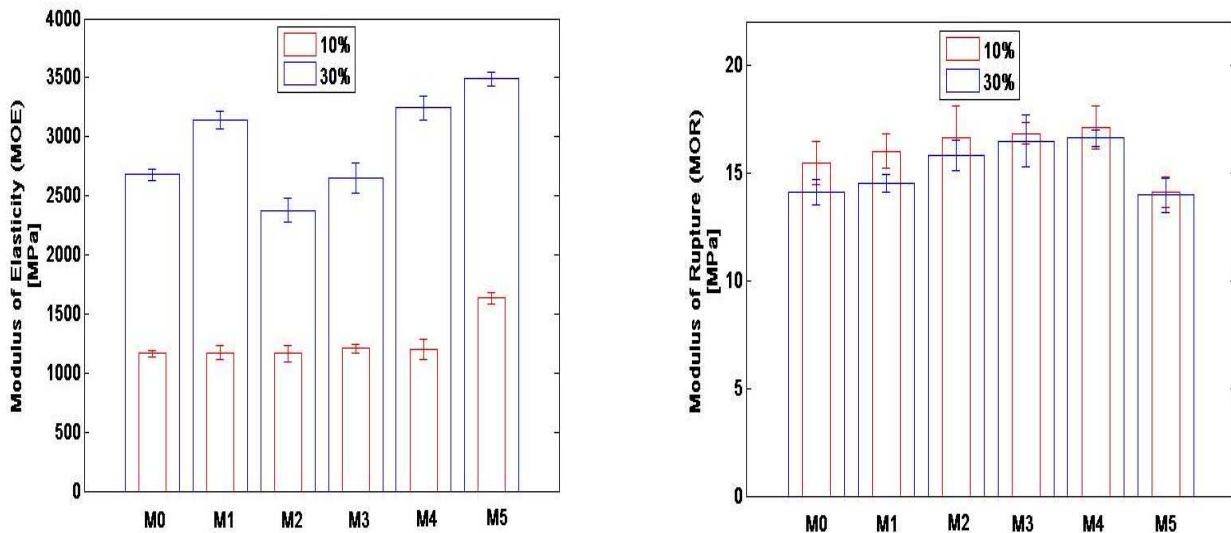


Fig. 4. Summarizes the characteristic mechanical data obtained from the set of four tensile tests performed for each specimen's formulation, namely Modulus of elasticity (MOE) and modulus rupture (MOR). To recall: (M0 = wood-O-CO-CH2-CH3, M1 = wood-O-CO-CH2-CH3, M2 = wood-O-CO-(CH2)2-CH3, M3 = wood-O-CO-(CH2)8-CH3, M4 = wood-O-(CH2)16-CH3, M5 = M1+MAPE = wood-O-CO-CH2-CH3-MAPE).

3. 4. Morphology

Microstructure of the fracture surface of M1. Tensile specimens is examined using SEM. The grafts with 3 carbons act as a nucleating loads on the matrix. We can see the sites of grafting (Figure), the PEHD fixes itself by Van der Waals bonding. Figure shows that the PEHD gets into the pores of wood thus increasing the surface of contact to the interface (figure). Since the constraints have been distributed better, the mechanical properties of the composites are improved. This is due because the polarity of wood fibers became more low after the transformation of the hydroxylgroups of hemicellulose and lignin into the acetylgroups, what will allow him a higher compatibility with the nonpolar PP matrix. This result is in agreement with the micrographs taken in the DISC during tensile test.

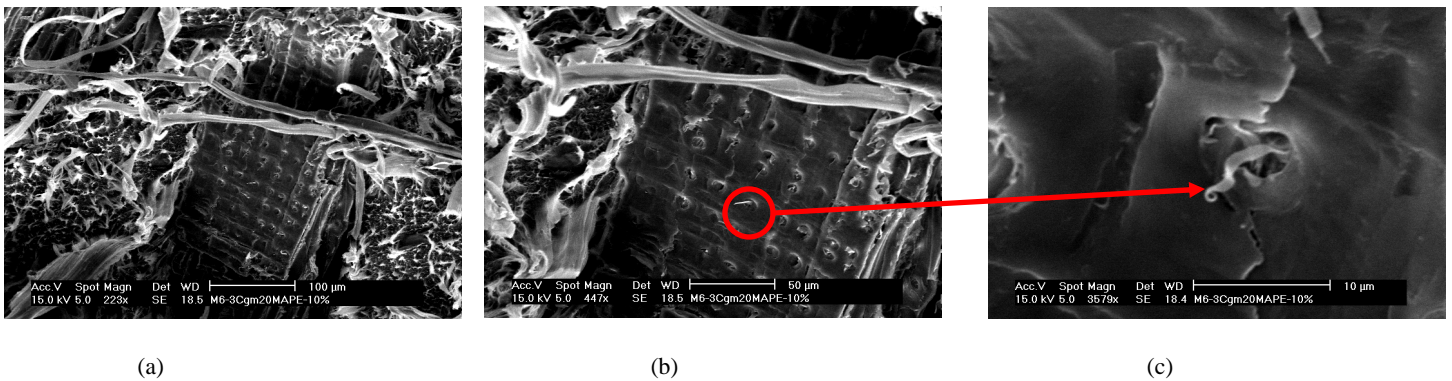
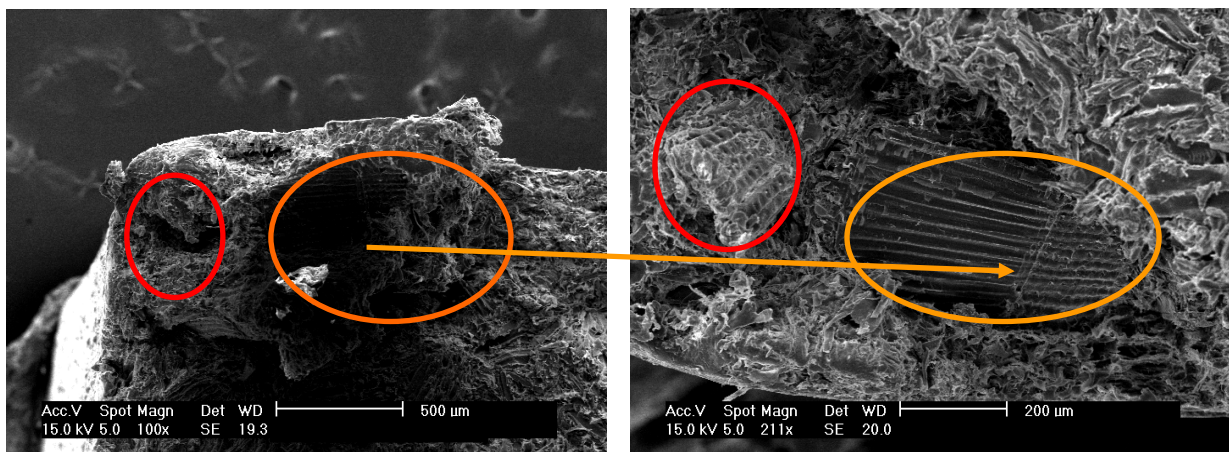


Fig. 5. SEM micrographs of fracture surfaces (M1.), (a) 223x (b) 447x (c) 3579x

In the other hand, we observe in the edge of the specimen the presence of the cavity (fig a) and pulled-out fibres (fig. b) because before the rupture the fibre was oriented in the tensile direction. In the other case the fibre circled by the orange line (Fig. b) leaves its imprint in the other face (Fig a). This can be explained by a lack of MAPE in this region what leads to a poor bonding in the interface between HDPE matrix and wood fibres [14]



(a) Face 1 (100x) (b) Face 2 (211x)
Fig. SEM micrographs of fracture surfaces M1 (30%)

4. Conclusions

In this study, the 3-D digital image correlation (3D-DIC) is used during the tensile tests. The measurements using stereo-correlation give similar results obtained by usual mechanical extensometer. The carbon chain graft (treated wood) improves the interfacial adhesion properties than the interphase and the coupling agent the adding MAPE increases the compatibility between the

hydrophobic matrix (HDPE) and hydrophilic wood fibers. The length of the carbon chains does not influence the characteristics significantly. Moreover, MOR increased with the length of carbon chain (without MAPE). In the other hand, SEM shows the treat wood lead the PEHD gets into the pores of wood thus increasing the surface of contact to the interface and the lack of MAPE decrease the mechanical properties of WPC.

References

- [1] Beldzki AK, Faruk O, Huque M. Physico-mechanical studies of wood fiber reinforced composites. *Polym Plast Techn Eng* 2002; 41 (3): 435-51.
- [2] Hristov, V.N., Lach, R., Grellmann, W.. 2004a. Impact fracture behavior of modified polypropylene/wood fiber composites [J]. *Polymer Testing*, 2: 581-589.
- [3] Bismarck, A., Baltazar-Y-Jimenez, A., Sarlkakis, K., 2006. Green composites as Panacea? Socio-economic aspects of green materials. *Environment, Development and Sustainability* 8 (3), 445–463.
- [4] Kim, J.-P., Yoon, T.-H., Mun, S.-P., Rhee, J.-M., Lee, J.-S., 2006. Wood– polyethylene composites using ethylene–vinyl alcohol copolymer as adhesion promoter. *Bioresource Technology* 97 (3), 494–499.
- [5] T.J. Keener*, R.K. Stuart, T.K. Brown, 2004. Maleated coupling agents for natural fibre composites. *Composites: Part A* 35, 357–362.
- [6] Wenjie DANG, Yongming SONG, Qingwen WANG, Weihong WANG, 2008. Improvement and mechanical properties of modified wood fiber/polypropylene composites. *Front. For. China* 2008, 3(2): 243–247.
- [7] R. Gosselin and D. Rodrigue, 2006. Injection Molding of Postconsumer Wood-Plastic Composites I: Morphology. *Journal of Thermoplastic Composite Matrix*. Volume 19, Issue 6, 639-659.
- [8] Kamal B. Adhikary, Shusheng Pang, Mark P. Staiger, 2008. Dimensional stability and mechanical behaviour of wood–plastic composites based on recycled and virgin high-density polyethylene (HDPE). *Composites: Part B*. Volume 39, 807-815.
- [9] Yihua Cui, Stephen Lee, Bahman Noruziaan, Moe Cheung, Jie Tao, 2008. Fabrication and interfacial modification of wood/recycled plastic composite materials. *Composite: Part B*. Volume 39, 655-661.
- [10] A. Godara, D. Raabe, I. Bergmann, R. Putz and U. Müller (2009). Influence of additives on the global mechanical behavior and the microscopic strain localization in wood reinforced polypropylene composites during tensile deformation investigated using digital image correlation. *Composites Science and Technology* 69, 139-146.
- [11] M.A. Sutton, J.-J. Orteu, H.W. Schreier, (2009). *Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements*, Springer
- [12] Vic-3D software, CSInc, <http://www.correlatedsolutions.com/> (2009)
- [13] Michaud F, Hugot F. Mechanical behaviour of Wood Plastic Composite product for decking application, ICRAM 2007, New Delhi, India, 20-23 february 2007.
- [14] Kamal B. Adhikary, Shusheng Pang, Mark . Staiger (2008). Dimensional stability and mechanical behaviour of wood–plastic composites based on recycled and virgin high-density polyethylene (HDPE). *Composites: Part B* 39, 807–815.

Résumé de la thèse de Talel Ben MBAREK

« Utilisation d'une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique des composites bois/plastique 'WPC' »

Dans cette étude, les propriétés mécanique et la microstructure du polyéthylène à haute densité (PEHD)/ fibres de bois (*Pinus pinaster*) ont été caractérisés. Le comportement en traction et en flexion 4 points de composites fibre de bois/polyéthylène (WPC) avec et sans additif a été étudié en utilisant des mesures de champs par stéréo-corrélation d'image numériques. Nous avons tout d'abord comparé les mesures de déformation longitudinale par stéréo-corrélation d'image à celles mesurées par extensométrie mécanique au cours d'un essai de traction simple uni-axial. Les valeurs de déformation macroscopique mesurées sont comparables à celles obtenues par extensométrie mécanique classique. Quatre formulations ont été testées (avec ou sans l'additif et avec 10% ou 30% de bois) au travers des essais de traction et flexion 4 points en utilisant la méthode par stéréo-corrélation d'image. Nous avons pu ainsi corréler la visualisation combinée des images enregistrées par les caméras au comportement mécanique ainsi qu'aux modifications des surfaces des composites. Les résultats ont montré que les singularités au niveau de la surface des échantillons ainsi que la présence des fibres de bois (dans les proportions utilisées durant nos essais) n'ont pas d'effets sur la qualité du composite. La stéréo corrélation d'images nous permet d'avoir une information précise sur le cisaillement tant d'un point de vue quantitatif que qualitatif. L'essai cyclique a été utilisé pour analyser l'endommagement du composite. Les courbes en traction et flexion ont montré un comportement global non-linéaire. Le module d'élasticité (MOE) est évalué par la tangente à l'origine d'un modèle de Maxwell-Bingham ajusté par optimisation sur les courbes expérimentales. Les cartographies fausses couleurs du champ de déformation du WPC ont été présentées. D'autre part, on a analysé le comportement endommageable et le degré d'hétérogénéité pour différents pourcentages de bois à l'aide des valeurs de l'écart type spatial du champ de déformation longitudinale. Par cette technique, nous avons également pu étudier les propriétés mécaniques en traction et en compression à partir d'un essai de flexion 4 points. Le second objectif était d'améliorer la performance des liaisons entre les fibres de bois hydrophiles polaires et la matrice plastique de PEHD hydrophobe non polaire. Pour cette raison, la fibre de bois a été traitée par anhydride maléique de polyéthylène (MAPE) (greffage par copolymérisation) et acétylée (greffage de chaîne de carbone). Dans cette partie, nous avons étudié l'effet de MAPE ainsi que la longueur de la chaîne de carbone greffée sur les propriétés mécaniques du WPC. Par ailleurs, nous avons pu observer et caractériser la morphologie à l'interface fibre de bois/HDPE du WPC greffé en utilisant un microscope électronique à balayage (MEB).

Mots-clés : Matériaux composite, stéréo-corrélation d'image, fibres de bois, matrice de polyéthylène, composite bois plastique, propriétés mécaniques, propriétés élastiques, mesure de déformation, endommagement, hétérogénéité.

Summary of Talel Ben MBAREK pHD Thesis

« *Mechanical behavior of Wood Plastic Composites investigated by 3D Digital Correlation* »

In this study, the mechanical properties and microstructure of high density polyethylene (HDPE)/wood fibre (*pinus pinaster*) composites are investigated. The tensile behaviour and four-bending of wood-plastic composite (WPC) with or without additive is studied using full-field strain measurements by 3D digital image correlation.

Firstly we have compared longitudinal strength obtained by stereo correlation with mechanical extensometer for the same tests. It is shown that macroscopic values of the longitudinal strain are closed to those measured by mechanical extensometers using standard mechanical tests. Four injected WPC formulations (with or without additive and with 10% or 30% of wood) are considered. WPC surface particularities and wood fibers distribution on samples have no effect on WPC mechanical performances. Also 3D digital image correlation gives information on tensile performances (from quality and quantity point of view). Cyclic tensile tests have been performed in order to analyse the damage of material. A non-linear behaviour is shown. The Modulus of Elasticity (MOE) is provided by a Maxwell-Bingham model fitted to the experimental tensile curves. Color maps of the spatial strain distribution are commented. Moreover, the damage behaviour and the degree of heterogeneity for several percentages of fibre wood-based WPC are analysed thanks to the spatial standard deviation of the longitudinal strain field. With this technology it was possible to study of the mechanical properties in tensile and compression during four bending test. The second objective was to improve the link between PEHD matrix and wood fibres because of the incompatibility between the polar hydrophilic wood fibres and the non-polar hydrophobic polyethylene. For this reason, the wood fibre was treated by maleic polyethylene anhydride (MAPE) (grafting by copolymerization) and was acetylated (grafting of carbon chain). In this part, the effect on the mechanical properties, of maleic anhydride modified polyethylene (MAPE) and of the length of the carbon chain graft (CCG) between a (HDPE) matrix and wood fiber is studied. Furthermore, Scanning Electron Microscope (SEM) is used to characterize the morphology of the wood fibre / HDPE matrix interface for specimens with carbon chain grafted.

Keywords :

Materials composite, 3-D Digital image correlation, wood fibres, polyethylene matrix, wood plastic composite, mechanical properties, elastic properties, strain measurement, damage, heterogeneity.