



**HAL**  
open science

# Élaboration et propriétés des composites polypropylène recyclé/fibres de bambou

P Nguyen Tri, A Guinault, C Sollogoub

► **To cite this version:**

P Nguyen Tri, A Guinault, C Sollogoub. Élaboration et propriétés des composites polypropylène recyclé/fibres de bambou. *Matériaux & Techniques*, 2012, 100, pp.413-423. 10.1051/mattech/2011139 . hal-01200819

**HAL Id: hal-01200819**

**<https://hal.science/hal-01200819>**

Submitted on 17 Sep 2015

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

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



## Science Arts & Métiers (SAM)

is an open access repository that collects the work of Arts et Métiers ParisTech researchers and makes it freely available over the web where possible.

This is an author-deposited version published in: <http://sam.ensam.eu>  
Handle ID: <http://hdl.handle.net/10985/10038>

### To cite this version :

P NGUYEN TRI, A GUINAULT, C SOLLOGOUB - Élaboration et propriétés des composites polypropylène recyclé/fibres de bambou - Matériaux & Techniques - Vol. 100, p.413–423 - 2012

Any correspondence concerning this service should be sent to the repository

Administrator : [archiveouverte@ensam.eu](mailto:archiveouverte@ensam.eu)

# Élaboration et propriétés des composites polypropylène recyclé/fibres de bambou

P. Nguyen Tri, A. Guinault et C. Sollogoub

Laboratoire Propriétés – Architectures des Alliages et Mélanges (P-2AM), EA4626,  
Conservatoire National des Arts et Métiers (CNAM), 292 rue Saint Martin, 75003, Paris, France  
e-mail : [phuong.nguyen\\_tri@cnam.fr](mailto:phuong.nguyen_tri@cnam.fr) ; [alain.guinault@cnam.fr](mailto:alain.guinault@cnam.fr) ; [cyrille.sollogoub@cnam.fr](mailto:cyrille.sollogoub@cnam.fr)

## Mots-clés :

Polypropylène recyclé ; fibres de bambou ; comportement rhéologique

**Résumé** – Cette étude présente des résultats obtenus sur l'élaboration de composites à base de polypropylène recyclé renforcé par des fibres végétales (fibres de bambou), fabriqués à l'aide d'une extrudeuse double vis modulaire pour produire un composite sous forme de granulés transformables. L'effet de la teneur en fibres de bambou, du compatibilisant et des méthodes de traitement chimique de la surface des fibres sur les propriétés mécaniques et rhéologiques du composite a été étudié. Nous avons montré que le traitement avec la soude enlève les impuretés et augmente la rugosité de surface des fibres, ce qui entraîne une meilleure adhésion des fibres dans la matrice polymère. Les composites fibres de bambou acétylées/polypropylène recyclé présentent de meilleures propriétés mécaniques, dues au greffage de groupes acétyles sur la surface des fibres et donc à l'amélioration de la compatibilité entre les fibres de bambou et la matrice polymère. Les propriétés rhéologiques des composites à différents taux de fibres de bambou et pour différentes méthodes de traitement de surface sont également analysées. Les facteurs prédominants qui influencent les propriétés des composites sont identifiés.

## Key words:

Recycled polypropylene; bamboo fibers; rheological behaviour

## Abstract – Elaboration and properties of recycled polypropylene/bamboo fiber composites.

This study presents results on the development of composites based on recycled polypropylene reinforced with natural fibers (bamboo fibers). These composites were obtained using a modular twin screw extruder, producing processable pellets of composites. The effect of the fiber content of bamboo, the presence of a compatibilizer, the chemical treatment of the fiber surface on mechanical and rheological properties of the composites was studied. We show that treatment by sodium hydroxide removes impurities and increases the surface roughness of the fibers, resulting in better adhesion of the fibers with the polymer matrix. Recycled polypropylene/acetylated bamboo fibers composites have better mechanical properties, due to the grafting of acetyl groups on the fiber surface and thus improving the compatibility between the bamboo fibers and the polymer matrix. The rheological properties of composites at different rates of bamboo fibers and with different methods of surface treatment are also discussed. The predominant factors that influence the properties of composites are identified.

Les matériaux polymères renforcés par des fibres synthétiques, comme les fibres d'aramide, les fibres de carbone ou les fibres de verres sont beaucoup utilisés dans divers domaines d'application, comme ceux de l'automobile, de la construction, de l'aéronautique, et des sports. Les fibres de verres sont les plus utilisées grâce à leur faible coût, leur facilité de production et leurs propriétés mécaniques spécifiques importantes. Cependant, le problème rencontré lors de l'utilisation de ces matériaux vient des dangers pour l'homme et de leurs

impacts négatifs pour l'environnement (allergie de la peau, cancer pulmonaire, etc.). Par contre, l'emploi des fibres naturelles a toujours été encouragé du fait des avantages spécifiques de ces matériaux souvent issus des « agro-ressources » renouvelables par rapport aux fibres de verre et parfois biodégradables. Celles-ci sont également plus légères, bon marché et présentent des propriétés comparativement acceptables. Enfin, elles consomment moins d'énergie pour être produites. Elles possèdent donc des atouts sérieux pour remplacer les fibres de verre

dans la préparation des matériaux polymères composites renforcés.

À l'heure actuelle, une large gamme de fibres naturelles peut être utilisée en renforcement de polymères (lin, chanvre, etc. . . ). Les matrices les plus utilisées sont les thermoplastiques tels que le polyéthylène (PE) [1,2], le polypropylène (PP) [3,4], le polystyrène (PS) [5,6], le polychlorure de vinyle (PVC) [7,8] du fait de leur faible coût. Par ailleurs, la température de mise en œuvre de ces thermoplastiques est inférieure à 220 °C, ce qui permet d'éviter la dégradation thermique des fibres naturelles.

Un des inconvénients des renforcements cellulositiques vient du fait qu'ils manquent d'adhésion avec la plupart des polymères, surtout les polyoléfines. La nature hydrophile des fibres provoque une mauvaise adhésion avec un polymère hydrophobe. Il est donc nécessaire de modifier les polyoléfines avec un compatibilisant et également de modifier la surface des fibres pour optimiser l'adhésion entre le polymère et les fibres. Il existe, à l'heure actuelle, plusieurs méthodes de traitement de surface telle que le mercerisage, le traitement à l'isocyanate, l'acétylation, l'acylation, le traitement au permanganate, le traitement au silane ou encore le traitement avec un peroxyde. Le traitement de surface permet généralement d'améliorer la résistance des fibres, leur rugosité et l'adhésion fibre/matrice dans le composite renforcé par ces fibres.

Le traitement alcalin (mercerisage) de la surface des fibres est une méthode dite de commodité pour nettoyer et modifier la surface des fibres en vue d'une réduction de la tension de la surface, qui permettrait d'améliorer l'adhésion interfaciale entre les fibres et la matrice [9,10]. Le traitement d'acétylation a été choisi pour son efficacité et sa relative simplicité. Dans cette étude, nous préparons des composites à base de polypropylène recyclé renforcé par des fibres de bambou naturelles ou traitées chimiquement (alcalin et acétylation), dans le but de valoriser des produits agro-matériaux (fibres de bambou) et d'améliorer les performances d'un polypropylène recyclé. L'influence des conditions de traitement de la surface des fibres sur les propriétés des composites a également été étudiée.

## 1 Matériaux et méthodes

### 1.1 Matériaux

Le polypropylène recyclé (PPR) utilisé est un homopolymère polypropylène multiextrudé (5 fois). Il possède un grade de 16,2 g/10 min (230 °C/2,16 kg). Sa densité est de 0,905 (ISO 1183). Le compatibilisant utilisé est un polypropylène greffé anhydride maléique (PPAM) de référence « OREVAC C100 », un produit d'ARKEMA (France). Son grade est de 10 g/min (230 °C/2,16 kg) et son pourcentage d'anhydride maléique greffé est de 1 % (en masse).

Les fibres de bambou (FB) possèdent une longueur moyenne de 168,7  $\mu\text{m}$  et une largeur moyenne de 15,3  $\mu\text{m}$ . Elles ont été préparées par la méthode mécanique (broyage) au Centre des Polymères, Hanoi (Vietnam).

### 1.2 Procédés

#### 1.2.1 Mercerisage

Les fibres de bambou ont été traitées dans une solution de NaOH à différentes concentrations (0,05 M ; 0,1 M ; 0,25 M ; 0,5 M ; 1 M) pour une durée déterminée avec un taux de solution/fibre de 15/1 en masse. Après le traitement, les fibres sont rincées à l'eau jusqu'à un PH égal à 7, puis séchées à 105 °C pendant 24 h.

#### 1.2.2 Acétylation

Les fibres de bambou, prétraitées alcalines, sont traitées par une solution d'anhydride acétique à 90 °C pendant une durée de 6 h. Le ratio de fibre/solution est de 1/15 en masse. Les fibres acétylées sont séchées à 105 °C sous vide pendant 24 h.

#### 1.2.3 Préparation des composites

Le polypropylène, le compatibilisant et les fibres de bambou sont mélangés directement à l'aide d'une extrudeuse co-rotative baxis HAAKE de ratio de longueur sur diamètre de vis (L/D) de 40/1, à une température de 175 °C à 190 °C. Tous les échantillons sont produits avec une même vitesse de rotation

de vis (300 tours/min) et à un débit de l'ordre de 1 kg/h. Finalement, les composites extrudés sont granulés puis injectés à 190 °C sous forme d'éprouvettes et de barreaux avec une presse SODEXIM, pour déterminer les propriétés mécaniques.

### 1.3 Détermination des propriétés

Des échantillons  $78,9 \times 9,8 \times 4$  mm, entaillés sur 0,4 mm de profondeur, sont utilisés afin de mesurer la résistance au choc Charpy. Le test a été réalisé avec un mouton-pendule ZWICK selon la norme NF T51-035. Au moins cinq éprouvettes ont été utilisées pour obtenir une valeur moyenne et une idée de la reproductibilité des résultats. En parallèle, des essais de traction ont été effectués avec des échantillons de forme haltère sur un dynamomètre INSTRON à une vitesse de sollicitation de 50 mm/min (norme ISO EN527-2). Les mesures ont été effectuées sur cinq éprouvettes.

Le faciès de rupture en traction des composites renforcés par des FB naturelles et traitées a été observé à l'aide d'un microscope électronique à balayage (Stereoscan 240, Cambridge Instrument). Tous les échantillons ont été recouverts d'une couche d'or (de quelques dixièmes de nanomètres d'épaisseur) pour éviter les charges électrostatiques et la mauvaise résolution des images.

Les changements des caractéristiques infrarouges à la surface des FB, avant et après traitements chimiques ont été observés à l'aide d'un spectromètre FTIR Equinox 55 (Bruker Sadis-Society) équipé d'un ATR mono-réflexion. Cet accessoire permet d'analyser la surface des FB jusqu'à une profondeur de 3  $\mu\text{m}$ .

Les propriétés viscoélastiques du PP et des composites ont été étudiées en utilisant un rhéomètre oscillant Gemini 150 (Bohlin Instrument – England). 2 types de mesures ont été réalisées à la température de 190 °C en mode plan-plan oscillant, dans une gamme de déformation allant de 0,1 à 100 % à une fréquence de 1 Hz pour le premier type puis dans une gamme de fréquence allant de 0,1 à 100 Hz à une déformation imposée de 1 % pour le second type de mesures.

## 2 Résultats et discussion

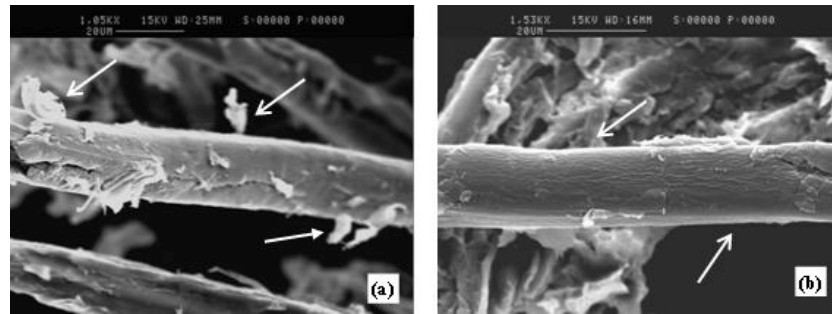
### 2.1 Mercerisage

L'observation en microscopie électronique à balayage (MEB) des fibres de bambou traitées par voie alcaline en comparaison avec celles non traitées est montrée à la figure 1. On observe que les impuretés à la surface des fibres (la cire, la pectine, l'huile. . .) sont totalement éliminées grâce à un tel traitement. Le traitement alcalin crée également un changement de la topographie des fibres de bambou grâce à l'élimination des composés de faible masse moléculaire, ce qui entraîne la formation d'une surface plus rugueuse. Une des conséquences de ce changement de la topographie est l'augmentation de la surface spécifique, qui concourt à de meilleurs niveaux d'adhésion en général.

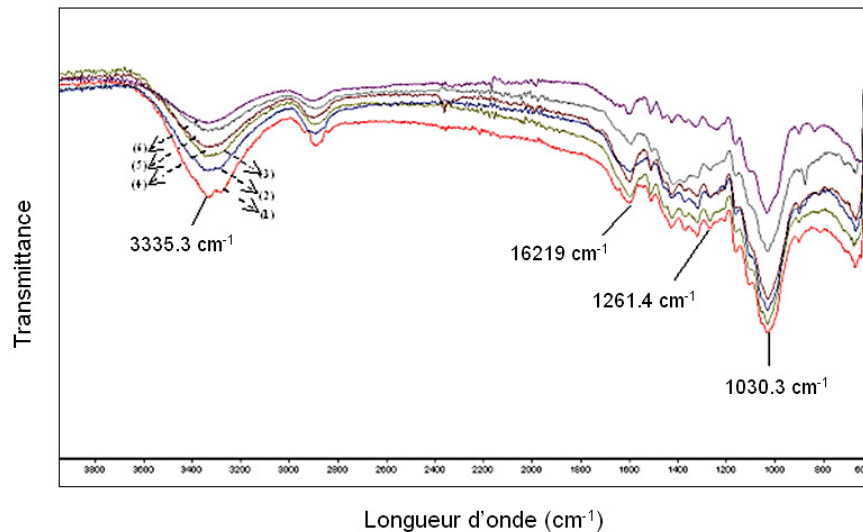
Les changements de la structure à la surface des fibres de bambou sont observés grâce au spectre infrarouge en mode ATR, comme illustré dans la figure 2. Tout d'abord, le pic à  $3335,3 \text{ cm}^{-1}$  assigné à la vibration du groupe hydroxyle (-OH) et le pic à  $1030,3 \text{ cm}^{-1}$ , assigné à la vibration du groupe C-O de l'hémicellulose, sont réduits nettement grâce à l'élimination de l'hémicellulose. Le pic à  $1621,9 \text{ cm}^{-1}$  assigné à la vibration du cycle du benzène dans la lignine est aussi réduit, indiquant qu'une partie de la lignine a été extraite. De la même façon, le pic à  $1254 \text{ cm}^{-1}$  correspondant à la vibration du groupe acétyle dans la lignine a également diminué. Enfin, les vibrations correspondant aux liaisons C-H dans la région de  $2915,4 \text{ cm}^{-1}$  diminuent après le traitement. Tous ces résultats contribuent à montrer que le traitement permet d'éliminer essentiellement l'hémicellulose et la lignine.

### 2.2 Acétylation

Le changement de la structure des fibres au cours de l'acétylation est suivi par spectroscopie infrarouge en mode ATR (IR-ATR). La figure 3 présente les spectres IR-ATR des fibres de bambou naturelles et acétylées durant 6 h à 90 °C. Elle montre que l'acétylation permet de réduire l'intensité des pics correspondants aux vibrations IR des groupements hydroxyles à  $3422 \text{ cm}^{-1}$  et  $1114 \text{ cm}^{-1}$



**Fig. 1. Images des fibres de bambou avant (a) et après (b) traitement par NaOH observées par MEB.**  
*Fig. 1. SEM micrographs of bamboo fibers before (a) and after (b) alkali treatment.*



**Fig. 2. Spectres infrarouge en mode ATR des fibres de bambou non traitées (1) et traitées alcalines à différentes concentrations de NaOH : (2)–0,05 M; (3)–0,1 M; (4)–0,25 M; (5)–0,5 M; (6)–1 M.**  
*Fig. 2. IR-ATR spectrum of original bamboo fibers (1) and alkali bamboo fibers with different concentration of NaOH: 0.05 M (2); 0.1 M (3); 0.25 M (4); 0.5 M (5); 1 M (6).*

qui sont bloqués par des groupes acétyle. L'intensité des pics à  $1375\text{ cm}^{-1}$  et  $1245\text{ cm}^{-1}$ , assignés à la vibration du groupe méthyle ( $-\text{CH}_3$ ) et de l'acétyle, est fortement augmentée grâce au remplacement des molécules d'hydrogène à la surface par les groupes acétyle. Nous observons également l'apparition d'un nouveau pic à  $1735\text{ cm}^{-1}$  assigné à la vibration de la liaison  $\text{C}=\text{O}$  dans l'acétyle. Ainsi tous les résultats provenant des spectres IR-ATR mettent en évidence le succès de l'acétylation des fibres de bambou.

### 2.3 Propriétés mécaniques

Dans une publication récente [11], nous avons montré que l'incorporation de compa-

tibilisant de type polypropylène greffé anhydride maléique (PPAM) dans la formulation des nanocomposites a amélioré la dispersion des nanocharges de montmorillonite dans la matrice PPR. En ce qui concerne les fibres de bambou, elles contiennent également des groupements hydroxyles à la surface comme les nanocharges, et l'addition de compatibilisant pourra également contribuer à améliorer l'adhésion entre la matrice polymère et les fibres de bambou. Dans cette étude, nous avons ajouté 10 % en poids de PPAM dans la majorité des formulations en vue d'améliorer l'adhésion entre les composants.

Le tableau 1 montre les variations des propriétés mécaniques des matériaux composites PPR/FBs en fonction de la teneur en fibres et des méthodes de traitement.

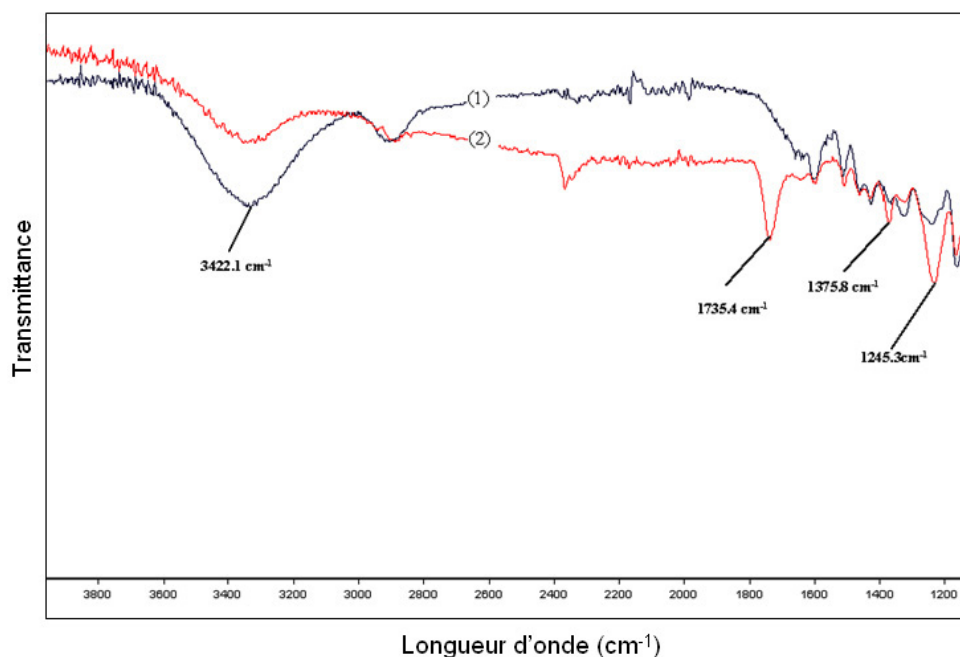


Fig. 3. Spectre IR en mode ATR des fibres de bambou naturelles (1) et acétylées (2).

Fig. 3. IR-ATR spectrum of original (1) and acetylated (2) bamboo fibers.

Tableau 1. Résistance au choc Charpy et contraintes au seuil d'écoulement du PP vierge, du PP recyclé et des composites.

Table 1. Tensile strength and Charpy strength of recycled polypropylene-bamboo fiber composites.

Échantillon	Description	Choc Charpy (kJ.m <sup>-2</sup> )	Contrainte au seuil d'écoulement (MPa)
PP	PP vierge	4,4 ± 0,2	32,4 ± 0,7
PPR	PP recyclé	2,8 ± 0,2	25,4 ± 0,4
PPRFB20	PP recyclé, 20 % FB	2,4 ± 0,2	22,4 ± 0,3
PPRBF10PPAM10	PP recyclé, 10 % FB, 10 % PPAM	2,8 ± 0,2	25,3 ± 0,3
PPRFB20PPAM10	PP recyclé, 20 % FB, 10 % PPAM	3,1 ± 0,2	26,5 ± 0,4
PPRFB30PPAM10	PP recyclé, 30 % FB, 10 % PPAM	3,3 ± 0,2	27,4 ± 0,6
PPRFB40PPAM10	PP recyclé, 40 % FB, 10 % PPAM	3,7 ± 0,2	29,2 ± 0,3
PPRFB50PPAM10	PP recyclé, 50 % FB, 10 % PPAM	3,6 ± 0,2	28,6 ± 0,2
PPRFB20AIPPAM10	PP recyclé, 20 % FB traités par NaOH, 10 % PPAM	3,8 ± 0,2	29,7 ± 0,1
PPRFB20AcPPAM10	PP recyclé, 20 % FB acétylées, 10 % PPAM	4,2 ± 0,2	31,6 ± 0,3

Note : Les écarts types sont calculés à partir d'au moins 5 essais.

Une légère diminution de la contrainte au seuil d'écoulement par rapport au PPR est observée pour les faibles teneurs en fibres (moins de 15 %). En présence de compatibilisant (PPAM), les composites présentent une meilleure contrainte au seuil d'écoulement que celle du PPR en augmentant le taux de FB et en atteignant une valeur maximale d'environ 29,2 MPa pour l'échantillon contenant 40 % de FB, avant de se stabiliser pour des taux de fibres plus élevés (50 %).

La résistance au choc Charpy augmente fortement avec l'augmentation de la teneur en fibres de bambou et atteint une valeur de 3,7 kJ.m<sup>-2</sup> à 40 % de fibres chargées, soit 32 % de plus que celle du PPR pur. Mais à fort taux de fibres (40 %), l'augmentation du taux de fibres ne conduit plus à une augmentation de la résistance au choc Charpy (échantillon contenant 50 % des FB).

Nous observons que le traitement alcalin et l'acétylation des fibres de bambou

conduisent à l'amélioration de la résistance à la traction de composites. Le traitement alcalin augmente la résistance au choc Charpy des composites jusqu'à 23 % par rapport aux composites renforcés par des fibres de bambou non traitées. L'acétylation des fibres permet d'augmenter la résistance au choc Charpy jusqu'à 35 % par rapport au PPR pur. La contrainte au seuil d'écoulement des composites augmente de respectivement 12 % et 29 % avec les traitements alcalin et d'acétylation. Nous constatons également que les échantillons de composites, renforcés par des fibres de bambou naturelles sans compatibilisant possèdent de mauvaises propriétés mécaniques. Ces résultats montrent que les composites présentent les meilleures propriétés mécaniques lorsqu'ils sont renforcés de fibres de bambou acétylées et que du PPAM est ajouté au polypropylène.

## 2.4 Propriétés viscoélastiques des composites

En général, les polymères purs présentent un comportement viscoélastique linéaire dans la région de faible déformation dans laquelle le module d'élasticité ( $G'$ ) et de perte ( $G''$ ) sont indépendants des déformations appliquées. Par contre, dans le cas des matériaux composites, ce comportement viscoélastique linéaire dépend fortement de la nature du polymère et des interactions des composants du système (renforts – renforts, polymère – renforts, compatibilisants – renforts...). L'augmentation du pourcentage de renforts dans la formulation conduit généralement à une diminution, voire à une disparition, du comportement viscoélastique linéaire du matériau parce que les interactions renforts – renforts deviennent plus importantes.

La figure 4 présente l'évolution du module d'élasticité normalisé ( $G'(\gamma)/G'(\gamma_0)$ ) en fonction de la déformation appliquée (entre 0,1 et 100 %) à 190 °C pour une fréquence de 5 Hz pour le PP recyclé et les composites contenant 50 % de fibres de bambou ( $G'(\gamma_0)$  correspond au module déterminé à 0,1 % de déformation) et 10 % de compatibilisant (PPAM). Nous observons un « plateau » correspondant au comportement viscoélastique linéaire du matériau, lorsque la déformation est inférieure à une valeur de déformation

critique ( $\gamma_c$ ). Quand la déformation appliquée dépasse cette valeur critique, le module d'élasticité diminue avec l'augmentation de la déformation. La valeur de la déformation critique du composite contenant 50 % FBs est d'environ 7 %, soit 4 fois plus faible que celle du PP recyclé ( $\gamma_c = 30$  %). Pour s'assurer que tous les essais seront effectués dans la zone linéaire, nous avons choisi de travailler à une déformation fixée de 1 % pour toutes les mesures réalisées en mode de balayage en fréquence.

La figure 5 montre l'évolution du module élastique ( $G'$ ) et de la viscosité dynamique ( $|\eta^*|$ ) en fonction de la fréquence, à différents taux de fibres de bambou (10–50 % en masse). Nous observons clairement que la présence de fibres de bambou et la compatibilisation influencent considérablement le comportement rhéologique du système. L'addition de fibres de bambou dans la matrice de PP augmente la viscosité complexe ( $\eta^*$ ), en particulier à basse fréquence. En effet, la présence des interactions entre fibres de bambou et compatibilisant provoque une augmentation de la viscosité du composite malgré que la viscosité du compatibilisant (PP greffé) soit beaucoup plus faible que celle du PP. Par ailleurs, la présence des fibres de bambou dans le composite freine le mouvement des chaînes de polymères et la viscosité du matériau augmente dans ce cas. Globalement l'augmentation de la viscosité avec l'ajout des FBs observée est importante pour toute la gamme de fréquence étudiée. La figure 5 montre également que la viscosité croît fortement avec l'augmentation du pourcentage de fibres de bambou dans le composite.

L'augmentation de la viscosité entraîne une augmentation du module d'élasticité comme montré dans la figure 5. Nous constatons que les valeurs  $G'$  pour les composites sont d'autant plus grandes que le taux de fibre ajouté est élevé. Dans la zone terminale (basse fréquence), le polypropylène recyclé pur présente une courbe  $G'$  typique linéaire ( $G' \sim \omega^2$ ), alors que les pentes des courbes  $G'$  en fonction de la fréquence des composites décroissent beaucoup avec l'augmentation du taux de fibres.

La méthode développée par « Cole-Cole » permet de valider la compatibilité



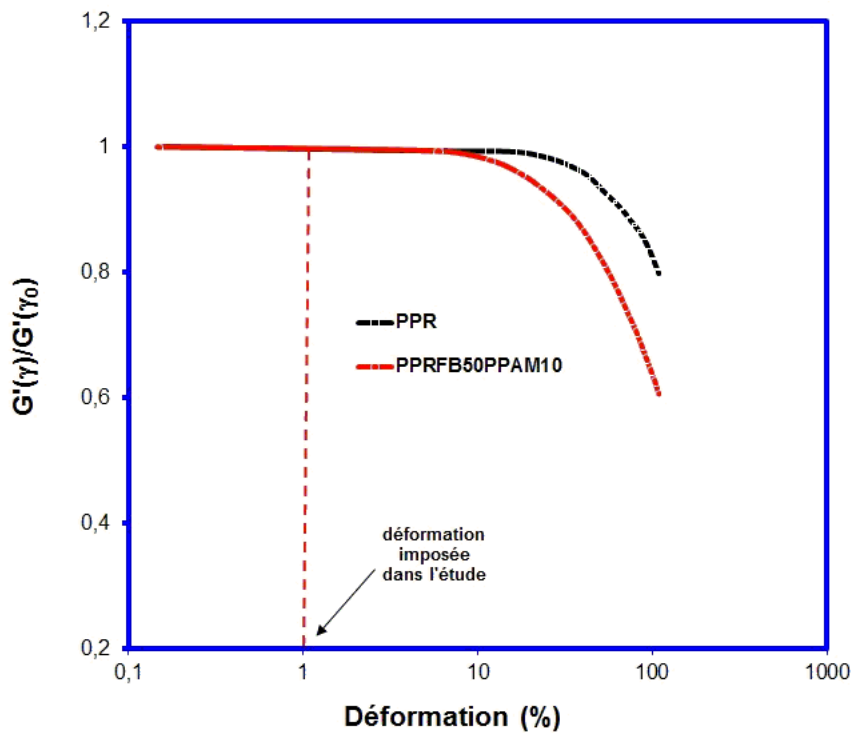


Fig. 4. Détermination du domaine linéaire du PP recyclé et du composite contenant 50 % en masse de fibre de bambou et 10 % de compatibilisant (fréquence fixée de 5 Hz à 190 °C).

Fig. 4. Determination of dynamic linear region of Recycled PP and composite containing 50 wt% of bamboo fibers (dynamic frequency = 5 rad.s<sup>-1</sup>; T = 190 °C).

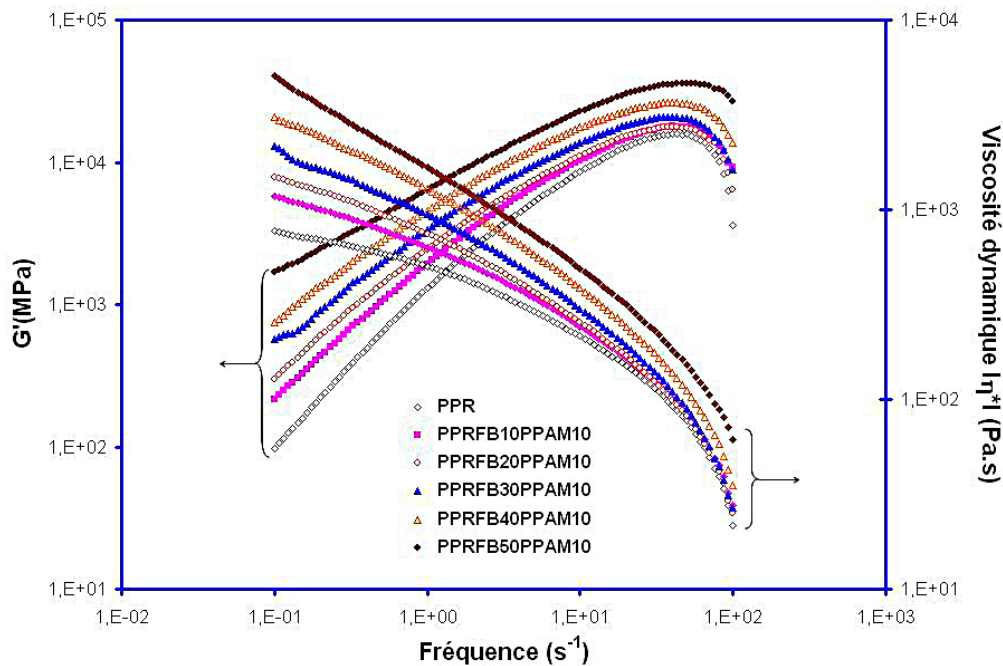


Fig. 5. Influence du taux de fibres sur le module d'élasticité et la viscosité dynamique du PP recyclé et des composites en balayage de fréquence à 190 °C.

Fig. 5. Storage modulus and complex viscosity of composites at different bamboo fiber content as a function of dynamic frequency.

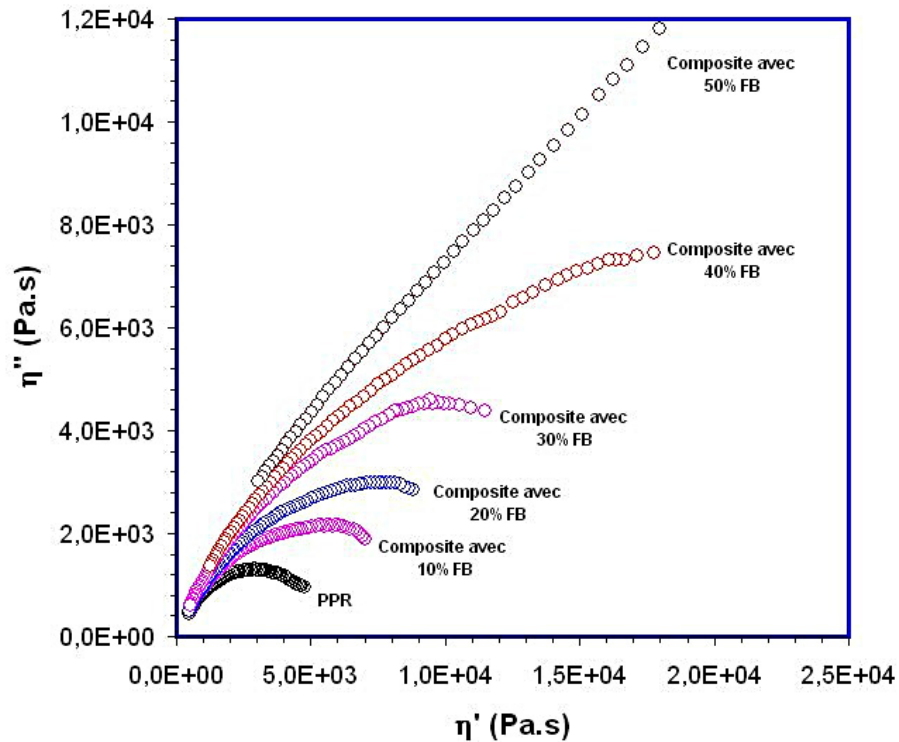


Fig. 6. Courbes obtenues par la méthode « Cole-Cole » pour le PP recyclé et les composites à différents taux de fibres de bambou.

Fig. 6. Plotting  $\eta''$  vs.  $\eta'$  of composite at different bamboo fiber content using "Cole Cole" method.

des différents composants des composites en utilisant les données rhéologiques. En effet, en traçant les valeurs de  $\eta''$  en fonction des valeurs de  $\eta'$ , on peut évaluer la compatibilité des composites en observant la forme des courbes obtenues. Si le composite est bien miscible et homogène, les courbes  $\eta'' = f(\eta')$  sont assez lisses et ont la forme d'un demi-cercle. Au contraire, l'apparition de déviations ou de points désordonnés sur la courbe signifie une mauvaise homogénéité des constituants du composite [12]. En effet,  $\eta'$  est la partie réelle de  $\eta^*$  et  $\eta''$  la partie imaginaire de  $\eta^*$ , les valeurs  $\eta'$ ,  $\eta''$  peuvent être calculées par les équations suivantes :

$$\eta' = G' / \omega \quad (1)$$

$$\eta'' = G'' / \omega \quad (2)$$

où  $\omega$  est la fréquence angulaire.

La figure 6 présente les courbes de  $\eta''$  en fonction de  $\eta'$  du PP recyclé et des composites à différents taux de fibres de bambou. Nous constatons que la forme de la courbe correspondant au PP recyclé pur présente un demi-cercle parfait. Il n'y a en effet qu'une

seule phase dans ce polymère pur. Lorsqu'on rajoute les fibres de bambou dans la formulation, les courbes deviennent de plus en plus imparfaites et plus « larges ». En particulier, lorsque le taux de fibres de bambou dans le composite dépasse 40 % en masse, la forme n'est plus un demi-cercle mais devient linéaire, ce qui traduit une mauvaise compatibilité et homogénéité entre les composants dans le composite à fort taux de renfort.

La figure 7 présente l'influence des méthodes de traitement sur la compatibilité du composite pour un même taux de fibres de bambou (20 % en masse). Elle montre que les traitements (alcalin et acétylation) conduisent à des courbes plus larges avec des valeurs  $\eta'$  et  $\eta''$  supérieures à celles obtenues avec les fibres de bambou non traitées. Cela est dû au fait que les traitements ont entraîné une augmentation des modules  $G'$  et  $G''$  des composites, ce qui n'a pas été le cas pour les composites renforcés par les fibres de bambou non traitées. Nous observons également sur la figure 7 que le traitement avec la soude diminue la compatibilité

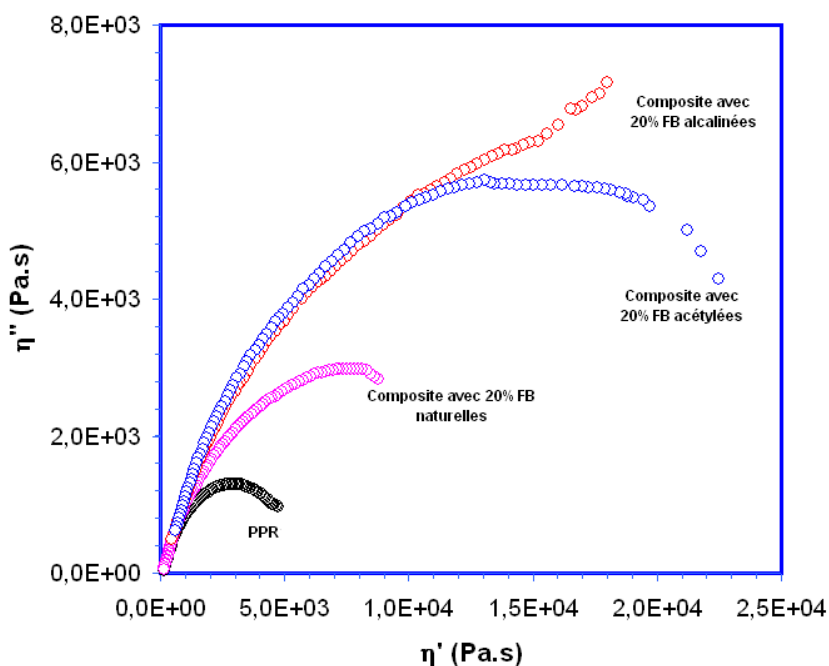


Fig. 7. Courbes obtenues par la méthode « Cole-Cole » du PP recyclé pur et des composites contenant 20 % de fibres de bambou traitées par différentes méthodes.

Fig. 7. Plotting  $\eta''$  vs.  $\eta'$  of composite reinforced by natural and chemical treatment bamboo fibers using "Cole-Cole" method.

du composite et que la courbe ( $\eta'' = f(\eta')$ ) de ce composite a une forme assez complexe avec une déviation des points. Par contre, l'acétylation des fibres de bambou conduit à une courbe plus lisse et bien fermée, ce qui indique une bonne compatibilité des composants dans la formulation.

## 2.5 Morphologie des composites

La figure 8 montre des micrographies MEB des composites à base de polypropylène recyclé chargés de fibres de bambou à 20 % en masse. La figure 8a, montre l'image MEB des composites renforcés par des fibres de bambou non traitées et sans ajout de compatibilisant.

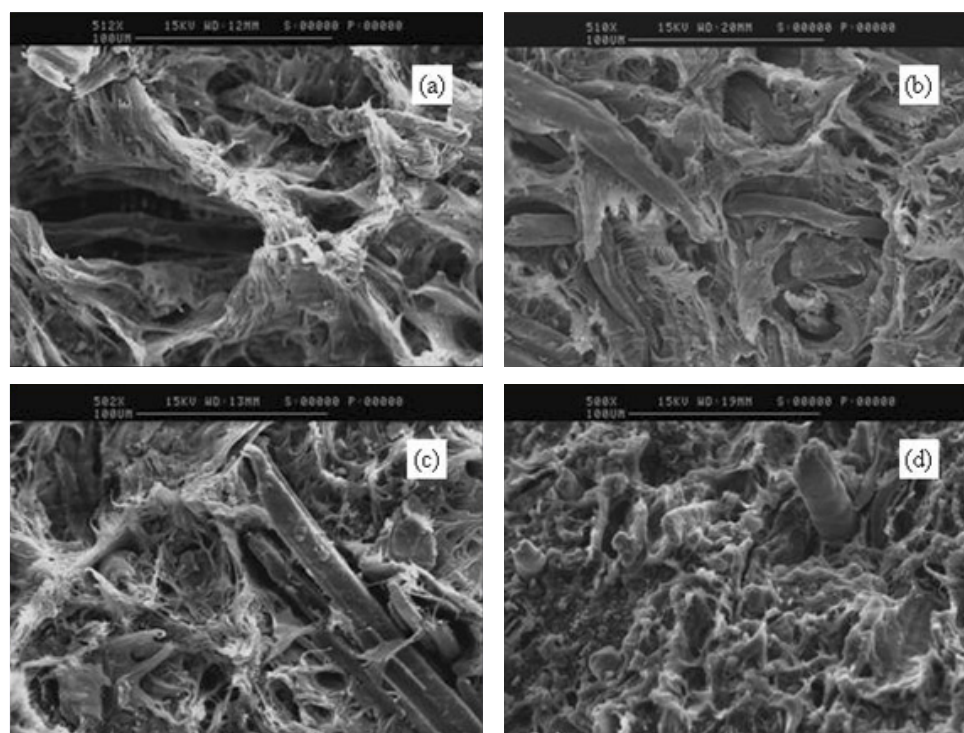
Nous observons une très mauvaise adhésion entre la surface des fibres de bambou naturelles et la matrice polymère. En particulier, nous observons de grands espaces vides aux interfaces fibres/matrice et les fibres de bambou n'ont aucun contact avec la matrice à cause de l'incompatibilité de ces composants. Cela explique également les mauvaises propriétés mécaniques de ces

composites. L'ajout du PPAM permet d'améliorer légèrement l'adhésion des composites et de réduire la distance de l'interface entre les deux phases, mais nous avons observé encore des espaces vides au niveau de l'interphase fibres de bambou/polypropylène recyclé comme illustré à la figure 8b.

Un traitement alcalin augmente la rugosité de surface des fibres de bambou et améliore ainsi l'adhésion du polypropylène recyclé avec les fibres (Fig. 8c). Nous voyons aussi que les fibres de bambou ne sont mouillées que partiellement par la matrice polymère. Dans le cas des composites renforcés par des fibres de bambou acétylées, nous observons une dispersion homogène des fibres de bambou dans la matrice et une meilleure adhésion fibre/matrice, les fibres étaient mieux mouillées par la matrice de polymère (Fig. 8d).

## 3 Conclusion

L'influence des conditions de traitement de la surface des fibres de bambou par NaOH et/ou acétylation sur la morphologie, les



**Fig. 8. Images MEB de composites à base de PP recyclé chargé à 20 % de fibres de bambou avec différentes méthodes de traitement : PPRFB20 (a) ; PPRFB20PPAM10 (b) ; PPRFBA120PPAM10 (c) ; PPRFB20PPAM10 (d).**

*Fig. 8. SEM micrographs of RPP/BF composites at 20 wt% of bamboo fibers, treated with different chemical treatments.*

propriétés mécaniques et la structure des composites a été étudiée. L'étude des différentes propriétés des composites PP recyclé/fibre de bambou a montré :

1. Un accroissement de la résistance au choc Charpy avec l'augmentation du taux de fibres de bambou ; la résistance au choc atteint une valeur de  $3,7 \text{ kJ.m}^{-2}$  avec 40 % de fibres soit une valeur de 32 % supérieure à celle du PP recyclé pur. L'ajout de plus de 40 % en masse de fibres conduit à une diminution de la résistance au choc Charpy.
2. Le traitement par la soude et par l'acétylation de fibres de bambou conduit à une amélioration de la résistance à la traction des composites. Le traitement alcalin augmente la résistance au choc Charpy des composites jusqu'à 23 % par rapport aux composites renforcés avec 20 % de fibres de bambou non traitées. L'acétylation des fibres permet d'augmenter la résistance au choc Charpy jusqu'à 35 % par

rapport au PP recyclé pur. La contrainte d'écoulement des composites augmente respectivement de 12 % et de 29 % lors de l'utilisation des fibres de bambou traitées par NaOH et par l'acétylation en comparaison avec celle du composite renforcé par les fibres de bambou naturelles. Nous avons constaté également que les échantillons de composites renforcés par des fibres de bambou naturelles sans ajout de compatibilisant présentent de relativement mauvaises propriétés mécaniques à cause d'une mauvaise adhésion entre la surface des fibres et la matrice. Nous avons montré que les composites renforcés de fibres de bambou acétylées conduisent à de meilleures propriétés mécaniques.

3. Les traitements alcalins et par acétylation des fibres de bambou conduisent à un accroissement des modules d'élasticité à l'état fondu des composites renforcés par ces fibres. En effet, ces traitements contribuent à augmenter les interactions

entre les fibres et le « compatibilisant », de type PP greffé anhydride maléique utilisé dans la formulation des composites.

### Remerciements

Les auteurs souhaitent remercier le gouvernement Vietnamien pour le financement du projet (Projet No. 322, décision du gouvernement Vietnamien) ainsi que le Professeur Bui Chuong, Directeur du centre des Polymères, Institut Polytechnique de Hanoi, pour sa collaboration au cours du projet.

### Références

- [1] R.G. Raj, B.V. Kokta, C. Daneault, *J. Mater. Sci.* **25** (1990) 1851-1855
- [2] D. Harper, M. Wolcott, *Composites Part A Appl. Sci. Manufacturing* **35** (2004) 385-394
- [3] I. Aranberri-Askargorta, T. Lampke, A. Bismarck, *J. Coll. Interf. Sci.* **263** (2003) 580-589
- [4] A. Karmarkar, S.S. Chauhan, J.M. Modak, M. Chanda, *Composites Part A Appl. Sci. Manufacturing* **38** (2007) 227-233
- [5] J.B. Naik, S. Mishra, *Polym. Plast. Technol. Eng.* **46** (2007) 537-540
- [6] S.T. Sean, *Polym. Plast. Technol. Eng.* **46** (2007) 421-425
- [7] T.J. Keener, R.K. Stuart, T.K. Brown, *Composites Part A Appl. Sci. Manufacturing* **35** (2004) 357-363
- [8] H. Jiang, D.P. Kamdem, *J. Vinyl Addit. Technol.* **10** (2004) 59-69
- [9] P. Wambua, J. Ivens, I. Verpoest, *Compos. Sci. Technol.* **63** (2003) 1259-1264
- [10] A.K. Bledzki, J. Gassan, *Prog. Polym. Sci.* **24** (1999) 221-274
- [11] T.P. Nguyen, V. Gilbert, B. Chuong, *J. Reinf. Plast. Compos.* **27** (2008) 1983-2000
- [12] M. Joshi, B.S. Butola, G. Simon, N. Kukaleva, *Macromolecules* **39** (2006) 1839-1849