Caractéristiques mécaniques des fibres - Comparatif

Fibre	**Densité** (kg/m3)	Contrainte de rupture en traction (GPa)	Module de rupture en traction (GPa)	**Contrainte spécifique** (GPa.m3/kg)	**Module spécifique** (GPa.m3/kg)	Allongement à la rupture (%)	Diamètre de la fibre élémentaire (µm)	**Prix Indicatif** (€/kg)
lin	1,5	1,5	60	1,0	40,0	3	20	3,2
chanvre	1,3	0,7	50	0,5	38,5	3	30	-
Verre E	2,54	2,2	72	0,9	28,3	4,8	3-30	1,83
Verre R	2,48	4,4	86	1,8	34,7	5,4	3-30	7,62
Aramide Bas Module	1,45	3,1	70	2,1	48,3	2	12	22,87
Aramide Haut Module	1,45	3,1	130	2,1	89,7	1	12	30,5
Carbone HauteTenacité	1,78	2,8	200	1,6	112,4	0,5	8	45-152
Carbone Haut Module	1,8	2,2	400	1,2	222,2	0,5	8	45-152
Bore	2,63	3,5	400	1,3	152,1	0,8	100 200	450
Acier XC10	7,85	1	210	0,1	26,8	8	-	0,8
Aluminium	2,63	0,4	70	0,2	26,6	-	-	1,52

Questions à résoudre

- Absence de processus industriel de transformation
- Endommagement des fibres dû aux procédés d'extraction mécanique
- Qualité hétérogène de la matière
  (caractéristiques mécaniques, biochimiques, couleur, poids métrique…)
- Production aléatoire dépendant des facteurs climatiques
- Caractère hydrophile
- Stabilité thermique limitée
- Faible résistance au feu
- Coût de transport (du champ à l'usine, *par ex.*)
- Evolution culturelle :
  de la culture traditionnelle à une exploitation industrielle
- Choix des variétés

Réponses

Innovations dans les matériels de récolte spécifiques

Innovations dans les procédés industriels de transformation de la fibre longue de lin

Innovations dans les produits finis en plasturgie - composites

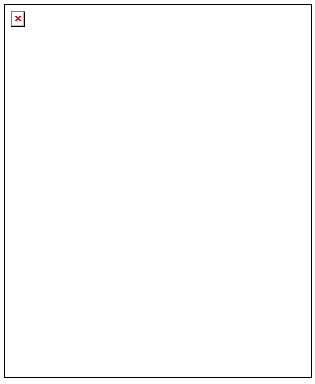
Valorisation

- Création d'une filière industrielle de transformation du lin
- Apport supplémentaire de valeur ajoutée et donc création d'emplois
- Conservation la maîtrise technologique des savoir-faire
- Offre d'un débouché stable aux actifs de la filière lin
- Extension des zones de culture dans des régions où le rouissage au sol est peu efficace

Intégration dans une démarche de développement durable

Bibliographie

- JEC Composites Show – Paris – avril 2004
- Actes du « European Biofibres Worshop » - Bonn (D), mars 2004
- L'industrie française des matériaux composites – Rapport DIGITIP 2002 (MINEFI)
- Composite International, août 2001



le plin d'innovations

« Nouvelles stratégies de compatibilisation des fibres associées à des matrices thermodurcissables »

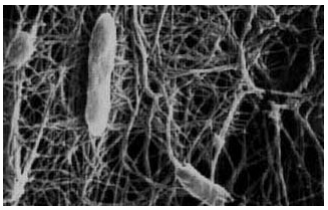
Daniel SAMAIN
CERMAV

Créé en 1966, le CERMAV (Centre d'Etude et de Recherche sur les Macromolécules Végétales), est un laboratoire propre du CNRS localisé à Grenoble et dirigé par Serge Perez depuis 1996. Il fait partie d'un pôle thématique qui regroupe sur le même site, trois entités aux compétences complémentaires, le Cermav, le CTP (Centre technique du papier) et l'IFPG (Institut Français de Papeterie et des arts Graphiques). Ce pôle thématique concentre une expertise exceptionnelle dans le domaine des polysaccharides et notamment de la cellulose qui en fait un des tous premiers centres européens dans ce domaine. En tant que laboratoire du CNRS, le Cermav est plus particulièrement impliqué sur les éléments cognitifs de recherche fondamentale et sur les innovations de rupture qui en découlent.
Installé sur plus de 3500 m2 et animé par un effectif d'une centaine de personnes dont 52 titulaires, chercheurs et ITA, ce laboratoire a un budget annuel de l'ordre de 4 m€. Il est spécialisé dans tous les aspects de la chimie des polysaccharides avec notamment un plateau technique d'analyse de très haute qualité comprenant de nombreux équipements lourds (spectromètre de masse, microscopie électronique, RMN, chromatographie, modélisation…).
Ces compétences permettent au CERMAV de participer de manière forte à l'environnement scientifique grenoblois, par un partage de moyens humains et financiers au sein d'actions fédératrices notamment dans le domaine de l'analyse. L'accès de plus en plus important aux très grands instruments (ILL, ESRF, RMN 800 MHz) fait également partie des outils que le laboratoire met en jeu pour réaliser ses programmes scientifiques. Ces différents volets de participation se traduisent par des concertations régulières dans les domaines de recherche et par un nombre croissant de collaborations scientifiques.
Le CERMAV est associé à l'Université Joseph Fourier, dans le cadre d'une convention signée en 1996. Cette association est concrétisée par la part importante que prennent, d'une part, les enseignants-chercheurs relevant de trois UFR (Chimie, Biologie, Institut des Sciences & Techniques) à la conduite des recherches, et d'autre part, les chercheurs CNRS dans l'enseignement des polysaccharides et l'encadrement d'étudiants et stagiaires notamment dans le cadre de l'Ecole Doctorale Chimie et Sciences du Vivant. A ce titre, le CERMAV accueille, en moyenne, plus de 25 Doctorants.
Au niveau international, le laboratoire entretient des relations régulières avec plus de 40 laboratoires répartis dans le monde entier.
Le CERMAV présente une importante production scientifique de l'ordre de 90 publications par an. Il est, de plus, régulièrement impliqué dans des opérations de valorisation avec 11 brevets déposés dans les trois dernières années dont 5 dans le domaine des glyco-matériaux et 25 contrats de collaborations industrielles et/ou Communautaires. Il a, par ailleurs, donné lieu à un transfert de technologie réussi avec la création de la société Elicityl.

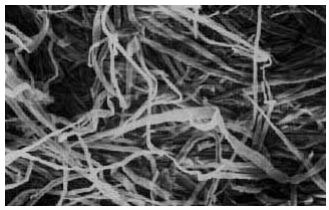
Nouvelles stratégies de compatibilisation de fibres naturelles associées à des matrices thermodurcissables

Daniel SAMAIN
CERMAV-CNRS
Grenoble
Tel 06 71 58 98 93
E mail dsamain@cermav.cnrs.fr

La cellulose, une molécule douée d'intelligence



Cellulose bactérienne x 20.000
Module de Young 80 GPa



Cellulose de plante x200
Module de Young coton 5-15 GPa

Les types de liaison chimique

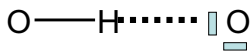
Liaison covalente 400 kjoules/mole

Liaison de van der Waals qqkjoules/mole

Liaison ionique 400kjoules/mole (attraction/répulsion)

Liaison hydrogène 60kjoules/mole

Les liaisons hydrogènes se forment avec différent hétéroatomes mais surtout avec l'oxygène par suite de la présence de deux doublets électronique non liants. L'intensité de la liaison dépend très fortement de son orientation, maximale quand elle est axiale, elle devient nulle à partir de 30°.



Organisation dans les polymères

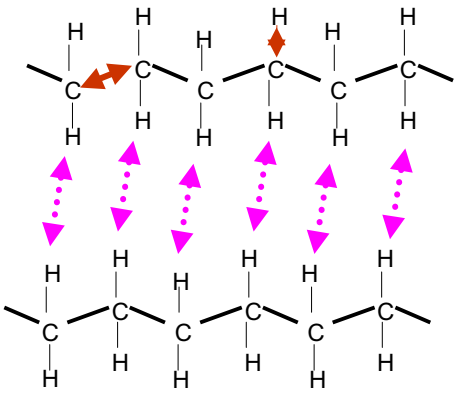
Les chaînes polymériques sont liées au niveau intramoléculaire par des liaisons covalentes à haute énergie (importance du degré de polymérisation et de l'orientation des chaînes)

Elles sont liées au niveau intermoléculaire par des liaisons réversibles à faible énergie.

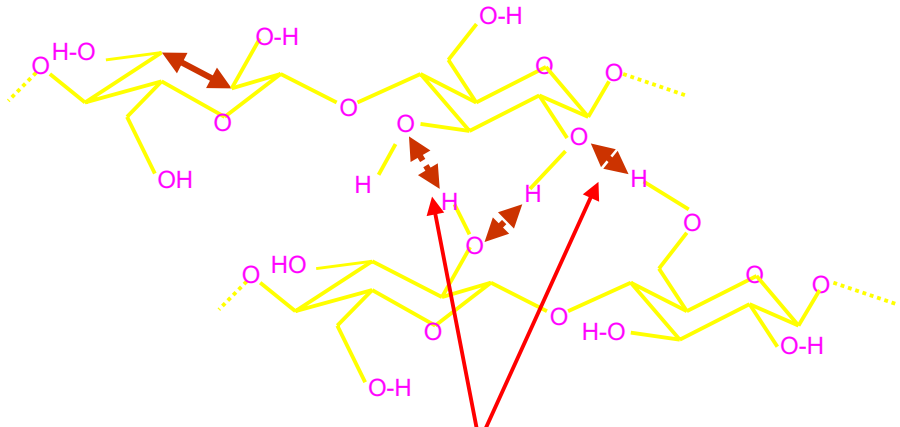
Les liaisons hydrogènes sont les plus fortes des liaisons à faible énergie. Elles jouent un rôle clé dans la ténacité des fibres (polyamide)

La cohésion d'un polymère est fonction de l'ensemble des forces d'attraction et de répulsion.

Les interactions entre les chaînes de polymères peuvent être soit très faibles comme dans le cas du polyéthylène……



… soit très fortes comme dans le cas du kevlar ou de la cellulose, par suite de l'existence de liaisons hydrogènes intermoléculaires à très haute énergie.

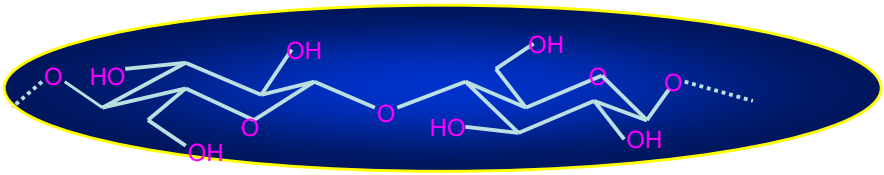


Liaisons hydrogènes

À haute énergie

Structure Moléculaire de la cellulose

Polymère linéaire de D glucoses connectés par des liaisons β 1->4

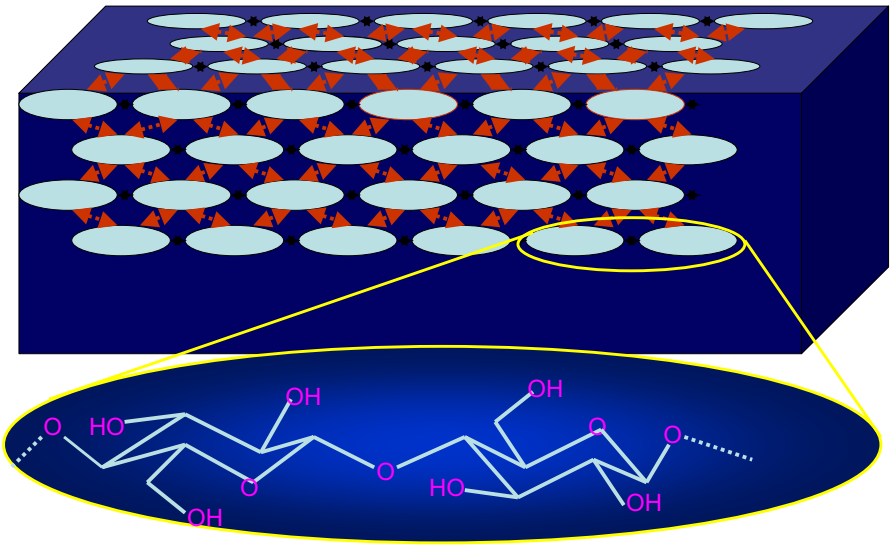


Structure supramoléculaire de la cellulose

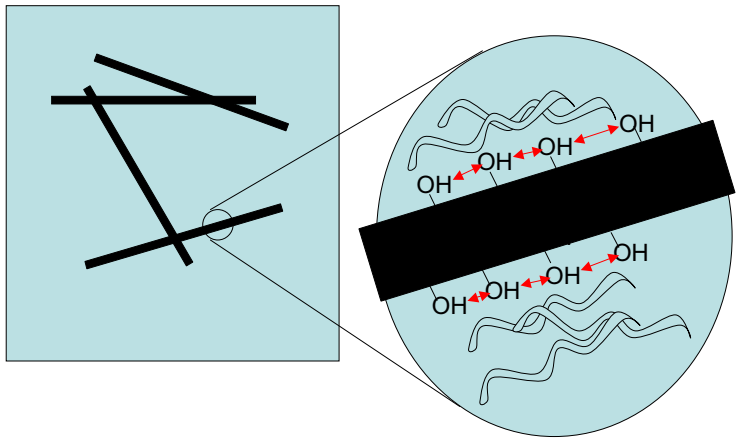
Une organisation biphasique avec des nanocristaux très fins de quelques nanomètres de large et jusqu'à quelques microns de long, noyés dans une structure plus amorphe.

Cellulose I « naturelle » arrangement parallèle des chaînes, structure très cristalline, très résistante. 10^{11} tonnes par an

Structure cristalline de la cellulose

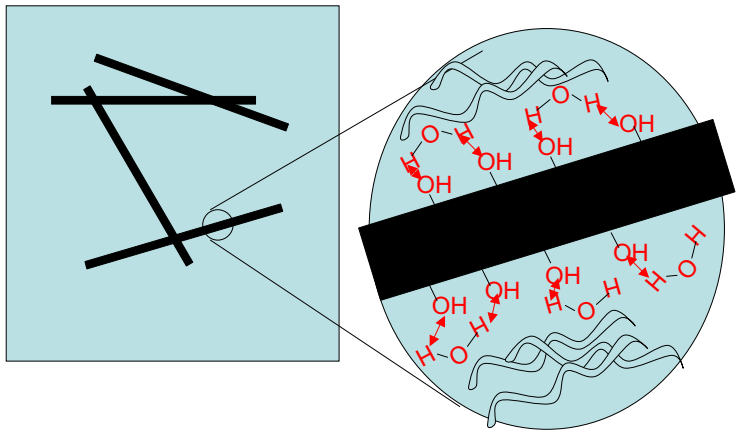


Renforcement d'un polymère par des fibres cellulosiques



Cohésion de l'interface entre la fibre de celulose et le polymère?

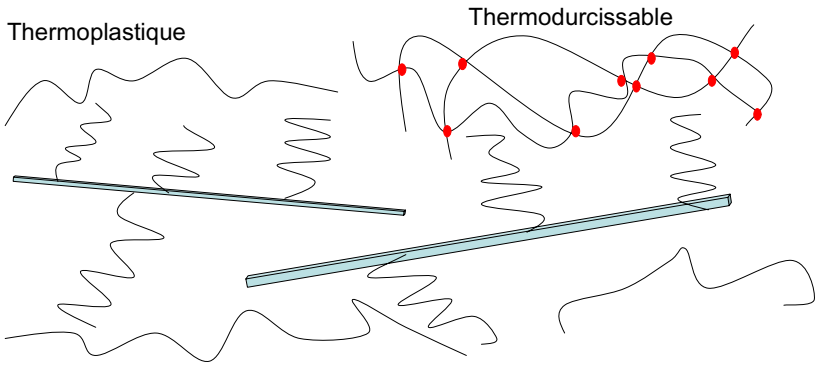
Fragilisation et délaminage en présence d'eau



Stratégies de prévention

- Encapsulation des fibres par le polymère pour éviter la pénétration de l'eau (capillarité)
- Hydrophobisation des fibres
- Co-réticulation

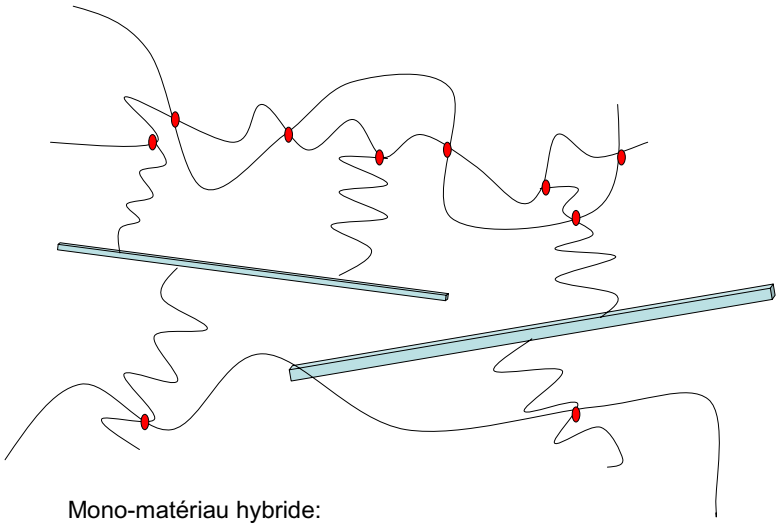
Hydrophobisation des fibres



Greffage de résidus hydrocarbonés
à longue chaîne

Renforcement de l'interaction fibres/polymères en présence d'eau

Co-réticulation



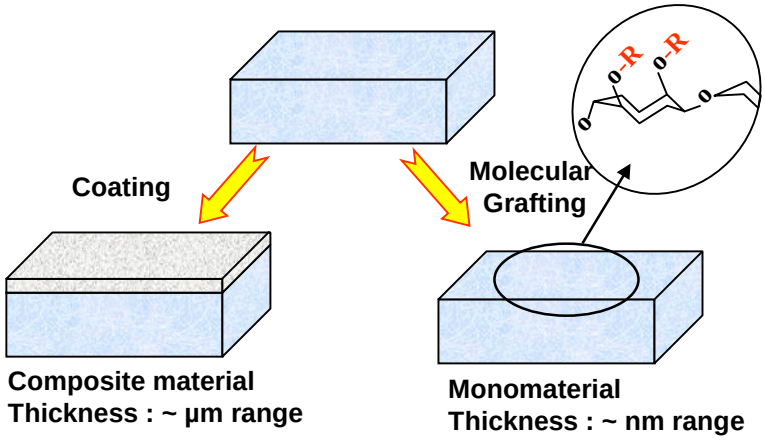
Mono-matériau hybride:
co-réticulation entre un polymère thermodurcissable et des groupes fonctionnels greffés sur les fibres

L'utilisation des fibres de cellulose comme renfort pour des matrices polymériques nécessite leur modification chimique par des molécules hydrophobes.

- Non fonctionnalisées: thermoplastiques
- Fonctionalisées: thermodurcissables

- Comment réaliser la modification chimique contrôlée des fibres de cellulose dans des conditions économiquement acceptables et sans altérer leurs propriétés de biodégradation et de recyclabilité?

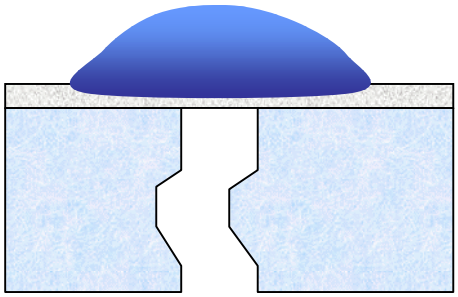
Surface properties of solid materials can be modified by coating or by molecular grafting technique



Coating have thickness in the micron *range and give rise to weakly bound composite material. Molecular grafting have thickness in the* nanometer *range and give rise to tightly bound monomaterial*

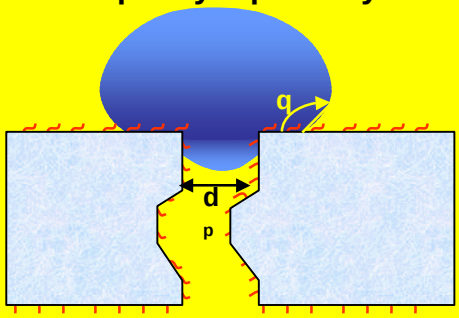
Waterproofing can be achieved either by occlusion or by capillary repellency phenomenon using hydrophobic molecular grafting.

Occlusion



- Non reversed by surface active agent

Capillary repellency



- Reversed by surface active agent
- Go through limit pressure is a function of contact angle and pore diameter

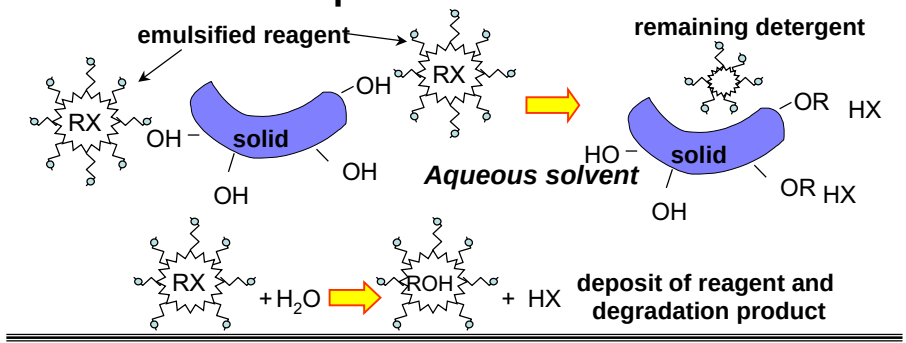
$$P = \frac{-2\gamma\cos(\theta)}{d_p}$$

γ : Liquid surface tension

Description of existing hydrophobic molecular grafting processes

- In aqueous conditions
- In non-polar organic solvents
- In gaseous conditions

Hydrophobic molecular grafting process in aqueous conditions



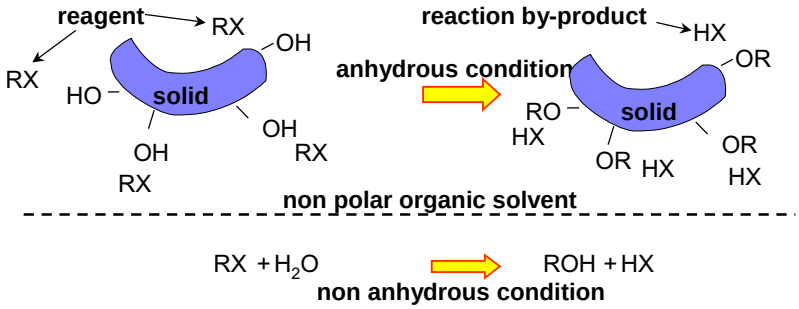
Advantages

- cost
- safety

Disadvantages

- water is a poor solvent for non polar fatty reagents, requiring emulsification
- difficulty to bring the reagent in intimate contact with the solid substrate
- waste water disposal
- large amount of degradation products
- reagent overdosing and non quantitative derivatization of the surface of the solid emulsion break-down leading to the spoiling of process equipment with non polar reagents and degradation products

Hydrophobic molecular grafting process in non polar organic liquids



$RX + H_2O \rightarrow ROH + HX$

non anhydrous condition

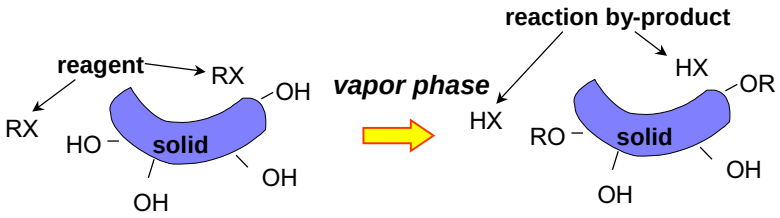
Advantages

- good solvent for fatty reagents
- brings the reagent in intimate contact with the solid substrate
- are not deleterious for the reaction as long as they remain anhydrous

Disadvantages

- need of HX removal for reaction completion
- cost
- safety
- solvent disposal

Hydrophobic molecular grafting process in gaseous conditions



Advantages

- absence of reagent hydrolysis side reaction

Disadvantages

- not practical with high boiling point long chain fatty reagents because of the impossibility of achieving sufficient reagent concentration in the gas phase
- containment problem : not compatible with large scale production requirement
- extremely costly

Existing molecular grafting process are clearly unsatisfactory for large scale industrial manufacturing

Need to develop an alternative approach based on a different chemical synthesis principle.

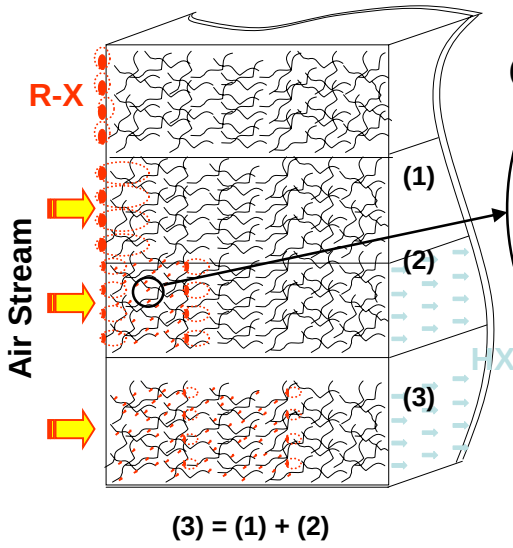
The breakthrough answer : chromatogenic chemistry

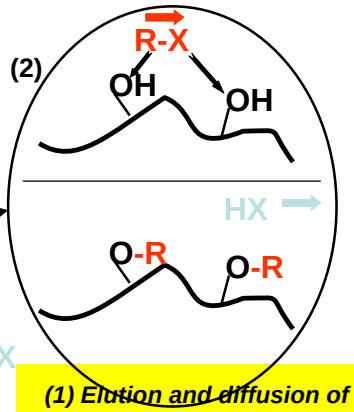
Principle of chromatogenic chemistry

- **Chromatogenic chemistry involves a reaction between the specific surface of a solid substrate and a reagent, in which the reagent is also an eluate which diffuses evenly within the solid substrate through the action of a gas stream.**

- **In chromatogenic chemistry, the reaction is therefore performed not in liquid or gaseous conditions but in solid-gas conditions**

The new grafting technique:
Theoretical principle of chromatogenic chemistry





(1) Elution and diffusion of R-X

(2) Adsorption of reagent molecules on the fibers surface and covalent coupling of reagent upon fibers molecules.

Chromatogenic Chemistry Equation

$$R\text{-}OH + R'X \underset{k_2}{\overset{k_1}{\rightleftharpoons}} R\text{-}OR' + HX$$

Gas temperature

Reagent Boiling point

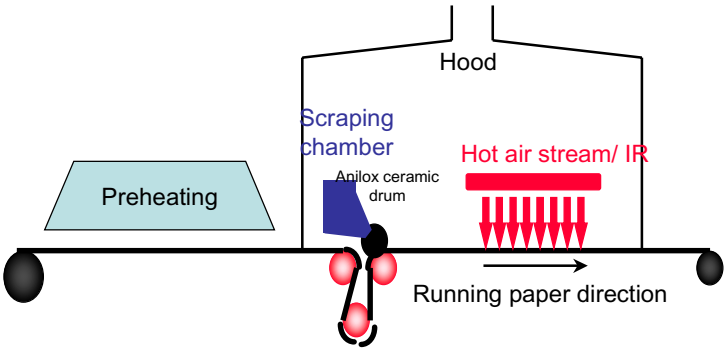
$$Y = \frac{e^{(a+bT^\circ + cTeb/T^\circ)}}{D}$$

Yield

Flow rate

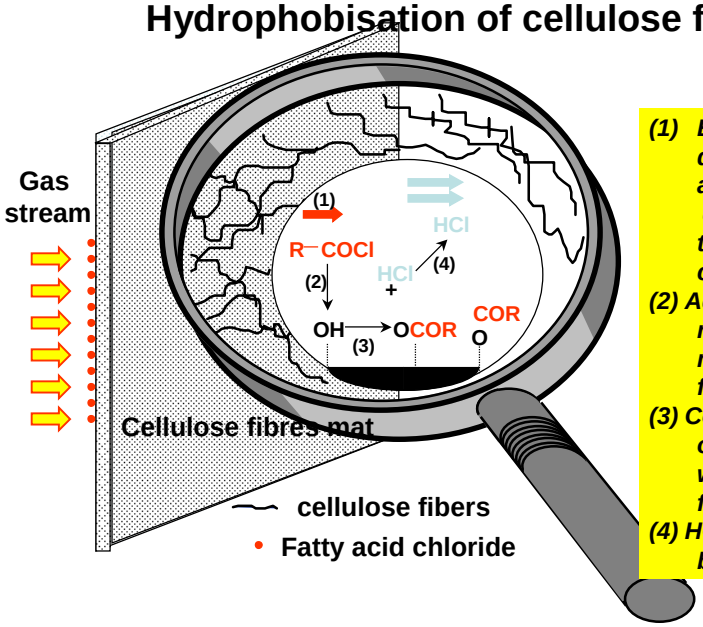
Clean, quantitative, ultra-fast chemical reaction

Off line reagent deposition and Chromatogenic Chemistry using flexography technology



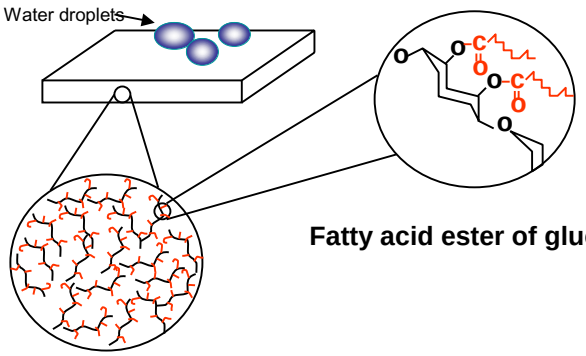
The off line feasability of the Chromatogenic Chemistry process has been experimentally demonstrated, using actual industrial manufacturing facilities

A practical application of chromatogenic chemistry : Hydrophobisation of cellulose fibres



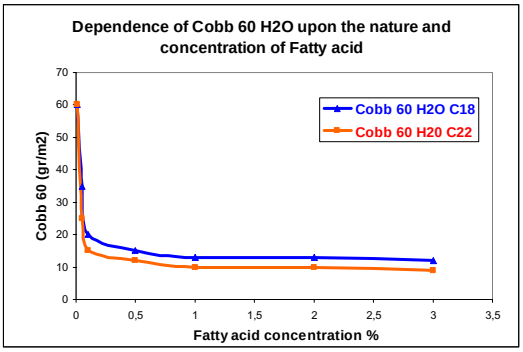
(1) Elution and diffusion of fatty acid chloride within the network of cellulose fibers.
(2) Adsorption of reagent molecules on the fibers surface
(3) Covalent coupling of fatty acids with cellulose fibers
(4) HCl elimination by carrier gas

Chromatogenic Chemistry is a way to provide hydrophobicity to cellulose products through the covalent grafting of fatty acids



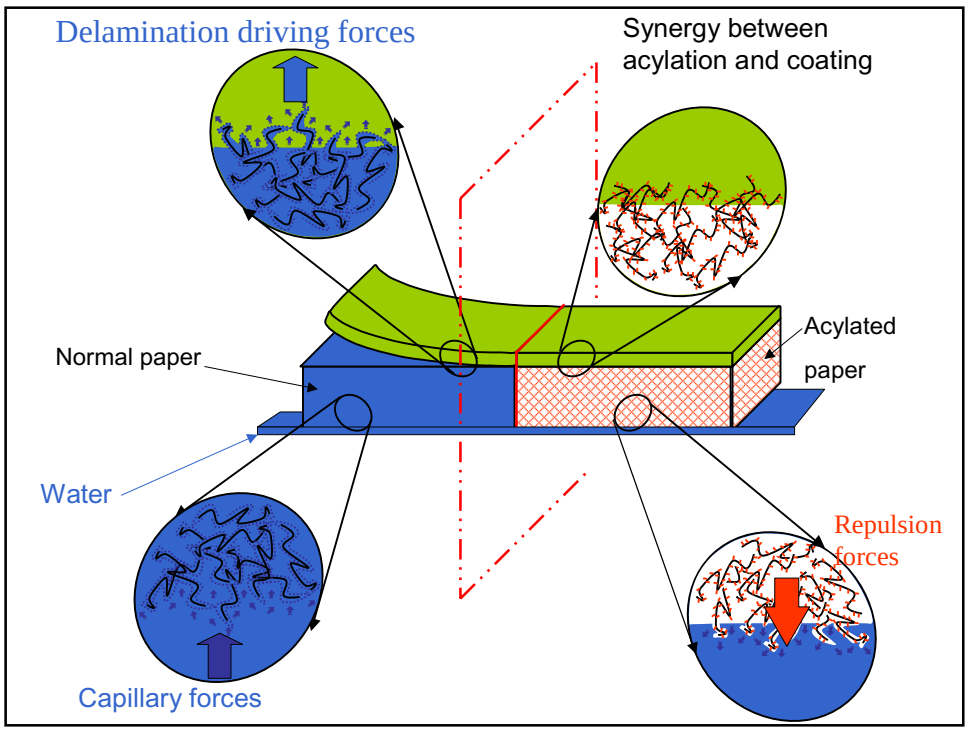
End product = Natural Biomaterial. Preservation of biodegradability and recyclability properties of the original cellulose material

Influence of the nature and concentration of fatty acid upon water barrier properties

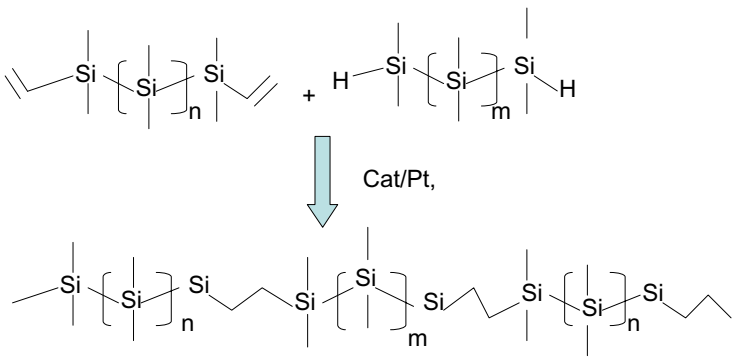


Whatman filter paper N°2

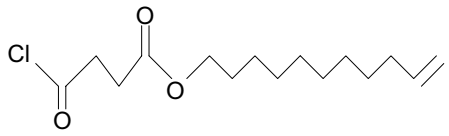
Significative but minor differences are observed between C18 and C22

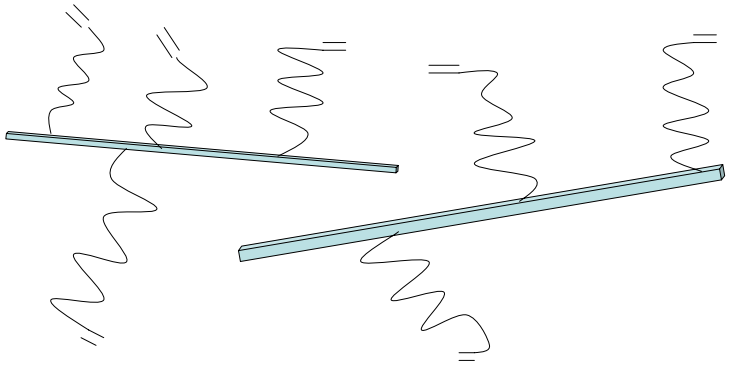


Application de la chimie chromatogénique au Système polymérique PDMS

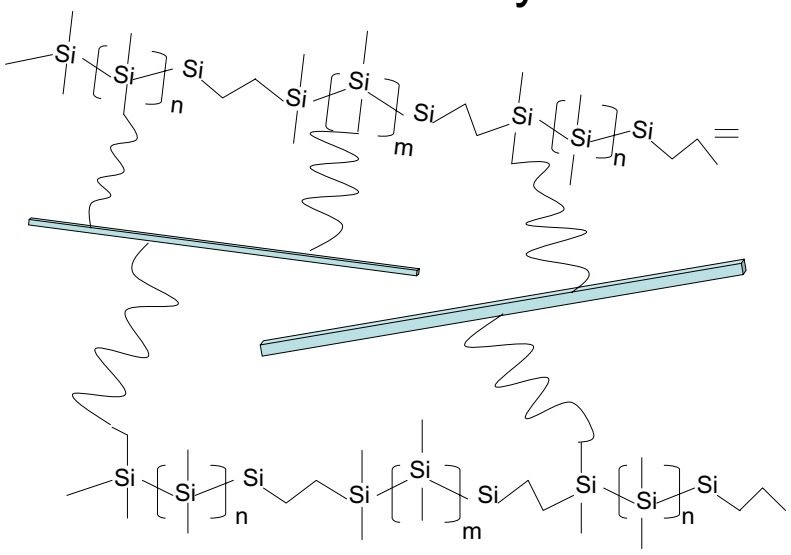


Greffage d'acides gras vinyliques sur des fibres de cellulose

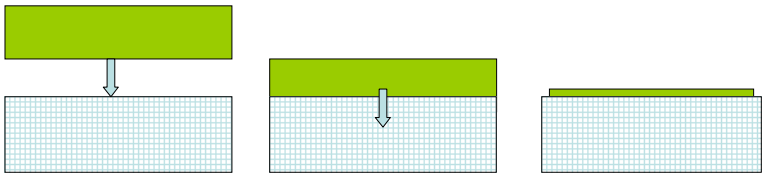




Co-réticulation Mono-matériau hybride



Procédé de siliconage conventionel

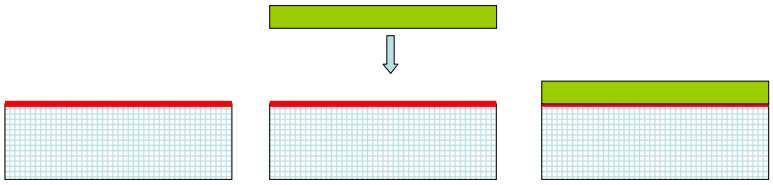


Application de la solution d'oligomères de silicone sur le papier

Pénétration et réticulation

Affleurement de la couche de silicone

Procédé de siliconage par réticulation



Greffage d'acides gras vinyliques à la surface de la feuille de papier

Application de la solution d'oligomères de silicone sur le papier recouvert d'acides gras vinyliques

Adhésion forte de la couche de silicone à la surface de la feuille de papier. Meilleure adhérence, meilleur effet barrière avec <50% de silicone.

Conclusion

- La modification chimique de surface est un moyen privilégié de compatibiliser les fibres de cellulose avec les polymères thermoplastiques et thermodurcissables
- La chimie chromatogénique permet de réaliser cette modification dans des conditions de chimie propre et économiquement compétitives
- La problématique de compatibilisation des fibres avec les polymères se rencontre de façon analogue dans un grand nombre d'autres industries, textile, papier, bois…
- Principaux verrous au développement de cette approche: le manque de molécules spécifiques et d'équipements industriels de traitement.

Compatibilisation des fibres de cellulose associées à des matrices polymères

Les nombreux contacts que j'ai pu avoir ces dernières années avec des représentants de différents secteurs industriels notamment, papier, textile, plasturgie et bois m'ont convaincu que les problématiques d'élaboration de nouveaux matériaux rencontrées dans ces secteurs pouvaient paraître, en apparence très différentes, mais qu'elles présentaient, en fait, toutes, un point commun, la difficulté de rendre compatible la surface de fibres de cellulose hydrophile avec des matrices polymères hydrophobes.
Il me paraît aujourd'hui évident que la maîtrise des propriétés de surface des fibres de cellulose permettrait la mise au point de matériaux entièrement nouveaux, fabriqués non seulement majoritairement à partir de matières premières renouvelables mais également dotés de propriétés mécaniques particulièrement intéressantes.
Pendant longtemps, la perspective de parvenir à modifier chimiquement la surface des fibres de cellulose dans des conditions économiquement acceptables au niveau industriel est restée du domaine de la chimère. J'ai essayé, dans ma présentation, de montrer qu'une rupture dans la façon de « penser la chimie » pouvait permettre de transformer, de façon concrète, cette chimère en réalité. Les résultats obtenus indiquent qu'en effet, des résultats spectaculaires peuvent être atteints grâce à cette nouvelle technique de modification chimique de la surface de ces fibres. Pour autant, comme dans toute vraie rupture, la chaîne logistique complète de cette nouvelle technologie n'existe pas encore. Les progrès sont donc lents, fautes de connaissances complémentaires, de réactifs spécifiques, de méthodes d'analyses ou encore d'équipements de traitement spécialisés.
L'ambition que je voudrais vous proposer, est de nous regrouper, afin d'atteindre, ensemble, trois objectifs clés :

- Progresser plus vite grâce au partage de l'information et au croisement des compétences
- Permettre la mise en place de la totalité de la chaîne logistique
- Faire reconnaître l'importance scientifique et économique de notre démarche (pôles de compétitivité, programmes de recherche collaboratives).

Nous sommes déjà plusieurs Centres de Recherche, Centres Techniques et groupes industriels à adhérer à cette démarche de mutualisation (CERMAV, PEP, CTP, IFTH, Compositec, …) Nous vous invitons à nous rejoindre pour devenir ensemble le premier pole d'excellence mondial dans ce secteur clé du domaine des matériaux de demain.

« Développement de procédés autour des fibres naturelles »

Edouard PHILIPPE
DEHONDT TECHNOLOGIES

DEHONDT Technologies est spécialisée dans la conception et la production de machines dédiées à la transformation du lin textile. Leader mondial pour l'enroulage des fibres longues dans les secteurs de l'agriculture et de l'industrie, l'entreprise se caractérise par une longue tradition d'innovations en matière de mécanisation du travail de cette noble fibre
DEHONDT Technologies, c'est un bureau d'étude et d'ingénierie capable de répondre à tous les problèmes posés par la production de fibres écologiques qui respectent le milieu naturel, de résoudre les difficultés de préparation de ces fibres en milieu industriel et de participer à l'élaboration et au management de produits industriels naturels.
Conception de process, étude et réalisation de mécanismes, mise au point d'automatisme, conditionnement et manutention de fibres naturelles, gestion complète de projets, supervision.

Bernard CONSTANT
ADMAJORIS

Présente depuis 35 ans dans le secteur de la formulation de spécialités, ADMajoris est producteur de granulés formulés de matières plastiques. La capacité annuelle est de 16 000 T, pour un effectif global de 64 personnes.
Doté d'un département de recherche et développement, des ingénieurs sont spécifiquement dédiés sur des projets et axes principaux stratégiques pour l'entreprise (nano composants - produits résistants au feu – fibres végétales naturelles - technologie de production de thermoplastique avec produits fibreux).
Les spécialités de l'entreprise sont la coloration dans la masse des matériaux (35 ans d'expertise), les renforts d'origine minérale (talc, caco3, ou autres), les renforts fibres de verre (y compris nouvelle technologie de produits contenant des fibres de verre longues), la résistance au feu améliorée des Polypropylènes, Polyamide, en conformité avec les nouvelles normes ROHS, UL,.sans produits halogénés et les renforts fibreux d'origine naturelle.

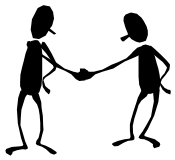
Dudu COSGUN
BILLION

Basée au coeur de l'Europe, la société BILLION, spécialiste de la multi-injection est implantée à Bellignat, dans la plastic Vallée depuis 50 ans.
BILLION a produit 250 machines en 2004 représentant un chiffre d'affaire de 39 millions d'euros dont 40% à l'exportation. La gamme de presses s'étend de 40T à 2650 T.

le plin d'innovations

Développement de procédés autour des fibres naturelles

Partenariat



Transformateurs industriels de fibres longues de lin

Transformateurs de semi-produits et de produits finis en plasturgie-composites

Autres supports

Pôle Européen de Plasturgie

COMPOSITEC

Université du Havre, Rouen, Lorient

ANVAR, ADEME

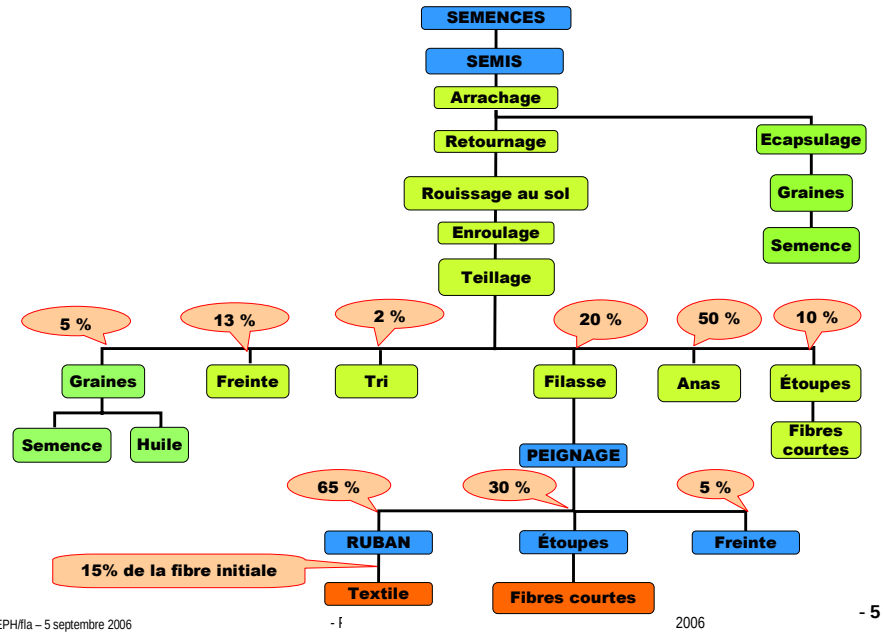
Développement de procédés autour des fibres naturelles

1. Présentation du groupe Help-Dehondt
2. Filière traditionnelle du lin pour des applications textile
3. Données actuelles sur la production du lin
4. D'une production agricole à l'industrie de la plasturgie
5. Mise en œuvre de fibres longues de lin pour la plasturgie
6. Conclusion

Présentation du groupe Help Conseils – Dehondt Technologies

- Help Conseils
  - Création en 1994
  - Bureau d'études, de R&D spécialisé en machinisme industriel, de la CAO à la réalisation de prototypes
- Dehondt Technologies
  - Entreprise familiale créée en 1953
  - Fabrication de machines industrielles pour la transformation et le conditionnement du lin fibres longues
- Groupe Help Conseils – Dehondt Technologies
  - Leader mondial de la fabrication de machines et d'outils spécialisés dans l'enroulage de lin fibres longues – *Usine Nouvelle N°2913* -

Filière traditionnelle du lin textile



Fibres longues de lin : données actuelles

60% du lin français provient de Normandie

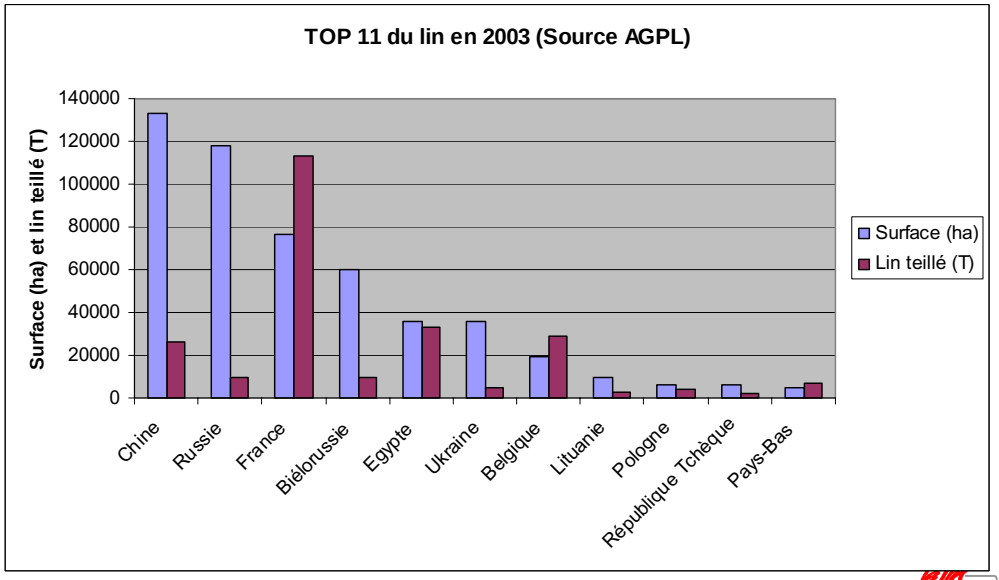
80% de la surface du lin européen est français

La France : 1er rang mondial avec 113 000 T de lin teillé en 2003 soit 47% du marché mondial

+ 80 % des filatures en Chine

La Chine devient exigeante sur la qualité et le coût

Instabilité du cours du lin



4. D'une production agricole à l'industrie des composites

.....Tissage
Extrusion
Procédés LFT
Placement de fibres
Projection simultanée
Enroulement filamentaire .....

Caractéristiques significatives des fibres de lin

- Fibres longues *versus* chanvre
- Disponible
- Matière première renouvelable
- Biodégradabilité
- Éco-bilan favorable (neutre face au CO_2)
- Limitation des problèmes de sensibilisation (dermiques/respiratoires)
- Peu d'intrants (seulement 10 unités d'azote / tonne de matière sèche)

Densité faible : d = 1,5kg/m^3 *(vs 25 fois plus léger que fibre de verre)*
Propriétés mécaniques spécifiques élevées
Présence de sites réactifs *(ensimage …)*
Absorption phonique/thermique

Valorisation des déchets :
étoupes (non tissé)
anas (pouvoir calorifique de 4000Kcal/kg, comparable à la paille)
Biopolymère
Graines

Conclusion – Intérêt des fibres longues de lin

Propriétés mécaniques équivalentes à celles des fibres de verre

Faisabilité de la mise en oeuvre comme renfort dans les composites structuraux

Matière première renouvelable,
écobilan favorable

Mise en place d'outils de prédiction propres à ce type de matériaux

Prochains développements
Intérêt des fibres longues de lin

Continuité d'innovation
dans des nouvelles technologies de récolte et de transformation

Mise en place de critères
- de caractérisation
- de qualification
- de certification

Traçabilité totale
du champ au transformateur final

Remerciements

- *ADEME / AGRICE - Hilaire Bewa*
- Pôle Européen de Plasturgie – Charlyse Pouteau
- COMPOSITEC – Véronique Martin
- AD Majoris – Mr. Constant
- BILLION – Dudu Cosgun

Bibliographie

- AGPL
- Maison du Lin
- Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites, C. Baley, Techniques de l'Ingénieur, AM 5 130, 2004
- Renforcement des polymères par des fibres végétales. RCMA, 2006, 16 (1), ed. Lavoisier

majoris

majoris
CUBLIZE : 60 kms N/O de LYON

majoris

majoris

L'industrie des thermoplastiques en point de mire

Couleur et formulations de spécialités

Polyoléfines

Polymères Techniques

majoris

Specialités

PP - PE	PA – POM PC – PBT - ABS – PPS

Fibres de verre courtes ou mixte mineral/fibres de 5 à 40%

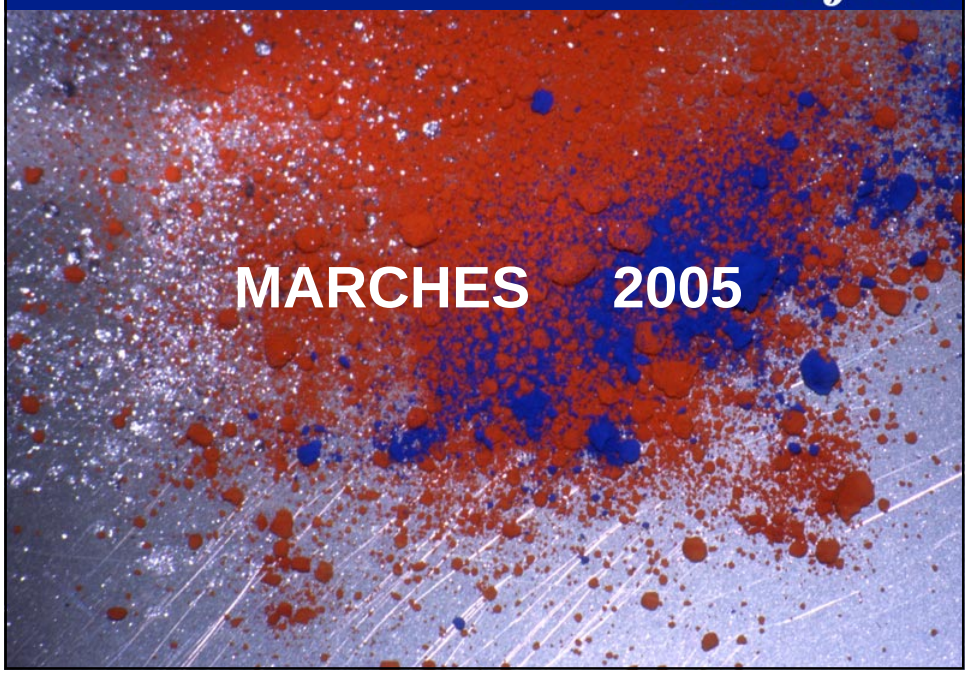
Fibres de Verre longues sur base PP ou PA

Produits résistants au feu – base PP ou PA – Avec ou sans Halogènes

Protection aux UV (extérieur – intérieur) (long terme) base PP ou PA –

Produits sur mesure en fonction de la demande client……..

majoris



ADmajoris

Chiffre d' Affaires 2005

Automobile **43%**

Electro-Menager / Electrique **22%**

Autres **35%**

Outillages – Sports & loisirs – Médical - Revalorisation…

ADmajoris

Un réseau de Ventes au service des Clients

47% du CA hors France en 2005

majoris
R & D

majoris
Innovations
Ingénieurs et techniciens dédiés
Projets de recherches directement liés à la stratégie de l'entreprise

Fibres Naturelles

Innovations

AD majoris et l' Innovation

- Développement de produits thermoplastiques faisant appel au renfort de fibres naturelles,

- Objectifs

- Atteindre l'équivalence des propriétés mécaniques des produits à base de charges classiques (fibres de verre, mica, wollastonite, ..) pour envisager tout ou partie de leur remplacement.

-Abaisser le poids des pièces produites,

AD majoris

Innovations

AD majoris et l' Innovation

- Développement de produits thermoplastiques faisant appel au renfort de fibres naturelles,

- Objectifs

- Eco-conception pour participer ainsi aux économies d'énergie et à la réduction de la dépendance actuelle aux produits pétroliers

- Effet novateur créant l'intérêt du designer et du marketing

AD majoris

Innovations

AD majoris et l' Innovation de Technologie

- Développement de technologies innovantes pour l'imprégnation de fibres naturelles

Objectifs

-Préservation de la longueur des fibres par ces innovations liées aux process pour atteindre un niveau de propriétés mécaniques élevées

- Hybrides en combinaison avec les charges renforçantes

AD majoris

Innovations

AD majoris et l' Innovation de Technologie

- en Partenariat avec

-le P.E.P ,
- les Fournisseurs de Fibres naturelles,
- les Clients

Polymères Naturels

Transformation des matériaux chargés fibres naturelles par le procédé d'injection sandwich

Pôle Européen Plasturgie Recherche - Développement

le lin GD DEHONDT TECHNOLOGIES

RENAULT TRUCKS

AD majoris

BILLION

Procédé d'injection sandwich de matériaux chargés fibres naturelles

Injection de matériaux sandwich

✓ Problématique

Lever par l'utilisation de **procédés hybrides**, des verrous qui ne peuvent pas être levés actuellement par la formulation (**tenue au choc, tenue à l'humidité, odeurs**…)

✓ Principe et objectifs

- Étudier la **faisabilité technique** de l'utilisation d'un procédé d'injection sandwich sur ces matériaux

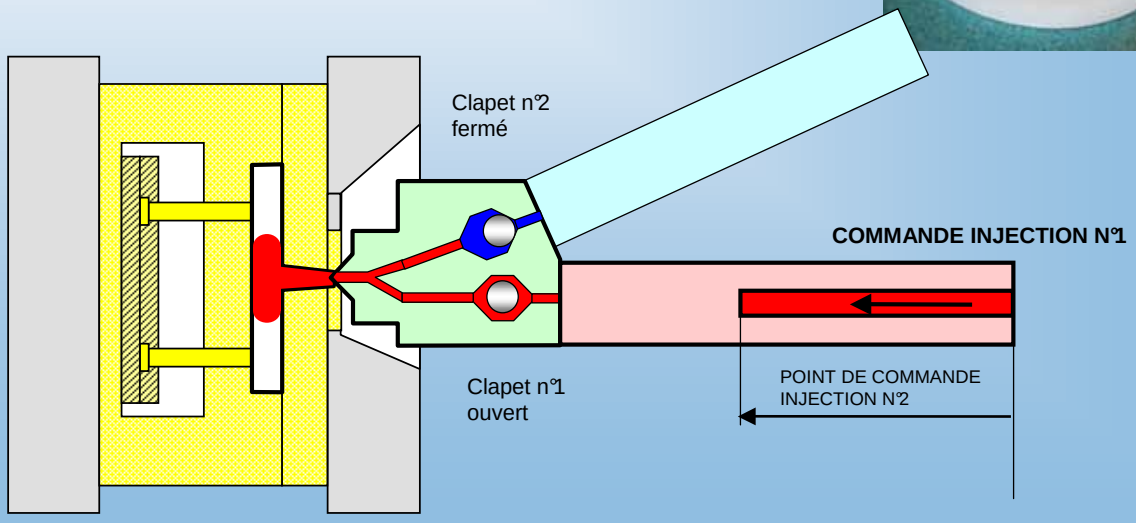
- Étudier **l'influence de la morphologie des pièces sur les propriétés** limitantes

Journée Technique « Matériaux chargés fibres naturelles »

Procédé d'injection Sandwich

en peau :
PP

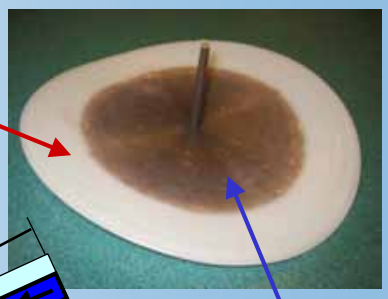
Phase 1 :



Procédé d'injection sandwich de matériaux chargés fibres naturelles

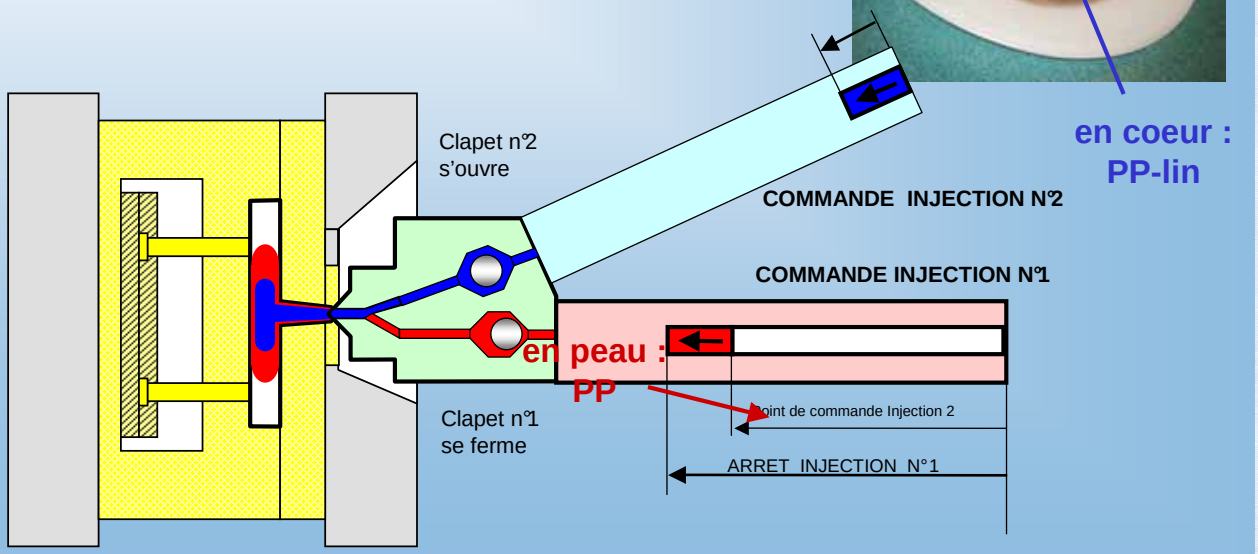
Procédé d'injection Sandwich

en peau :
PP

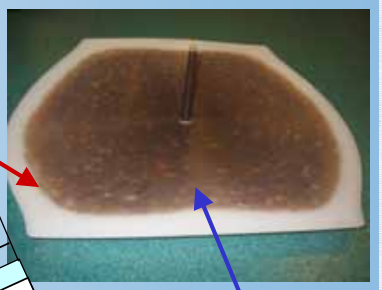


en coeur :
PP-lin

Phase 2 :



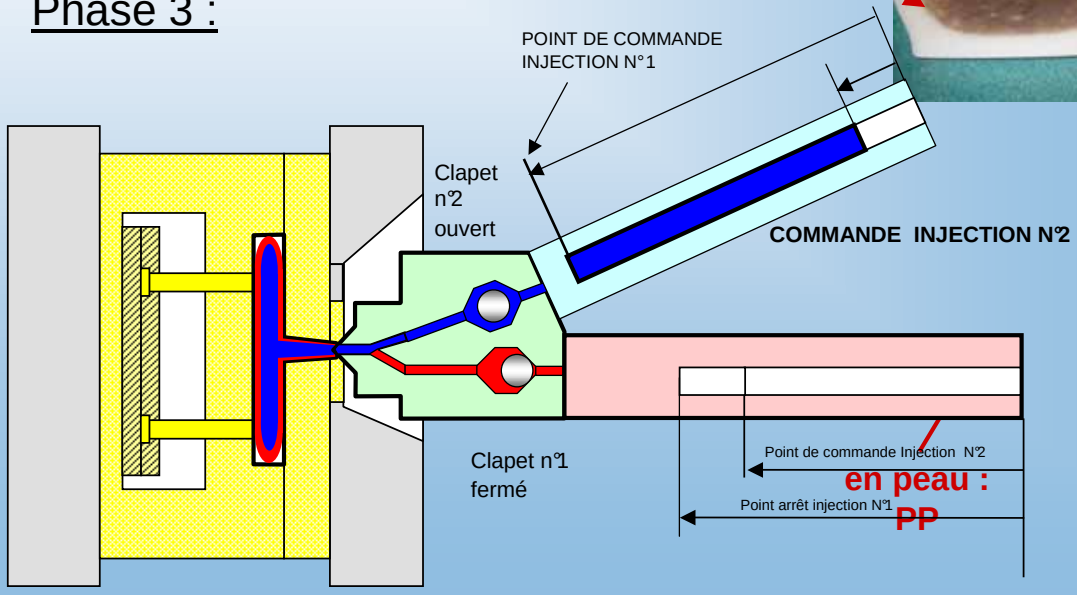
Procédé d'injection Sandwich



en peau : PP

en coeur : PP-lin

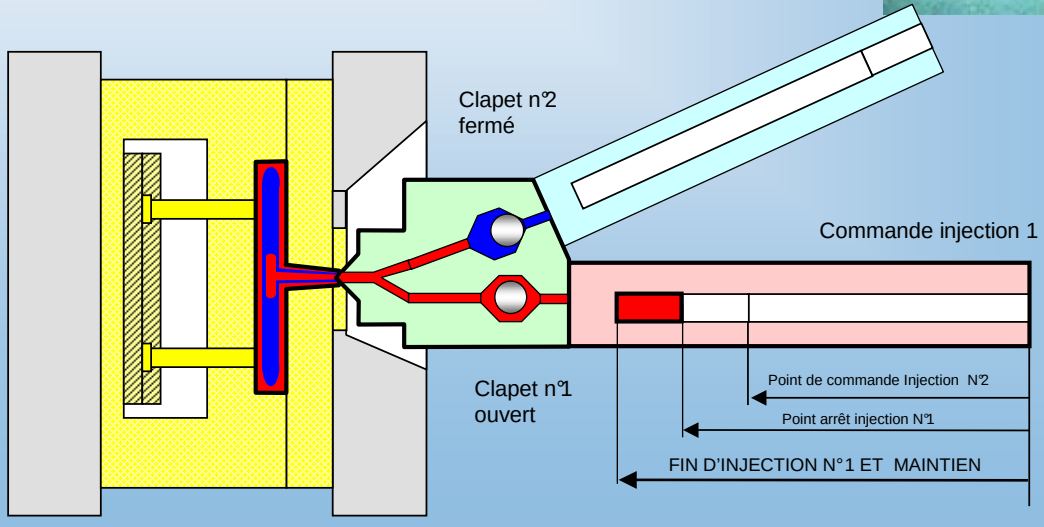
Phase 3 :



Procédé d'injection sandwich de matériaux chargés fibres naturelles

Procédé d'injection Sandwich

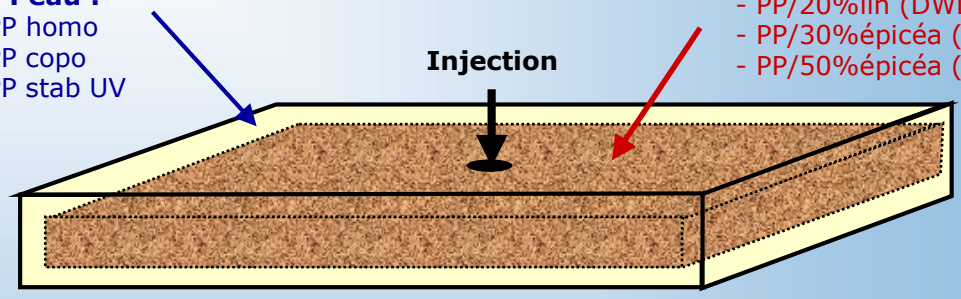
Phase 4 :



Essais d'injection en bi-injection sandwich

En Peau :
- PP homo
- PP copo
- PP stab UV

En Cœur :
- PP/20%lin (DWL)
- PP/30%épicéa (DWE30)
- PP/50%épicéa (DWE50)



→ **Stabilité du procédé en monomatières composites ?**
→ **Stabilité du procédé en bi-matière ?**
→ **Variations de comportement entre les différentes matières de Cœur ?**
→ **Validation de la procéssabilité ?**

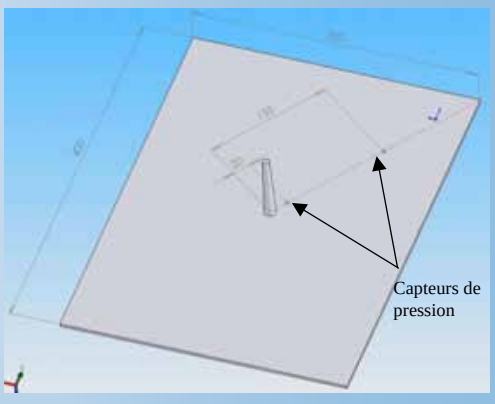
Validation en s'appuyant sur l'instrumentation du procédé

Procédé d'injection sandwich de matériaux chargés fibres naturelles

Essais d'injection en bi-injection sandwich

✓ Principe de l'instrumentation

- 2 capteurs de pression dans l'empreinte
- 1 capteur de pression hydraulique dans chacune des vis (« Cœur » et « Peau »□
- 1 capteur de course de vis pour chacune des vis (« Cœur » et « Peau »□



✓ Vérification de la répétitivité du process

- Procédé stable en MONOMATIERE (vierges et composites□
- Procédé stable en BI-MATIERE

✓ Validation de la faisabilité technique

→ Aucun pbl n'a été rencontré lors des essais bi-matière
→ Ces matériaux peuvent être injectés en sandwich tout comme d'autres matériaux TP

Journée Technique « Matériaux chargés fibres naturelles »

Caractérisation des pièces réalisées en bi-injection sandwich

Épaisseur, rapport cœur/peau

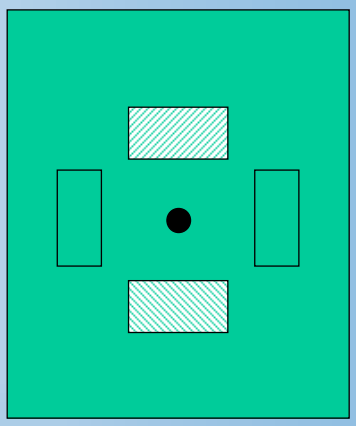
Propriétés en traction

Propriétés de résistance au choc

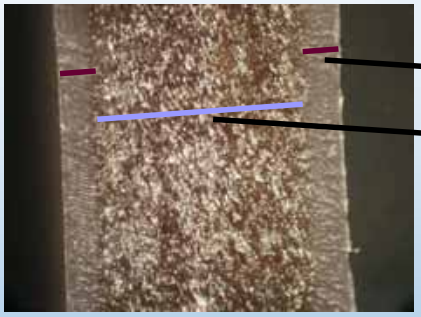
Propriétés de sorption

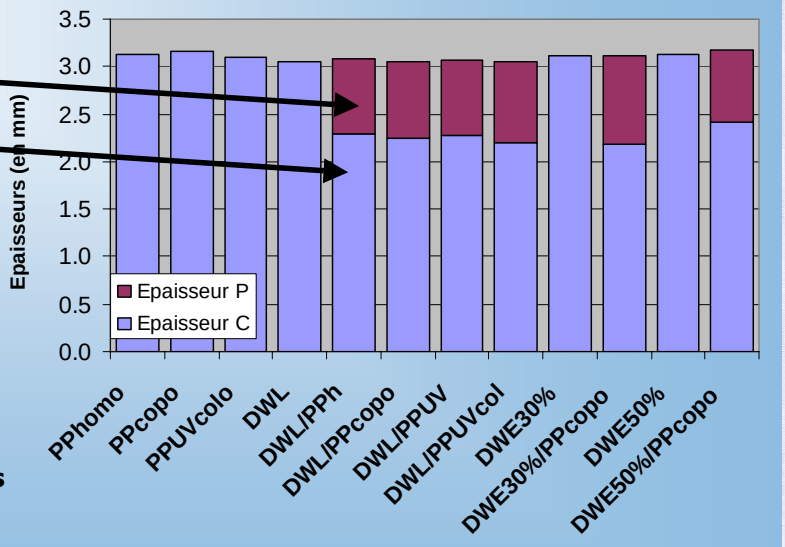
Tenue aux UV

Odeur



Morphologie de l'échantillons : Épaisseur, rapport cœur/peau





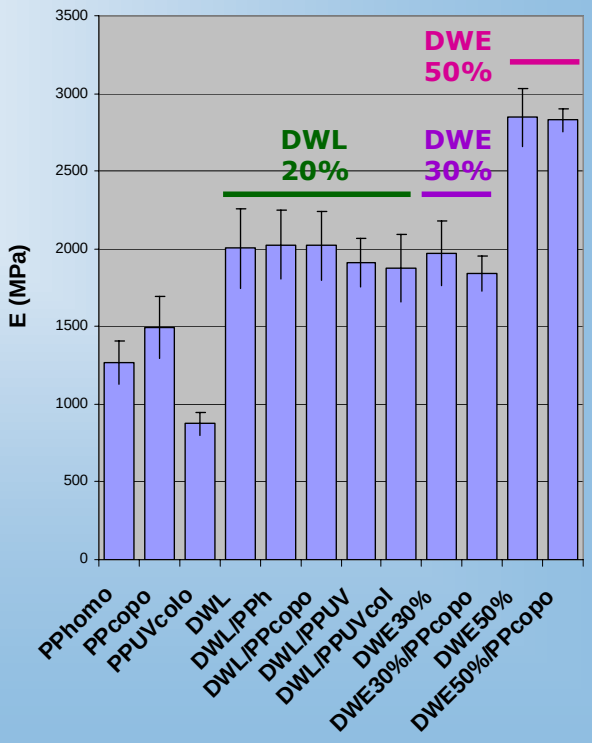
- **épaisseurs totales stables**

- **pourcentage de peaux variables entre 24 et 30%**

Propriétés en traction : Module

→ Des éprouvettes ont été usinées dans le sens transverse du flux

→ **Pas de variations significatives des modules de traction**

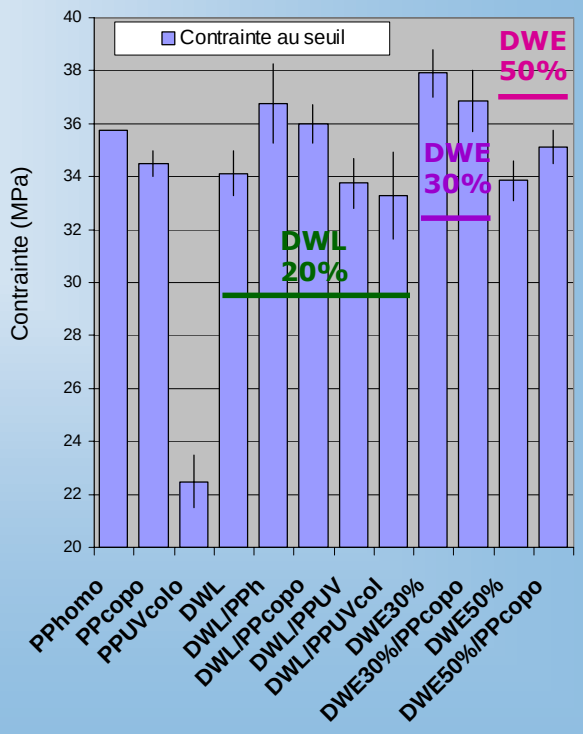


Procédé d'injection sandwich de matériaux chargés fibres naturelles

Propriétés en traction : Contraintes

→ **Pour les DWL :**
Sandwichs apportent une légère augmentation de contrainte (dépend de la peau associée, notion d'adhésion cœur/peau)

→ **Pour les DWE :**
Faibles variations de contraintes



Influence sur les propriétés mécaniques en traction

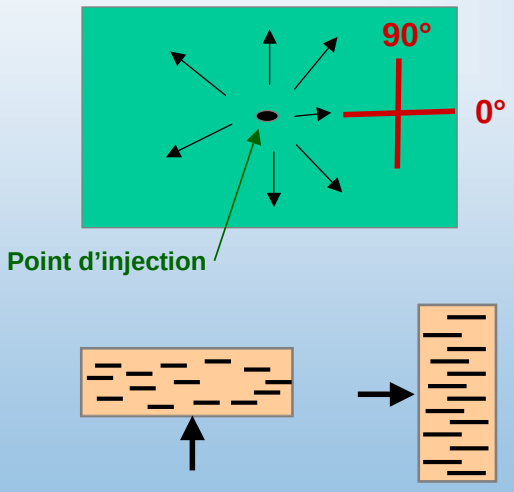
Modules → **Pas de variations significatives**

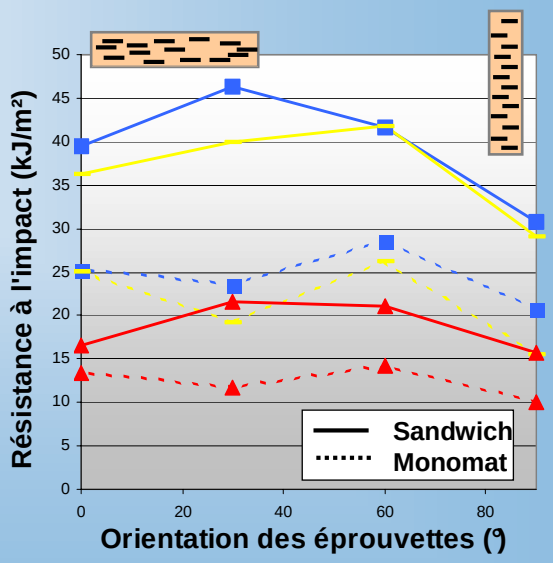
Contraintes → **Légère augmentation**

Procédé d'injection sandwich de matériaux chargés fibres naturelles

Influence sur les propriétés de résistance au choc

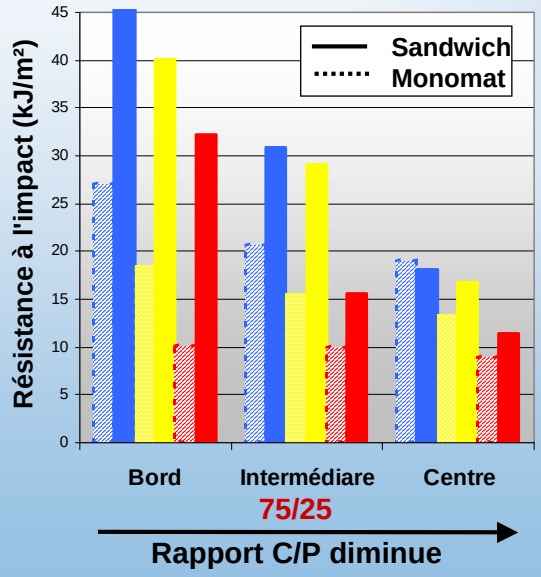
→ Orientation des éprouvettes selon le sens du flux (entre 0 et 90°)





Influence sur les propriétés de résistance au choc

→ Influence de l'épaisseur de peau



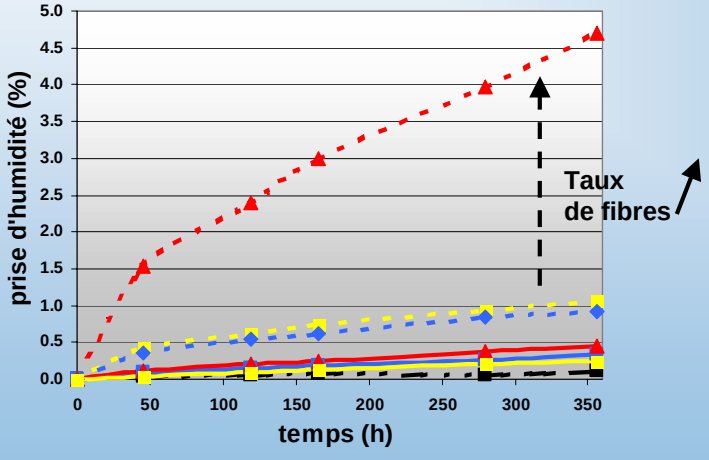
Monomatières :
Variation de propriétés au choc générée par une variation des contraintes

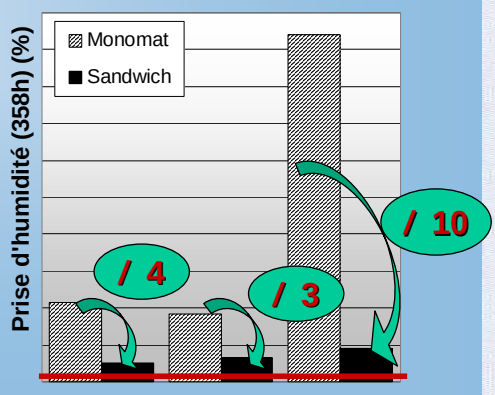
Sandwich :
- Augmentation de la résistance au choc
- Très forte influence du rapport C/P

Procédé d'injection sandwich de matériaux chargés fibres naturelles

Influence sur la reprise d'humidité des matériaux

- Immersion dans eau, 40℃, 358 h
- 3 compounds (≠ fibres, ≠ pourcentages)
- —— sandwich ou ····· non

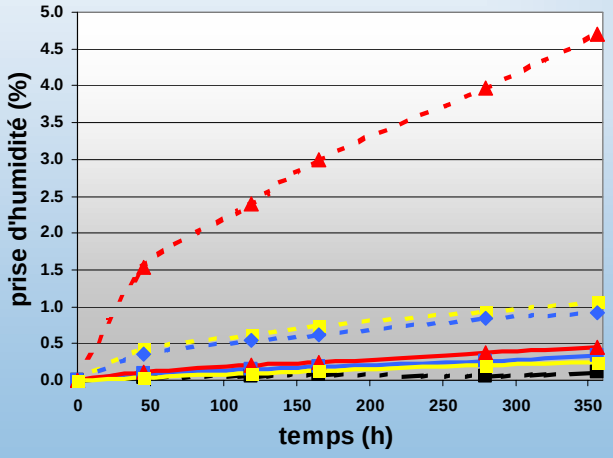


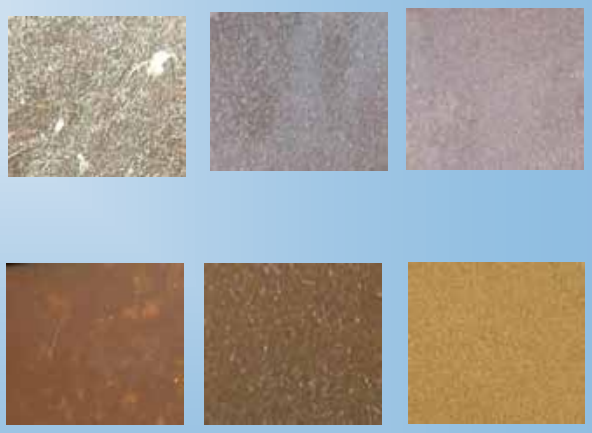


Journée Technique « Matériaux chargés fibres naturelles »

Influence sur la reprise d'humidité des matériaux

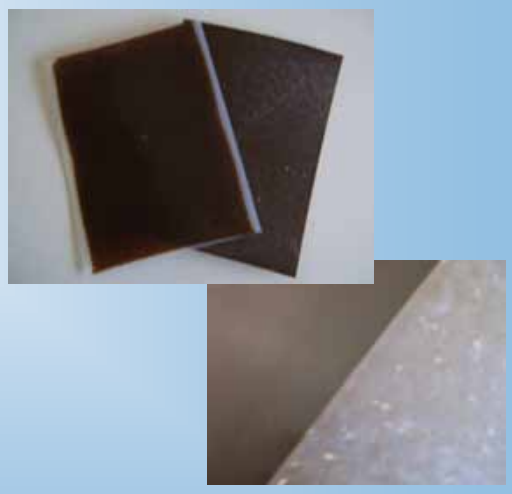
- Immersion dans eau, 40℃, 358 h
- 3 compounds (≠ fibres, ≠ pourcentages)
- ——— sandwich ou ····· non





Influence sur l'aspect

PP chargé fibres d'epicea



PP chargé fibres de lin

Intérêt de la technologie sandwich pour les application en fibres naturelles

La technologie SANDWICH permet de repousser les limites d'utilisation des matériaux chargés fibres naturelles, qui représentent souvent un frein au développement de ces matériaux :

- **Diminution très forte de la reprise d'humidité (jusqu'à un facteur 10, suivant le taux de charge)**
- **Meilleure résistance aux vieillissement**
- **Améliration des propriétés aux chocs**
- **Atténuation très forte de l'odeur**

Le procédé d'injection SANDWICH élargit le champs d'application des matériaux chargés fibres naturelles.

Notre Centre Technique : Une opportunité pour un essai bi-matière

Presses bi-matière de 150 à 750T

Avec la technologie sandwich, possibilité de réaliser un essai avec n'importe quel moule mono-matière conventionnel

« Avancées en terme de normalisation sur les matériaux chargés bois et sur les biodégradables »

Alain GENTY
Bureau de Normalisation des Plastiques
et de la Plasturgie (BNPP)

Les Missions

En regroupant les experts des plasturgistes français, le Bureau de Normalisation des Plastiques et de la Plasturgie (BNPP) permet de défendre les produits et les techniques français.

Le BNPP est l'interlocuteur officiel sur son champ de compétences pour représenter la France auprès de l'ISO et du CEN.

Positionné sur le champ du matériau plastique, des semi produits et de certains produits finis, le BNPP répond la plupart du temps aux besoins de la "certification produits" (marquage CE).

Initiatives – Actions

- Soutien aux animateurs français des groupes de travail européens (CEN) et internationaux (ISO) pour positionner la France aux plans européen et international.
- Accompagnement des entreprises de la plasturgie dans l'appropriation des normes européennes harmonisées liées à la directive "produits de construction" (DPC).

Spécifications techniques sur les matériaux et produits en WPC

Elaboration par le **CEN / TC 249 / WG 13**, Plastiques - Wood-Plastics composites

- Réponse à un besoin d'harmonisation des méthodes d'essai pour la caractérisation des matériaux WPC et produits en WPC et la définition de spécifications
- Moyen d'acquérir de l'expérience et des connaissances afin de garantir des produits de qualité

Bureau de Normalisation des Plastiques et de la Plasturgie

Journée technique PEP
13 septembre 2006

prCEN / TS 15534, Composites bois-plastiques (WPC)

- **prCEN / TS 15534-1, Méthodes d'essai pour la caractérisation des matériaux WPC et des produits en WPC**

  Identification des méthodes d'essai, de leurs paramètres respectifs et des conditions d'essai à utiliser pour déterminer les caractéristiques des matériaux WPC et produits en WPC

- **prCEN / TS 15534-2**, **Caractérisation des matériaux**

  Identification des propriétés requises et facultatives des matériaux WPC

- **prCEN / TS 15534-3**, **Caractérisation des produits (limités provisoirement aux profilés pour platelage et bardage)**

  Identification des propriétés requises et facultatives des produits en WPC

Domaine d'application des CEN/TS 15534

Composite bois-plastique, WPC

Matériau ou produit résultant de la combinaison d'une ou plusieurs matières cellulosiques avec un ou plusieurs thermoplastiques, fabriqué ou destiné à être fabriqué au moyen des techniques de transformation des plastiques

Bureau de Normalisation des Plastiques et de la Plasturgie

Journée technique PEP
13 septembre 2006

Propriétés identifiées

- Propriétés physiques
- Propriétés mécaniques
- Durabilité
- Propriétés thermiques
- Comportement au feu
- Autres propriétés

Distinction entre utilisation intérieure et extérieure

		Caractéristiques	Méthodes d'essai	Utilisation en extérieur	Utilisation en intérieur
Propriétés physiques					
	6.1	Masse volumique	EN ISO 1183-1 EN ISO 1183-3	X	X
	6.2	Teneur en humidité	ISO 16979	X	X
	6.3	Température de fléchissement sous charge	EN ISO 75-1 EN ISO 75-2	X	X
	6.4	Résistance au glissement - Coefficient de frottement (surfaces de sol)	EN 13893	X	X
Propriétés mécaniques					
	7.1	Résistance au choc Choc en flexion Choc par masse tombante (profilés) Matériaux compacts (non-expansés) Matières expansés Choc instrumenté avec perforation	 EN ISO 179-1/1fU EN 477 Annexe A EN ISO 6603-2	 X X X X	 X X X X
	7.2	Propriétés en traction	EN ISO 527-1 EN ISO 527-2 (T.1B)	 X X	 X X
	7.3	Propriétés en flexion Matières Produits non porteurs Produits porteurs	 EN ISO 178 EN 310 EN 789	 X X X	 X X X

		Caractéristiques	Méthodes d'essai	Utilisation en extérieur	Utilisation en intérieur
Propriétés mécaniques					
	7.4	Comportement au fluage - fluage en flexion - facteur de fluage en flexion à plat	 EN ISO 899-2 ENV 1156	 X X	 X X
	7.5	Résistance au poinçonnement (dureté Brinell)	EN 1534	X	X
	7.6	Arrachement des pointes et des vis	EN 13446	X X	X X
	7.7	Résistance à la traversée de la tête	EN 1383	X	X
Durabilité					
	8.1	Résistance au vieillissement climatique artificiel			
	8.1.1	Sources lumineuses à arc au xénon - Méthode d'essai - Résistance au choc Charpy - Changements de couleur - Degré de farinage - Variation de brillant - Résistance au pelage	 EN ISO 4892-2 EN ISO 179-1/1fU ISO 7724 prEN ISO 4628-6 EN ISO 2813 Annexe G	 X X X X X X	 X X X X X X
	8.1.2	Lampes UV fluorescentes pour produits en WPC avec revêtement - Méthode d'essai et évaluation	 prEN 927-6	 X	 X

		Caractéristiques	Méthodes d'essai	Utilisation en extérieur	Utilisation en intérieur
Durabilité (fin)					
	8.2	Résistance au vieillissement naturel - Méthode d'essai - Résistance au choc Charpy - Changements de couleur - Degré de farinage - Variation de brillant - Résistance au pelage - Résistance au glissement	 EN ISO 877 EN ISO 179-1/1fU ISO 7724 prEN ISO 4628-6 EN ISO 2813 Annexe G EN 13893	 X X X X X X X	
	8.3	Gonflement et absorption d'eau	EN 317	X	X
	8.4	Variations dimensionnelles (variations HR air)	EN 318	X	X
	8.5	Résistance à l'humidité - Conditions d'essai cycliques - Environnement clos à haute température	EN 321 EN ISO 9142:2003 - E2	 X X	 X X
	8.6.2	Résistance aux termites	EN 117 et Annexe C	X	X
	8.6.3.1	Résistance aux champignons basidiomycètes	ENV 12038 et Annexe D	X	X
	8.6.3.2	Résistance aux micro-organismes de pourriture molle présents dans le sol	CEN/TS 15083-2 et Annexe E	X	X
	8.6.3.3	Résistance aux micro-organismes décolorants Résistance aux algues décolorantes	ISO 16869 prEN 15458	X X	X X

		Caractéristiques	Méthodes d'essai	Utilisation en extérieur	Utilisation en intérieur
Propriétés thermiques					
	9.1	Dilatation thermique linéique	ISO 11359-2	X	X
	9.2	Retrait à chaud (profilés)	EN 479	X	X
	9.3	Échauffement (produits de construction)	Annexe F	X	
Comportement au feu					
	10.1	Indice d'oxygène (OI)	EN ISO 4589-2	X	X
	10.2	Réaction au feu - Essai à l'aide d'un objet isolé en feu (OIF) - Essai à l'aide d'une source à flamme unique - Source de chaleur rayonnante (pour revêtements de sol)	 EN 13823 EN ISO 11925-2 EN ISO 9239-1	 X X X	 X X X
Autres propriétés					
	11.1	Degré de farinage	prEN ISO 4628-6	X	
	11.2	Variation de brillant	EN ISO 2813	X	X
	11.3	Résistance au pelage	Annexe G	X	X

- **Projets en enquête** au sein de la commission de normalisation française :

  BNPP/BNBA T54W, ***Bois-polymères***, jusqu'au 20 octobre 2006

  disponibles sur demande auprès du BNPP

- **Adoption par le CEN** : 1e trimestre 2007
- **Publication en France** sous forme de **normes expérimentales**

  XP CEN/TS 15534 : 2e ou 3e trimestre 2007

- **Bases pour élaborer des normes de produits** (par exemple, normes harmonisées sous la Directive Produits de construction pour l'obtention du marquage CE)

BNPP
65, rue de Prony
75854 Paris cedex 17
Tel: 01 44 01 16 21
e-mail: alain.genty@bn-plast.com

BNPP
Bureau de Normalisation des Plastiques et de la Plasturgie

Quelles sont les exigences de la NF EN 13432?

NF EN 13432:2000, Emballage - Exigences relatives aux emballages valorisables par compostage et biodégradation - Programme d'essai et critères d'évaluation de l'acceptation finale des emballages

BNPP
65, rue de Prony
75854 Paris cedex 17

Tel: 01 44 01 16 21
e-mail: alain.genty@bn-plast.com

Journée technique PEP
13 septembre 2006

BNPP
Bureau de Normalisation des Plastiques et de la Plasturgie

EN 13432 élaborée pour répondre aux exigences essentielles de la Directive 94/62/CE (Article 9 et Annexe II)

Exigences portant sur le caractère valorisable d'un emballage

Emballage valorisable par compostage

Les déchets d'emballages traités en vue du compostage doivent être suffisamment biodégradables pour ne pas faire obstacle à la collecte séparée ni au processus ou à l'activité de compostage dans lequel (laquelle) ils sont introduits

Emballage biodégradable

Les déchets d'emballages biodégradables doivent être de nature à pouvoir subir une décomposition physique, chimique, thermiques ou biologique telle que la plus grande partie du compost obtenu se décompose finalement en dioxyde de carbone , en biomasse et en eau

Domaine d'application

Exigences et méthodes permettant de déterminer la possibilité de composter et de traiter en anaérobiose les emballages et les matériaux d'emballage

quatre caractéristiques :

1) la biodégrabilité
2) la désintégration en cours de traitement biologique
3) l'effet sur le processus de traitement biologique
4) l'effet sur la qualité du compost ainsi obtenu

S'applique aux emballages traités dans des installations contrôlées de traitement des déchets

Ne tient pas compte des déchets d'emballage qui peuvent se retrouver dans l'environnement par des moyens incontrôlés, c'est-à-dire sous forme de déchets sauvages

BNPP
Bureau de Normalisation des Plastiques et de la Plasturgie

Journée technique PEP
13 septembre 2006

Maîtrise des constituants (4.1)

Interdiction d'introduire délibérément, des constituants qui présentent un danger connu ou supposé pour l'environnement au cours du processus de traitement biologique

Exigences

- Solides volatils : minimum de 50 % de solides volatils
- Métaux lourds et autres substances toxiques et dangereuses

Biodégradabilité (4.2.3)

Doit être biodégradable de façon inhérente et ultime, comme démontré par les essais en laboratoire

Essai de biodégradabilité en laboratoire (Article 6)

Essai de compostage aérobie contrôlé **EN 14046:2003,** *Emballage — Évaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux d'emballage dans des conditions contrôlées de compostage — Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré*

sauf si ne convient pas aux propriétés du matériau

BNPP
Bureau de Normalisation des Plastiques et de la Plasturgie

Journée technique PEP
13 septembre 2006

Essai de biodégradabilité en laboratoire - Exigences (Article A.2)

- **Constituants organiques significatifs**

Pour chaque emballage, doit être déterminée pour chaque matériau ou chaque constituant organique significatif du matériau (constituant organique représentant plus de 1 % de la masse à sec du matériau)

La proportion totale de constituants organiques dont la biodégradabilité ne doit pas être déterminée ne doit pas dépasser 5 %

- **Essais de biodégradation aérobie**

  - Période d'application de l'essai doit être au **maximum 6 mois**

  - **Pourcentage de biodégradation doit être égal à 90 %** au total au moins ou à **90 % de la dégradation maximale d'une substance de référence** appropriée une fois que le plateau a été atteint tant pour la matériau d'essai et la substance de référence

BNPP
Bureau de Normalisation des Plastiques et de la Plasturgie

Journée technique PEP
13 septembre 2006

Désintégration (4.2.4)

Doit se désintégrer au cours d'un processus biologique de traitement des déchets

Détermination de la désintégration (Article 7)

Essai pilote **EN 4045 :2003**, *Emballage - Évaluation de la désintégration des matériaux d'emballage lors d'essais à usage pratique dans des conditions de compostage définies*

doit être utilisé comme **méthode de référence**

Exigence pour un compostage aérobie (A.3.1)

Après un processus de compostage d'une durée de 12 semaines au plus, la fraction (granulométrique) > 2 mm doit être égale au **maximum à 10 % de la masse sèche** initiale du matériau soumis à essai

BNPP
Bureau de Normalisation des Plastiques et de la Plasturgie

Qualité du compost final (4.2.5)

Aucun emballage ne doit pas être reconnu comme ayant un impact négatif sur la qualité du compost obtenu

Qualité du compost final (Article 8)

Le fournisseur responsable de la mise sur le marché d'emballage, de matériau d'emballage ou de composant d'emballage, désignés comme valorisables par voie organique, doit établir au minimum, en utilisant une méthode de comparaison directe, que **la qualité du compost obtenu par un processus de "traitement contrôlé des déchets" n'est pas affectée de manière négative par l'addition dudit matériau d'emballage ou composant d'emballage**.

Le compost final doit satisfaire aux exigences européennes ou, à défaut, aux exigences nationales relatives à la qualité du compost comprenant des essais analytiques et biologiques.

Journée technique PEP
13 septembre 2006

BNPP
Bureau de Normalisation des Plastiques et de la Plasturgie

Qualité du compost final (Article 8)

Les paramètres physico-chimiques définissant la qualité du compost sont :

- la masse volumique (densité)
- la teneur totale en solides secs
- la teneur en solides volatils
- la teneur en sel
- le pH
- la présence d'azote total, d'azote ammoniacal, de phosphore, de magnésium et de potassium

Les effets écotoxiques sur deux plantes supérieures doivent être déterminés en comparant le compost produit avec et celui produit sans ajout de matériau d'emballage.

L'essai de culture de végétaux OCDE 208 doit être utilisé, avec les modifications décrites dans l'Annexe E.