



INSTITUT  
Mines-Télécom

---



## **Vers le développement de composites à renforts végétaux toujours plus performants: *structuration et modifications aux interfaces***

**Anne BERGERET, Nicolas LE MOIGNE**

Ecole des Mines d'Alès

Centre des Matériaux des Mines d'Alès (C2MA)



# Pourquoi développer des composites à renforts végétaux ?

## Impact environnemental des renforts végétaux

- ✓ Provenant de ressources renouvelables
- ✓ Faible demande énergétique de la production à la fin de vie des renforts
- ✓ Réduction des émissions de gaz à effet de serre de part l'allègement des structures intégrant des renforts végétaux



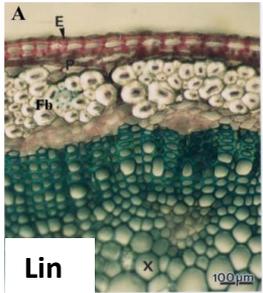
## Performances des composites à renforts végétaux

- ✓ Bonnes propriétés mécaniques spécifiques
- ✓ Bonnes propriétés d'amortissement
- ✓ Isolation acoustique et thermique

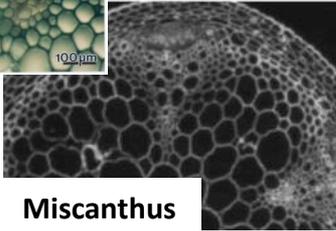


# De la cellule végétale aux matériaux biocomposites

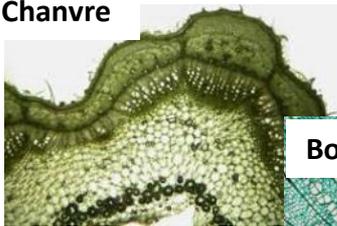
Des cellules végétales



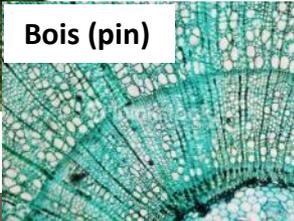
Lin



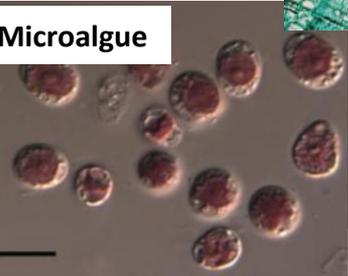
Miscanthus



Chanvre



Bois (pin)



Microalgue

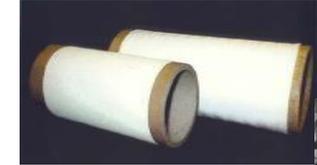
Processus  
gonflement/dissolution



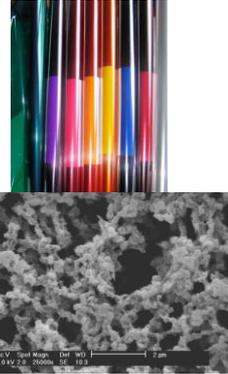
Solutions de polymères



Echelle moléculaire



Fibres, films, aérogels...



Dé-structuration  
/extraction

Mise en oeuvre/forme

Processus  
imprégnation/dispersion



Biocomposites



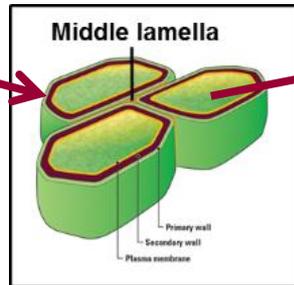
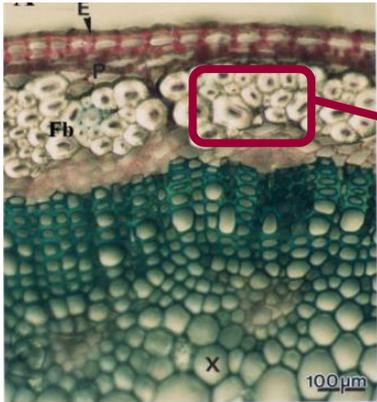
bâtiment, transports...



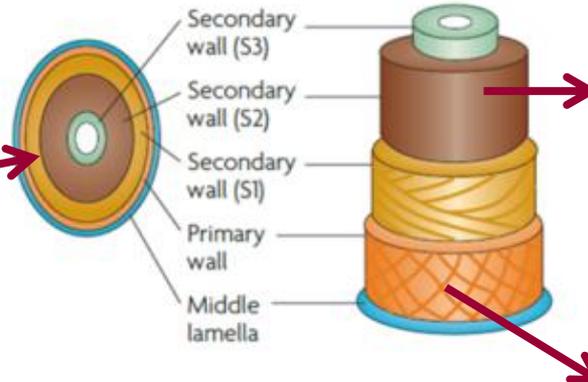
Echelle  
méso/microscopique

# Des structures supramoléculaires très complexes

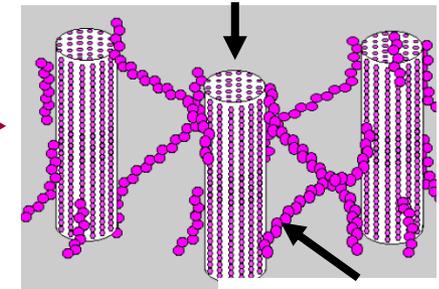
Faisceau de fibres dans une tige de lin séparé par une lamelle mitoyenne riche en pectines et lignines



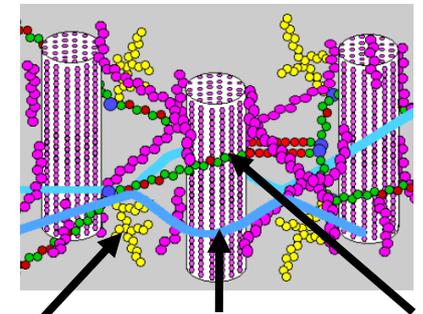
Fibre élémentaire formée de plusieurs couches et parois



Micro-fibrilles de cellulose



Hémicelluloses

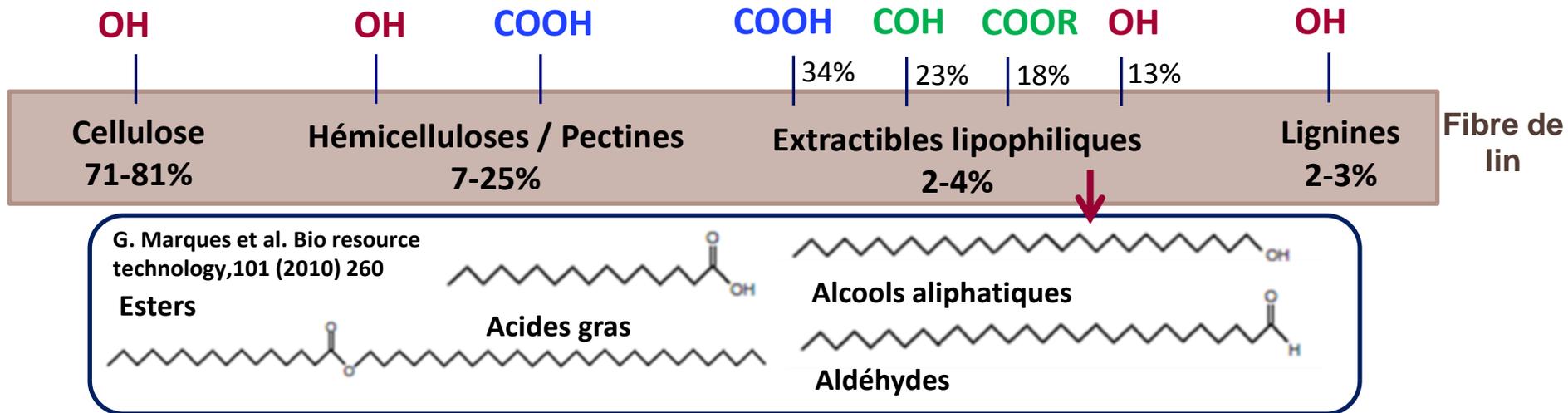


Lignine Protéines Pectine

origine	fibre	Cellulose	Hemicellulose	Lignine	Pectine	Extractibles
Bois	Bois tendre	35 - 58	18 - 30	17 - 34	0 - 3	-
Tige	Paille de blé	33 - 51	15 - 32	12 - 20	8	-
Tige	Lin	64 - 81	12 - 21	2 - 3	2 - 4	1,5
Feuille	Sisal	65 - 78	8 - 14	8 - 14	1 - 10	2

**Structures supramoléculaires complexes influençant significativement les mécanismes de dispersion des renforts végétaux dans les biocomposites**

# Une chimie de surface très complexe



## ■ Présence de nombreux groupements fonctionnels réactifs

- **Alcool** : Principalement dans la **cellulose** mais aussi dans les **hémicelluloses**, les **pectines**, les **extractibles lipophiliques** et les **lignines**
- **Acides carboxyliques** : Principalement dans les **pectines** et les **extractibles lipophiliques**
- **Aldéhydes et esters** : Présents dans les **extractibles lipophiliques**

## ■ Les pectines et les extractibles lipophiliques forment des faibles liaisons avec la fibre et sont facilement extraits par des traitements

Chimie de surface complexe et évolutive influençant significativement les mécanismes d'adhésion interfaciale entre les renforts végétaux et la matrice dans les biocomposites

# Sommaire

- 1- Etude des processus de dispersion dans les composites à renforts végétaux**
- 2- Stratégies de structuration et de modifications aux interfaces
- 3- Conclusions et perspectives

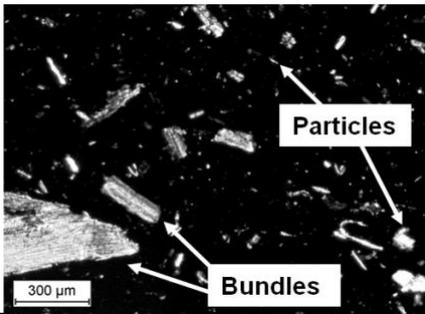
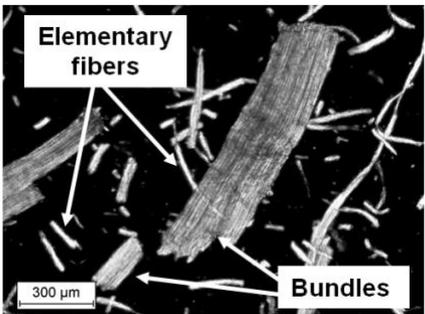
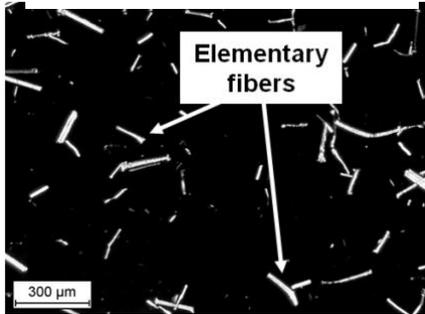
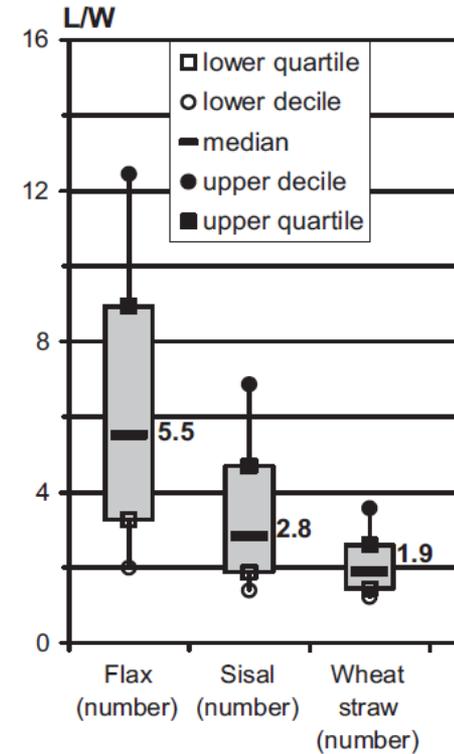
# Etude des processus de dispersion dans les composites à renforts végétaux

## Rôle de la paroi mitoyenne dans les processus de dispersion

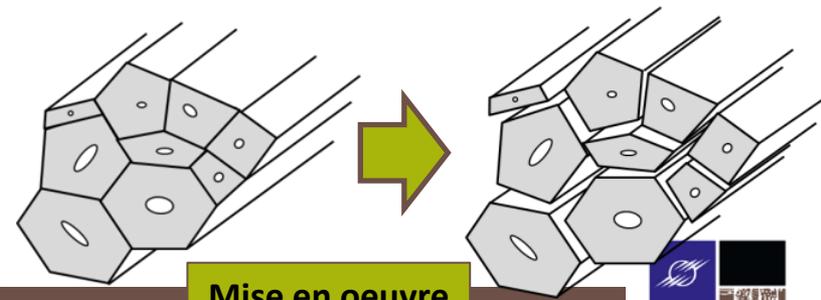
Le Moigne et al., Composites: Part A (2011) 42

Composite  
PP/renforts végétaux

Composants de la  
paroi mitoyenne  
Lignine Pectine



Flax (number)	Sisal (number)	Wheat straw (number)
2-3	2-4	
8-11	2-10	
12-20	8	



Mise en oeuvre

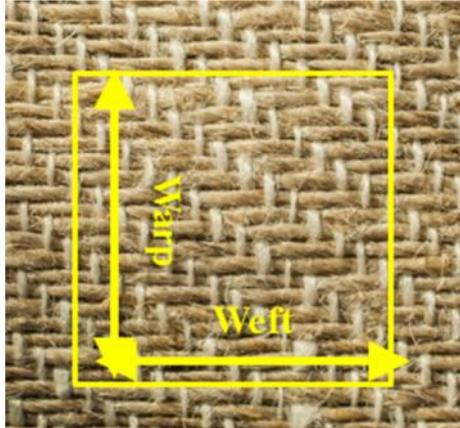
Fibres de lin

Fibres de sisal

Paille de blé

# Etude des processus de dispersion dans les composites à renforts végétaux

## Rôle des traitements de préparation des renforts végétaux sur les processus de dispersion

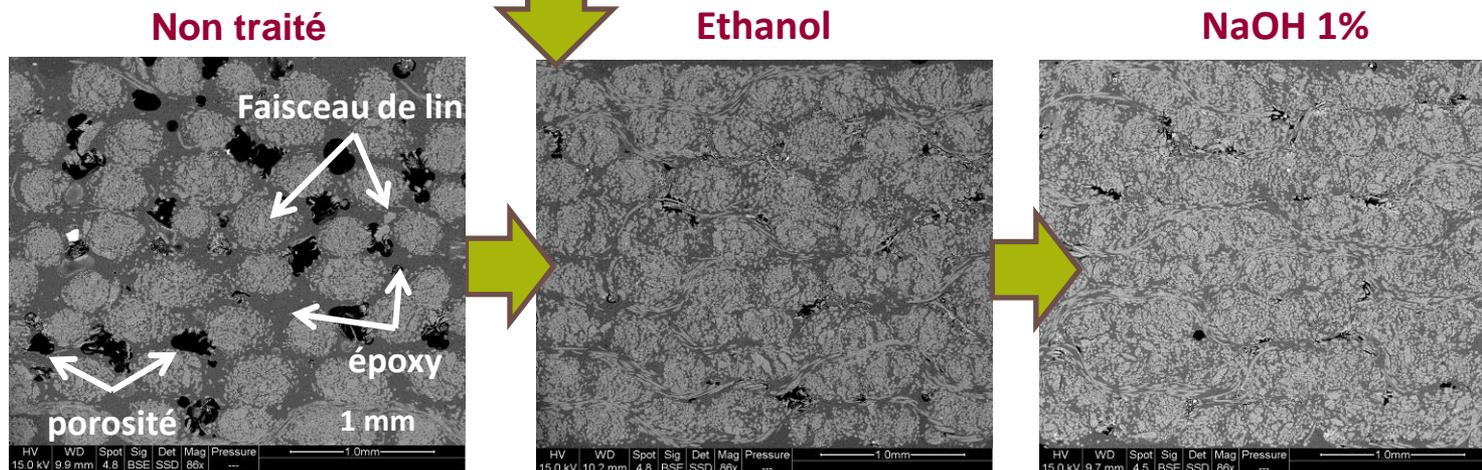


Tissu de lin

Extraction progressive des composants non-cellulosiques de la paroi cellulaire par des traitements de préparation de capacité de dissolution croissant

Treatment types	Total extracts (%)	Biochemical composition (%)			
		Cellulose	Hemicellulose	Lignin	Lipophilic extractives
Untreated	-	81.3	11.1	6.2	1.5
Ethanol	1.1	82.2	11.0	6.1	0.7
Toluene/ethanol	3.8	84.7	9.0	6.0	0.3
Water	3.8	84.7	8.3	5.9	1.1
Surfactants	4.7	85.5	8.2	5.1	1.2
NaOH 1%	8.4	88.9	7.4	2.9	0.8

Composites epoxy/lin



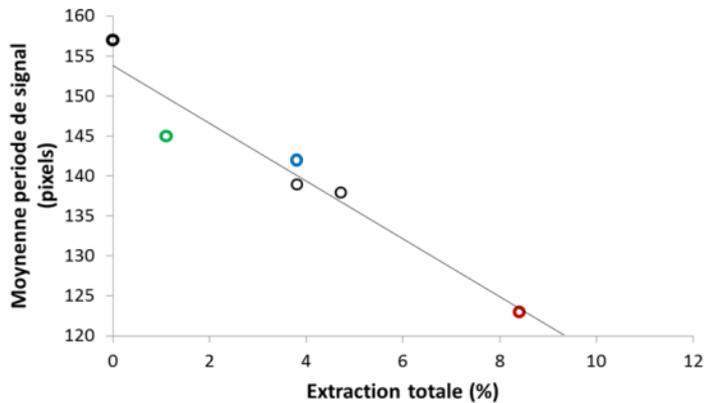
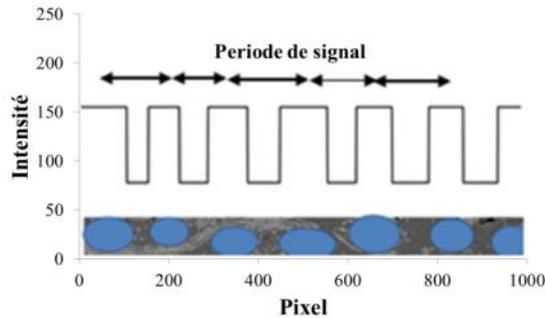
Acera et al., Ind. Crops & Prod. 85 (2016)

⇒ Amélioration de la dispersion des faisceaux et des fibres

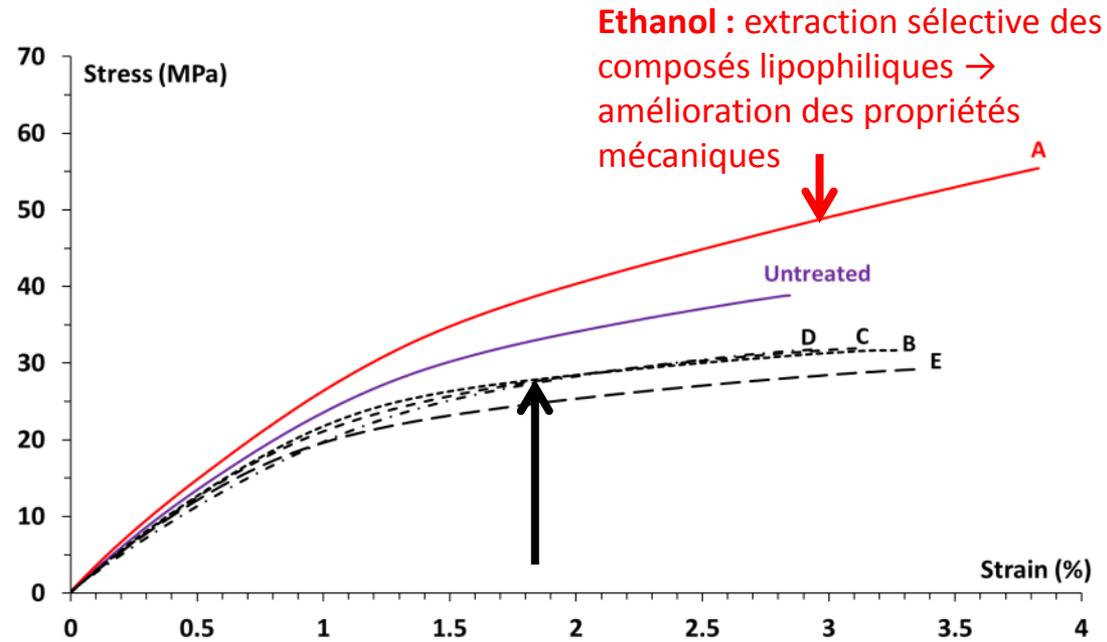
⇒ Diminution de la porosité dans le biocomposite en raison d'une meilleure imprégnation

# Etude des processus de dispersion dans les composites à renforts végétaux

## Rôle des traitements de préparation des renforts végétaux sur les processus de dispersion



Acera et al. , Ind. Crops & Prod. 85 (2016)



**Autres traitements :** diminution des propriétés mécaniques en raison de l'extraction et de la dégradation des composants non cellulose dans les parois végétales

**Rôle clé des composants non cellulose dans le transfert de charge fibre/fibre et fibre/matrice : nécessité d'une bonne maîtrise de leur extraction !**

# Sommaire

1- Etude des processus de dispersion dans les composites à renforts végétaux

**2- Stratégies de structuration et de modifications aux interfaces**

3- Conclusions et perspectives

# Stratégies de structuration et de modification aux interfaces

## Les différentes voies de traitement et les procédés associés

Traitements en  
"masse"

**Physique**

*Thermique, mécanique, irradiation...*

**Chimique (« mercerisation »)**

*Solvants (NaOH)*

**Biologique (« rouissage »)**

*Enzymatique*

**Chimique et physicochimique**

*Fonctionnalisation de surface*

Traitements  
"spécifiques"

**Couplages mécanique et/ou chimique**

**Immersion (« batch »)**



- Dispositif classique
- Adapté aux fibres courtes
- Procédé discontinu

**Sprayage**



- Adapté aux fibres courtes et tissus
- Procédé continu

**Ligne d'ensimage**



- Dispositif unique!
- Directement adapté aux rovings
- Procédé continu

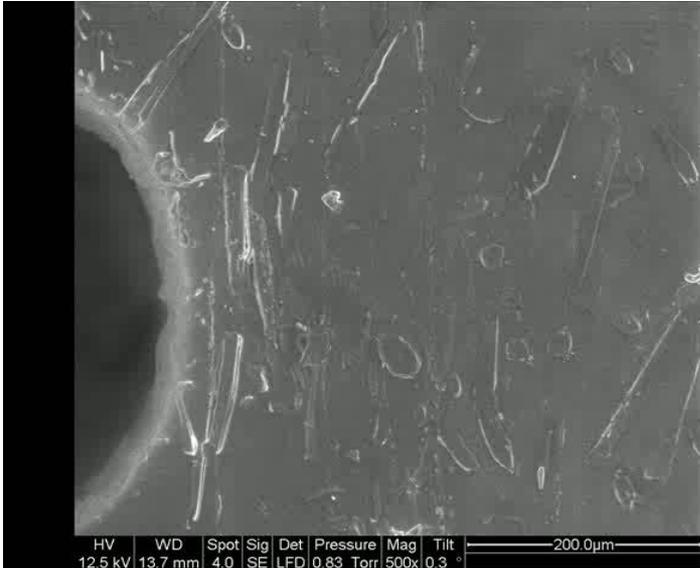
**Fouardage**



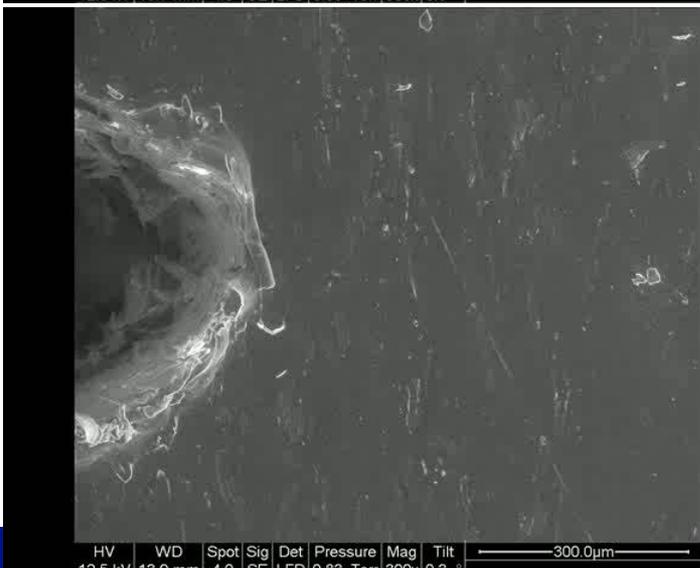
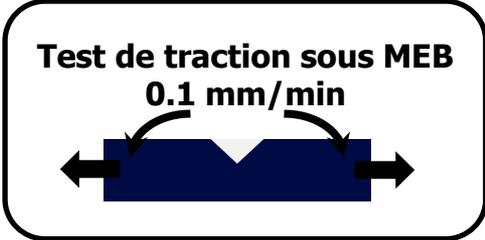
- Dispositif industriel textile
- Adapté aux tissus et aux rovings
- Procédé continu

# Stratégies de structuration et de modification aux interfaces

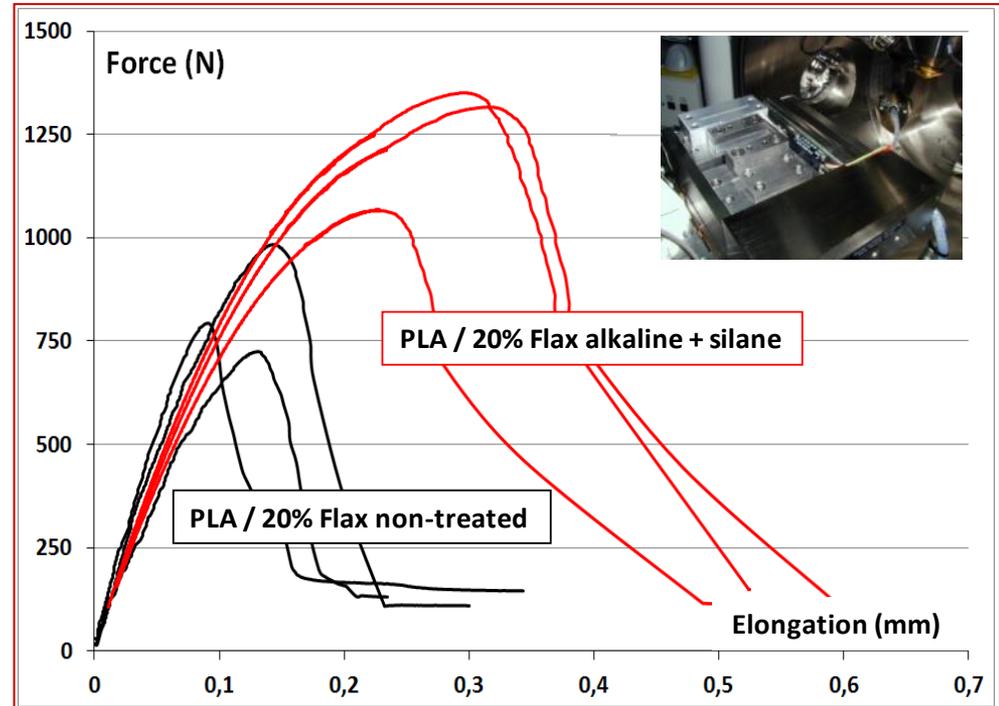
## Effet des traitements sur les propriétés mécaniques



**Rupture adhésive à l'interface**  
 Décohésion des fibres  
 Rupture nette de la matrice



**PLA/lin traité**

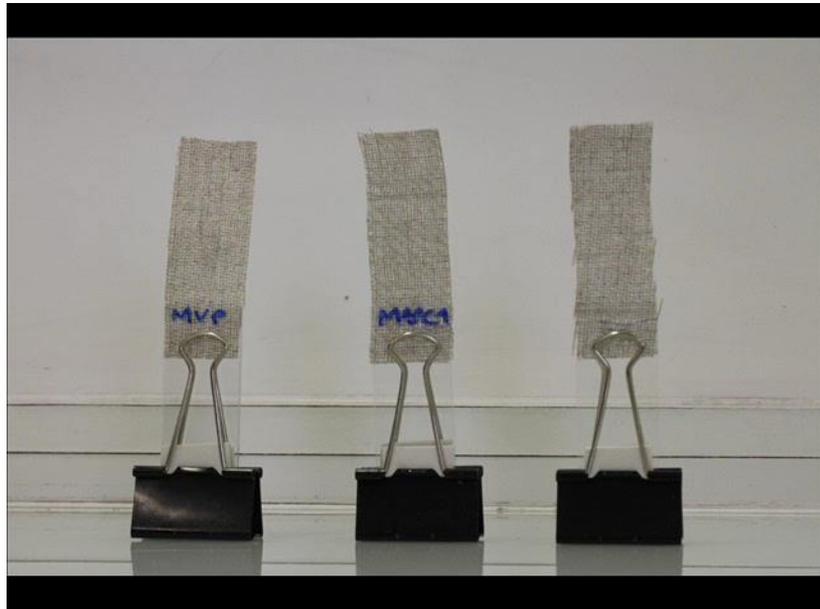


**Rupture cohésive à l'interface**  
 Déchirement de la matrice  
 Rupture des fibres liées à la matrice

Le Moigne et al.,  
 Industrial Crops and  
 Products 52 (2014)

# Stratégies de structuration et de modification aux interfaces

## Effet des traitements sur les propriétés au feu



Tests sur tissus de lin

Irradiation  $\gamma$   
air, Tamb,  
10-100 kGy



Tests sur composites polyester/lin



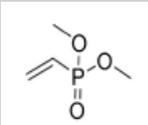
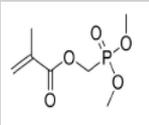
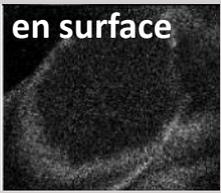
Non traité



Traité MAPC1



Traité MVP

1,7% P	0,2% P	0% P
MVP	MAPC1	
		
auto-extinguibilité	charbonnement	Aucun charbonnement stable
 à cœur	 en surface	

# Sommaire

- 1- Etude des processus de dispersion dans les composites à renforts végétaux
- 2- Stratégies de structuration et de modifications aux interfaces
- 3- Conclusions et perspectives**

# Conclusions et perspectives

## *De l'importance de la structure des cellules végétales sur les performances de composites à renforts végétaux ...*

- ❑ La **dispersion** des cellules végétales dans les biocomposites et l'**adhésion à l'interface** renfort/matrice sont étroitement liées à la **structure et la chimie de surface complexe** des renforts végétaux
- ❑ Les effets positifs des traitements de la biomasse ...
  - ⇒ Amélioration de la dispersion et des performances des produits finaux
- ❑ ... mais une **dégradation potentielle des biopolymères natifs**
  - ⇒ Destruction de la structure cellulaire associée à des mécanismes de scissions de chaîne



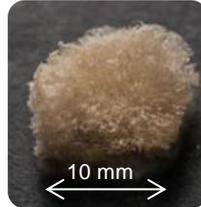
Nécessité d'une **approche intégrée interdisciplinaire** impliquant des agriculteurs, des biologistes, des chimistes avec les spécialistes des matériaux

# Conclusions et perspectives

*... vers une meilleure maîtrise amont des cellules végétales*



Centrifugation - Lyophilisation  
Dissolution dans des liquides ioniques  
Régénération par échange de solvants  
Lyophilisation



Algue rouge de mer



LabEx  
CheMISyst

Le Moigne et al., Alg'n'Chem (2014)

## Process'Alg (2015-2016)



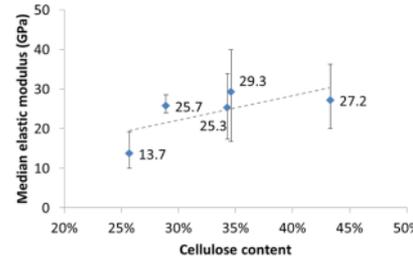
- Production d'une **biomasse algale spécifique** avec une teneur contrôlée en polysaccharides
- Plastification directe et mise en oeuvre des microalgues directe **sans extraction sélective**



Tige de sorgho

## Biosorg (2014-2016)

Quelle est l'influence de la **diversité génotypique** des fibres de sorgho sur les caractéristiques des fibres et les performances de composites PE/sorgho?



Soccalingame et al., EPNOE (2016)

- **Propriétés mécaniques** : % cellulose élevé
- **Stabilité thermique** : % sucre faible
- **Optimiser l'étape de fractionnement** / propriétés mécaniques

Projet d'étude des **conditions de rentabilité de scénarios agroforestiers**

Propriétés de la biomasse et leur valorisation dans les applications **matériaux et chimie verte**



Projet de **valorisation du châtaignier en Cévennes** dans les applications matériaux (fractions lignocellulosiques) et chimie verte (tanins)

# Remerciements

## ☐ Mines Alès

- Dr. José Acera Fernandez
- Dr. Amandine Viretto

## ☐ Mines ParisTech

- Pr. Patrick Navard
- Pr. Tatiana Budtova

## ☐ Partenaires



## ☐ Financeurs

ADEME



Agence de l'Environnement  
et de la Maîtrise de l'Energie

