

NRC Publications Archive Archives des publications du CNRC

Biocomposites renforcés de fibres de bois à matrice thermoplastique
Legros, Nathalie; Mihai, Mihaela; Iordan, Alexandru; Alemdar, Alyse

Publisher's version / Version de l'éditeur:

Colloque Environnement Global des Composites, 2011-09-15

NRC Publications Archive Record / Notice des Archives des publications du CNRC :
<https://nrc-publications.canada.ca/eng/view/object/?id=9bdda58a-6258-4f5e-bf2d-42f062efca13>
<https://publications-cnrc.canada.ca/fra/voir/objet/?id=9bdda58a-6258-4f5e-bf2d-42f062efca13>

Access and use of this website and the material on it are subject to the Terms and Conditions set forth at
<https://nrc-publications.canada.ca/eng/copyright>

READ THESE TERMS AND CONDITIONS CAREFULLY BEFORE USING THIS WEBSITE.

L'accès à ce site Web et l'utilisation de son contenu sont assujettis aux conditions présentées dans le site
<https://publications-cnrc.canada.ca/fra/droits>

LISEZ CES CONDITIONS ATTENTIVEMENT AVANT D'UTILISER CE SITE WEB.

Questions? Contact the NRC Publications Archive team at
PublicationsArchive-ArchivesPublications@nrc-cnrc.gc.ca. If you wish to email the authors directly, please see the first page of the publication for their contact information.

Vous avez des questions? Nous pouvons vous aider. Pour communiquer directement avec un auteur, consultez la première page de la revue dans laquelle son article a été publié afin de trouver ses coordonnées. Si vous n'arrivez pas à les repérer, communiquez avec nous à PublicationsArchive-ArchivesPublications@nrc-cnrc.gc.ca.



Biocomposites renforcés de fibres de bois à matrice thermoplastique

Nathalie Legros, Mihaela Mihai et Alexandru Iordan, CNRC - Institut des matériaux industriels

Ayse Alemdar, FPInnovations

15 septembre 2011, Colloque Environnement Global des Composites, Sherbrooke



Conseil national
de recherches Canada

National Research
Council Canada

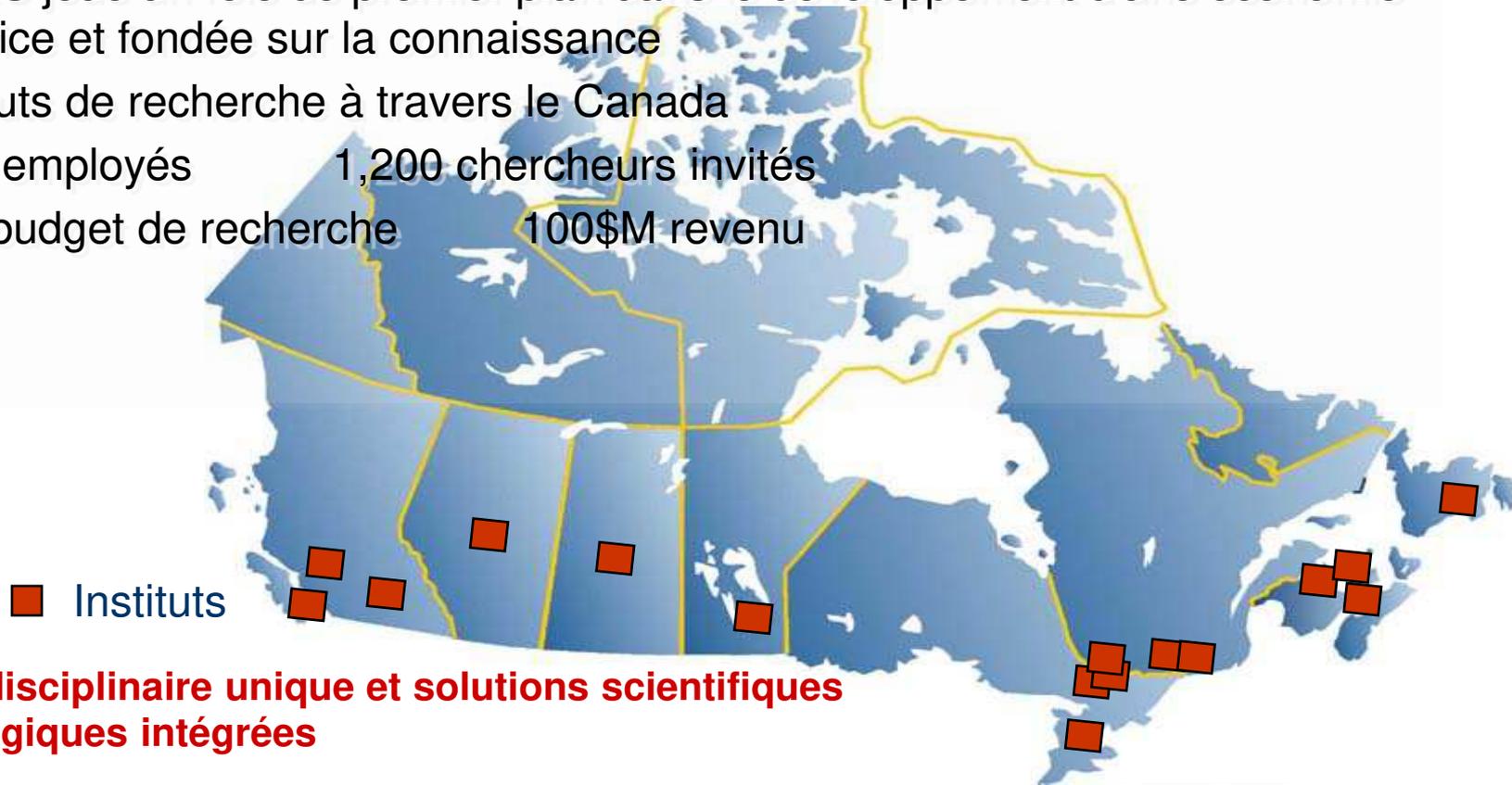
Canada

Contenu

- Le CNRC et les bioproduits polymères
- Le développement de biocomposites à matrices PLA et PLA/TPS
- La mise en forme et les propriétés
- La biodégradabilité
- Les applications potentielles

Conseil national de recherches Canada

- Principal organisme canadien en S&T qui rassemble une combinaison unique de programmes, d'expertise et d'équipements
- Le CNRC joue un rôle de premier plan dans le développement d'une économie innovatrice et fondée sur la connaissance
- 20 instituts de recherche à travers le Canada
- 4,000 + employés 1,200 chercheurs invités
- 600\$M budget de recherche 100\$M revenu



Les bioproduits au CNRC: Un réseau important

Sciences physiques

- Institut Herzberg d'astrophysique
- Institut des étalons nationaux de mesure
- Institut de technologie de l'information
- Institut des sciences de
- **Institut de technologie chimiques et de l'environnement**
- Institut national de nanotechnologie
- Institut Steacie des sciences moléculaires

Sciences de la vie

- **Institut de recherche en biotechnologie**
- Institut des sciences nutritionnelles et de la santé
- Institut du biodiagnostic
- Institut des sciences biologiques
- **Institut des biosciences marines**
- **Institut de biotechnologie des plantes**

Génie

- Centre de technologie des transports de surface

• **Institut des matériaux industriels**

Institut des matériaux industriels

• **Institut de recherche en construction**

Soutien technologique et industriel

- Programme d'aide à la recherche industrielle
- Institut canadien de l'information scientifique et technique

Programme national (initiative horizontale)

- Initiative en génomique et en santé
- **Programme national sur les bioproduits**

Bioproduits polymères

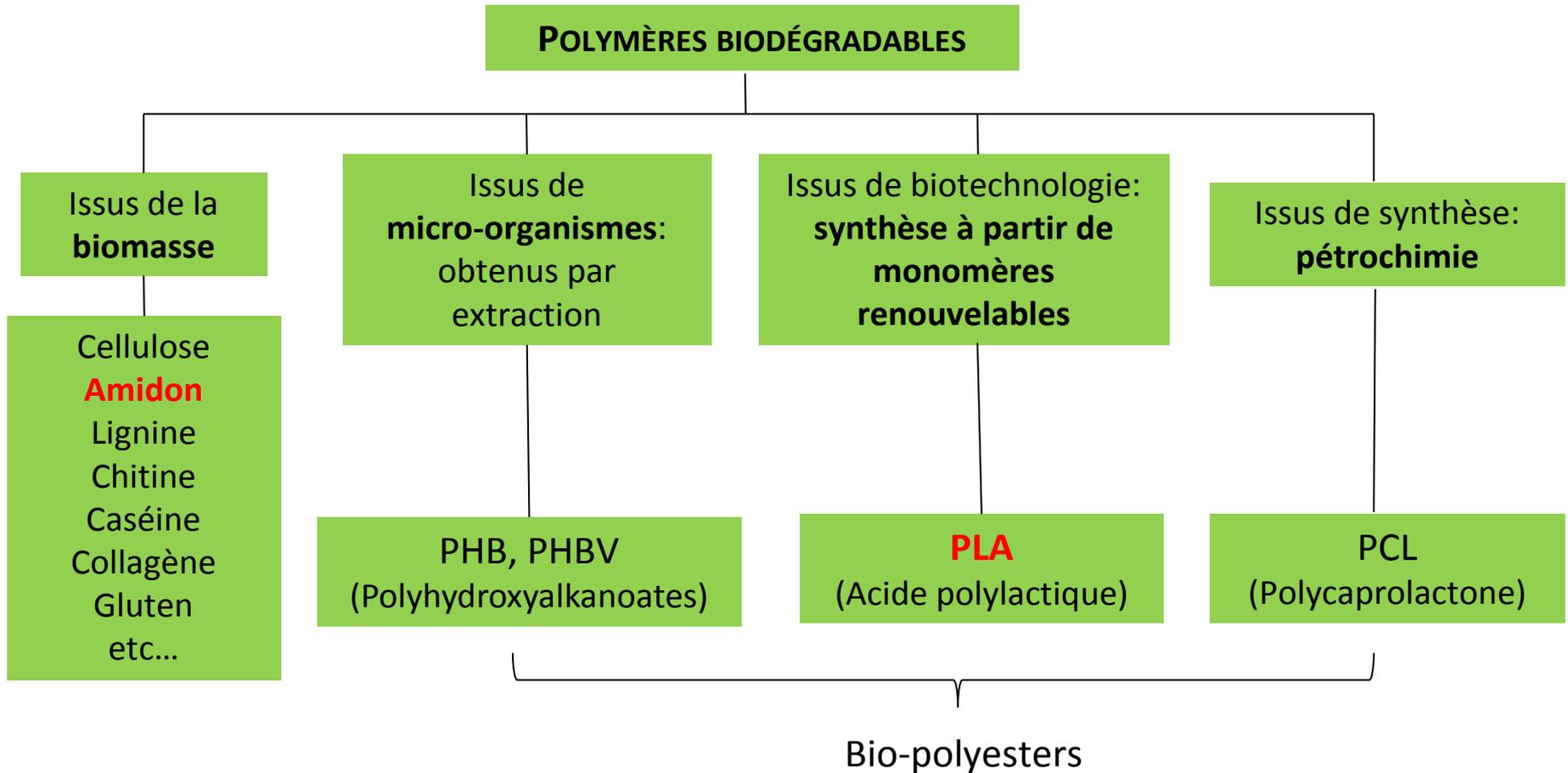
- **Développement de polymères et composites provenant de ressources renouvelables**
 - Synthèse de polymères (amidon, lignine, huile..)
 - Formulation de systèmes de polymères et leur mise en forme (extrusion, moulage, compression, thermoformage, pellicules, étirage biaxial...)
 - Bioplastiques et mélanges
 - Composites à fibres naturelles (bois, lin, chanvre, triticales...)
 - Nanocomposites
- **Compréhension des relations entre mise en forme – microstructure – performance**
- Travaux sur les **thermoplastiques** et **thermodurcissables**
- Secteurs d'application: **emballage, agriculture, produits de commodité, transport, construction, aéronautique.**

Les biocomposites

Objectifs de l'étude:

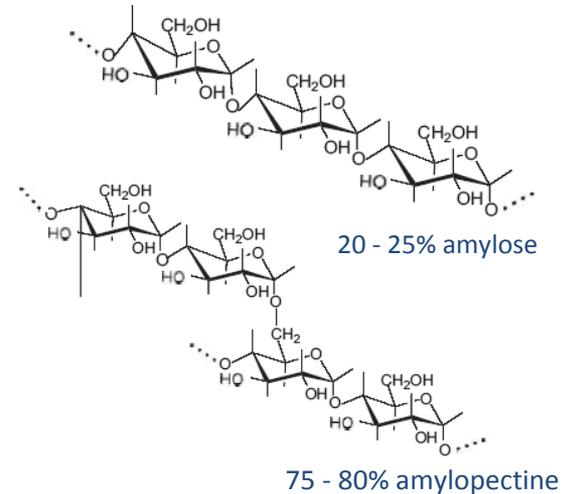
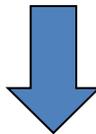
- Développer des matériaux 100% **biocomposites** à base de bioplastiques et fibres de bois avec des **caractéristiques mécaniques et thermiques performantes**
 - ✓ Améliorer l'adhésion matrice-fibres \Rightarrow agents compatibilisants
 - ✓ Améliorer/développer le procédé de mise en œuvre
 - ✓ Évaluer le caractère renforçant des fibres cellulosiques provenant du bois dans des composites à base de bioplastiques
- Proposer d'éventuelles applications dans les secteurs de l'emballage, du bâtiment ou de l'automobile.

Les polymères biodégradables



Pourquoi fabriquer un plastique à partir d'amidon?

- L'amidon est un biopolymère par nature, renouvelable, peu coûteux et très abondant:
 - AN et EU: blé, triticale, maïs, pomme de terre, pois
 - AS: canne à sucre, racine de manioc
 - Asie: riz
- L'amidon peut être plastifié et déstructuré par extrusion (T, ajout de plastifiants et cisaillement)



Polysaccharide naturelle

- **Amidon thermoplastique (TPS):** Comportement et mise en forme similaires aux plastiques conventionnels
- Le TPS est le + souvent mélangé à un 2^{ème} polymère pour **contrôler l'hygroscopicité du matériau et ajuster les propriétés requises**

Les matériaux utilisés

• Matrices bioplastiques

Bioplastique	Melt Index g/10 min (210°C/2.16kg)	Tg (°C)	Tm (°C)	Densité (g/cm ³)	Caractéristiques
PLA 2002D (cPLA)	3.4	64	150	1.256	semicristallin, grade d'extrusion/thermoformage
PLA 8302D (aPLA)	6.5	64	-	1.257	amorphe, grade de moulage par injection
TPS-36	-	-	-	1.451	Amidon plastifié (24% glycérol, 12% sorbitol)

• Fibres cellulosiques du bois

Type de fibres	Lw (mm)	Aspect Ratio L/d	Cellulose (%)	Hemicellulose (%)	Lignine (%)	Densité (g/cm ³)	Caractéristiques
HW	1.36	28	50.7	24.1	16.3	1.368	Bois dur, MDF
SW	1.63	26	47.0	6.9	25.7	1.355	Bois mou, MDF

Fibres de bois obtenues par procédé MDF (Medium Density Fiberboard) provenant de FPIinnovations, Division produits du bois, Québec



Formulations et extrusion des biocomposites

- Compoundage par extrusion: bi-vis co-rotative Bühler 20 mm, L/D = 40, 150 rpm, 170-180°C, 2 kg/h



- Formulations: 30% wt. de fibres de bois dans tous les composites préparés (56 formulations)

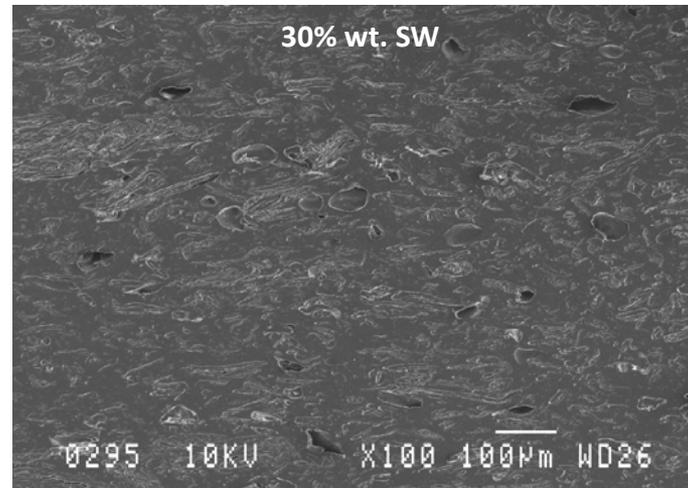
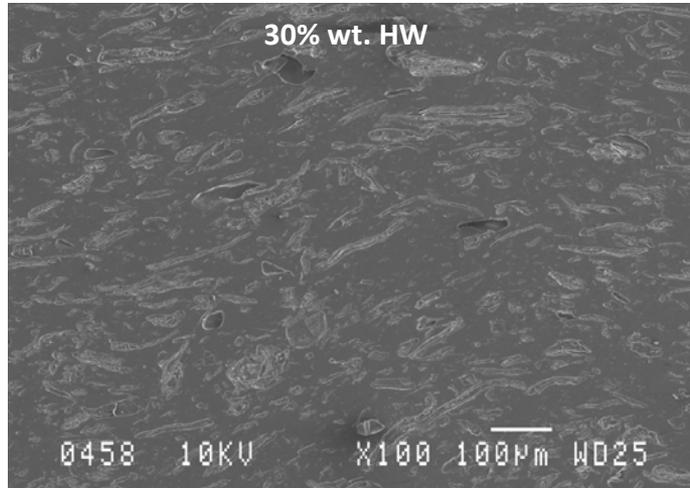
Matrice biopolymère		Type de fibres	Agent de compatibilization				
PLA	TPS						
aPLA ou cPLA	None	-	BA	PLA-g-MA	BA+MAPLA	-	-
		SW ou HW	BA	PLA-g-MA	BA+MAPLA	CAcet	TA
aPLA	TPS 30%	-	-	PLA-g-MA	BA+PLA-g-MA	-	-
	50% 70%	SW	-	PLA-g-MA	BA+PLA-g-MA	-	-
-	100% TPS	SW ou HW	-	-	-	-	-

- ✓ **PLA-g-MA**: PLA greffé d'anhydride maléique
- ✓ **BA**: agent de branchement (extension des chaînes)
- ✓ **TA**: triacétine
- ✓ **CAcet**: acétate de cellulose

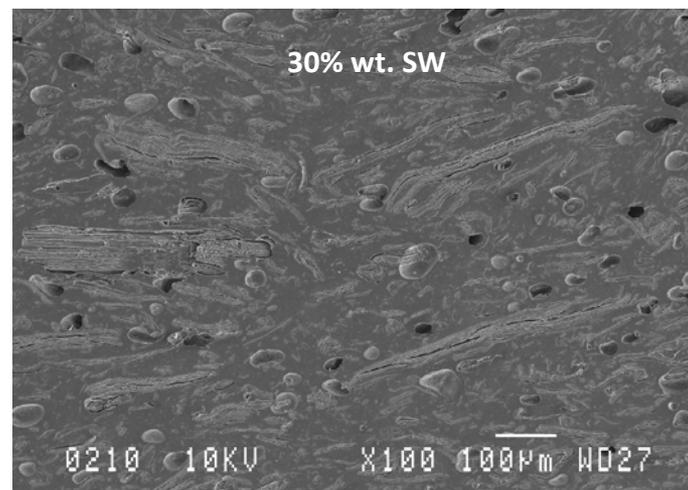
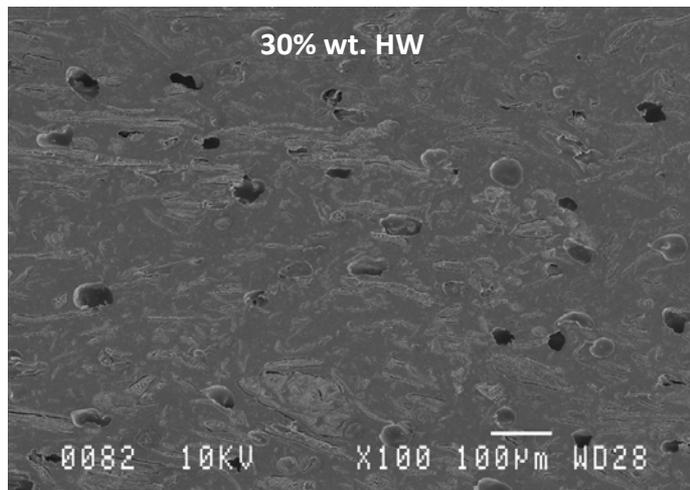
Morphologie des composites à matrice PLA

Distribution homogène des fibres de bois dans le PLA

cPLA



aPLA



- Section longitudinale de toron
- La porosité est inhérente au procédé de compoundage → éliminée lors de l'étape de moulage par injection
- Longueur moyenne des fibres après extrusion ~ 0.23 mm (vs. 1.50 mm initialement)

Propriétés thermiques des biocomposites cPLA

- cPLA peut cristalliser complètement en 3 heures à 110°C, $X_c = 33\%$.
- Les fibres de bois représentent des agents de nucléation dans les composites
 - La vitesse de cristallisation augmente ($t_{1/2}$ est beaucoup diminué), mais il y a très peu d'influence sur le niveau total de cristallinité
 - Au moins 20 min. sont nécessaires en conditions idéales pour atteindre une cristallisation complète: beaucoup plus long que le procédé de mise en forme, pas de différence attendue pour les propriétés mécaniques entre les composites cPLA et aPLA

• Effet de BA

- Amplifie davantage la vitesse de cristallisation
- Diminue la cristallinité

• CAcet

- Retarde la cristallisation

• TA: effet plastifiant

- Diminue T_g et augmente cristallinité

	$t_{1/2}$ (min)*	χ_c iso (%)*	T_m peak (°C)*	T_g I 1/2 Cp (°C)**
cPLA	89.7	33.4	148.5	62.9
HWF	33.7	33.0	147.9	62.8
SWF	25.1	26.5	145.2	62.2
HWF+BA	12.3	25.2	152.6	63.1
SWF+BA	11.0	23.8	151.2	62.6
HWF+MAPLA	26.8	28.5	148.1	61.7
SWF+MAPLA	20.7	28.2	147.6	60.8
HWF+CAcet	63.4	25.0	148.3	60.7
SWF+CAcet	62.6	28.0	148.7	60.2
HWF+TA	15.2	27.2	152.6	50.3
SWF+TA	12.6	27.0	151.8	49.1

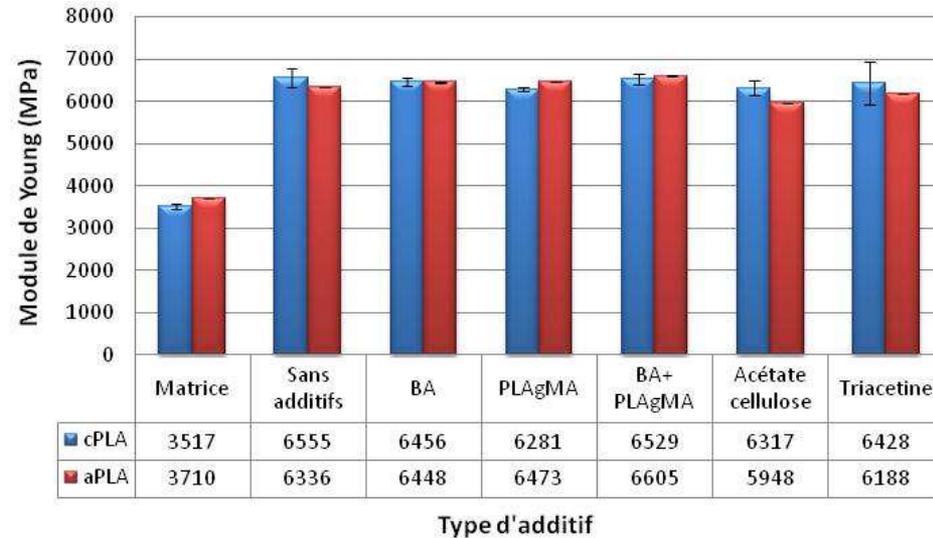
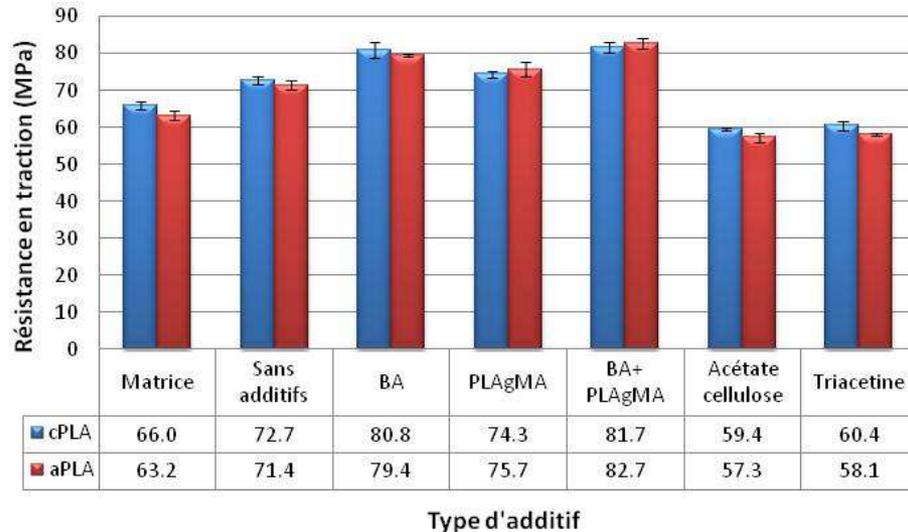
* Isotherme 110°C ** Non-isotherme: chauffe 20°C/min



Propriétés mécaniques des biocomposites à matrice PLA

Essais de traction réalisés selon la norme ASTM D638-02. Échantillons conditionnés 50°C ± 3°C pendant 40h.

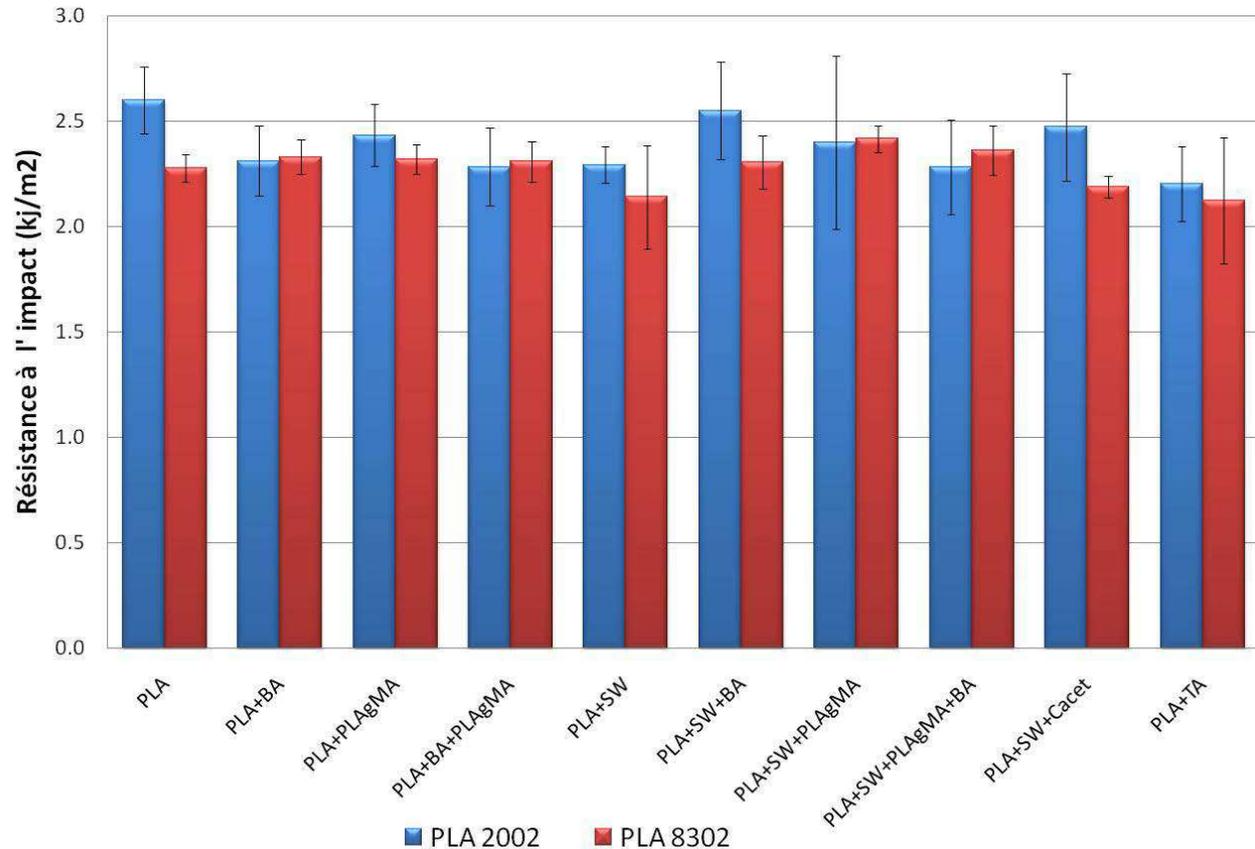
Biocomposites cPLA et aPLA - 30% SW



- **aPLA et cPLA** présentent une **performance en traction très similaire**
- **HW et SW** montrent un **effet de renfort très semblable** (résultats présentés uniquement pour SW)
- **Résistance mécanique en traction augmentée de 20% pour les formulations avec BA**
- **Module élastique est presque doublé** dans tous les cas avec **30% fibres de bois**
- Diminution de la résistance observée avec CA et TA utilisés comme compatibilisants

Propriétés mécaniques des biocomposites à matrice PLA

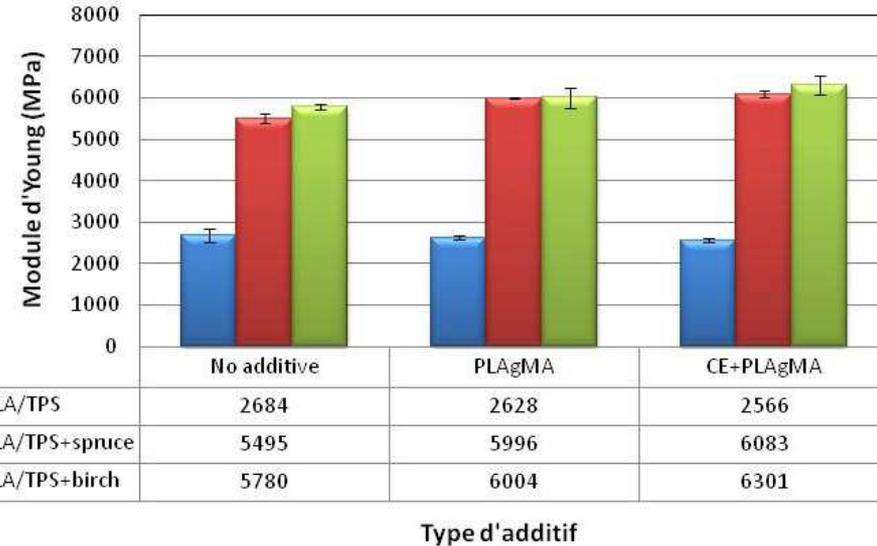
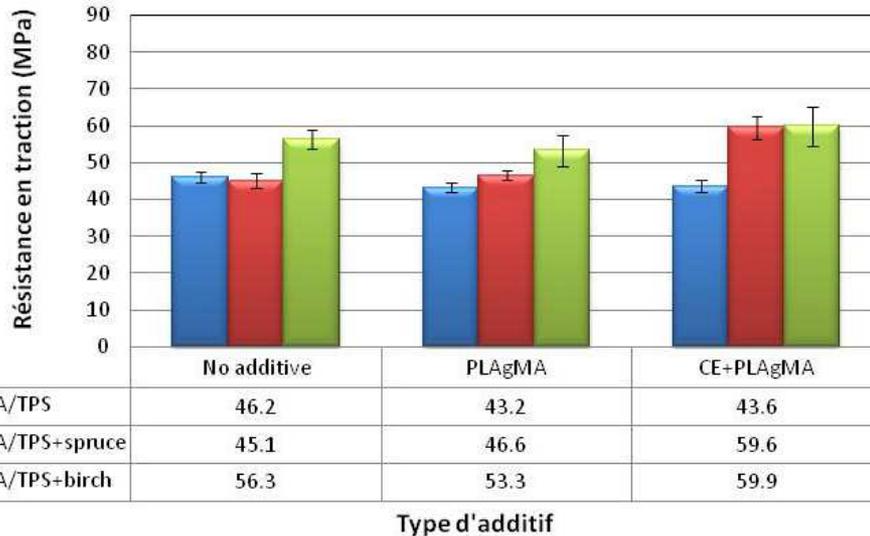
Tests d'impact Izod (avec entaille) réalisés selon la norme ASTM D256-06. Échantillons conditionnés à 50°C pendant 40h.



- Résistance à l'impact maintenue au même niveau que celle du PLA
- Les additifs ne jouent pas sur la performance à l'impact

Propriétés mécaniques des biocomposites à matrice PLA/50%TPS

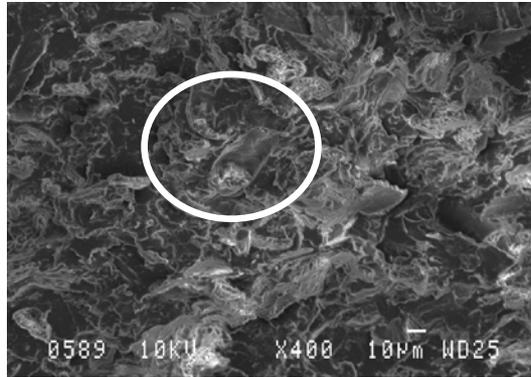
Essais de traction réalisés selon la norme ASTM D638-02. Échantillons conditionnés à $50^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ pendant 40h.



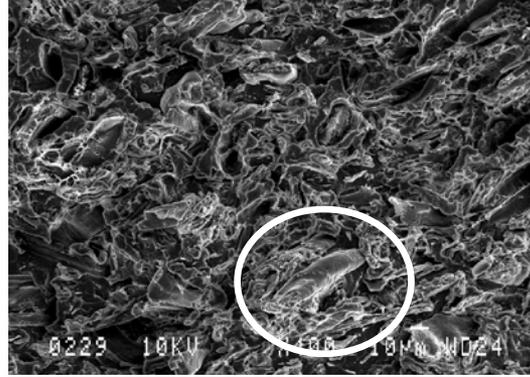
- Résultats présentés seulement pour les matrices **aPLA/50%TPS**
- **Résistance mécanique augmentée de 31%** comparée à la matrice sans fibre
- **Module élastique a plus que doublé** avec la présence des fibres (6300 MPa vs. 2600 MPa), similaire aux biocomposites à matrice PLA

Morphologie des surfaces de rupture des biocomposites à matrice PLA

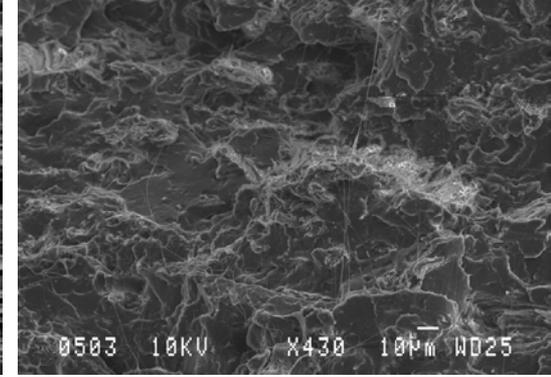
aPLA/30%wt. SW composites



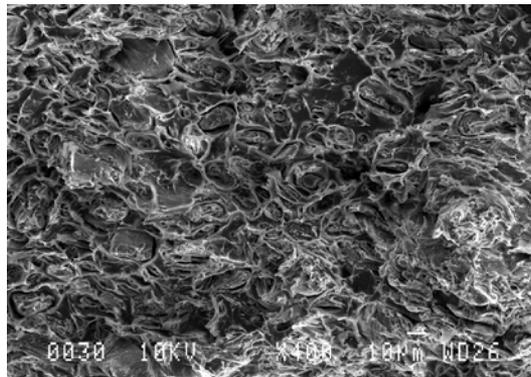
Pas d'additif



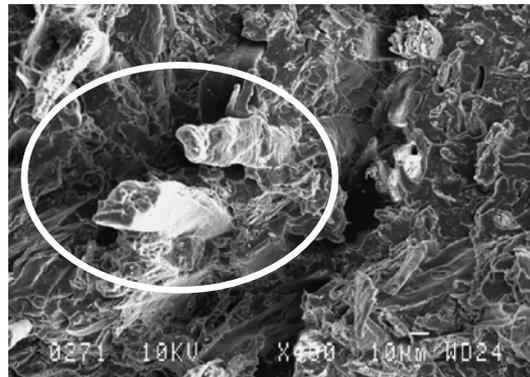
+ 20% PLA-g-MA



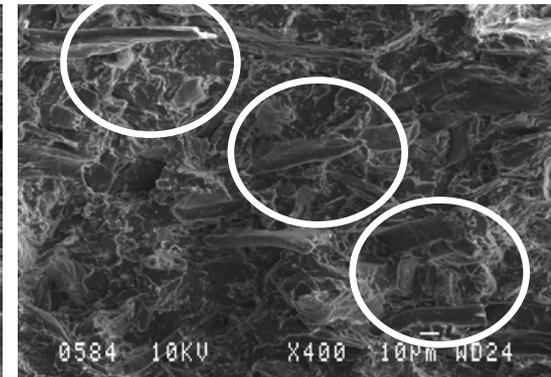
+ 2% BA (chain extender)



+ 20% PLA-g-MA+ 2% BA



+ Acetate de cellulose

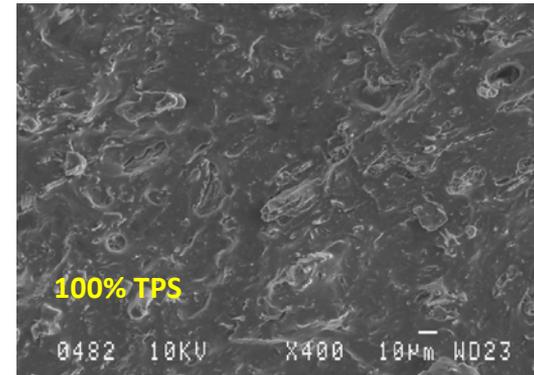
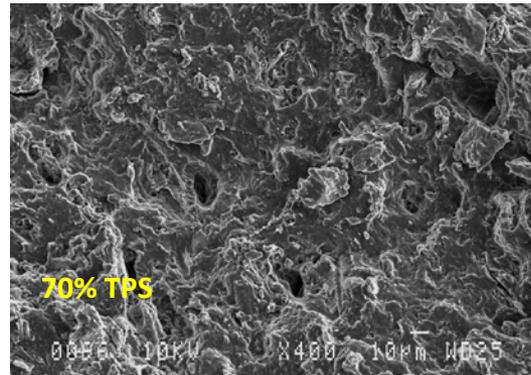
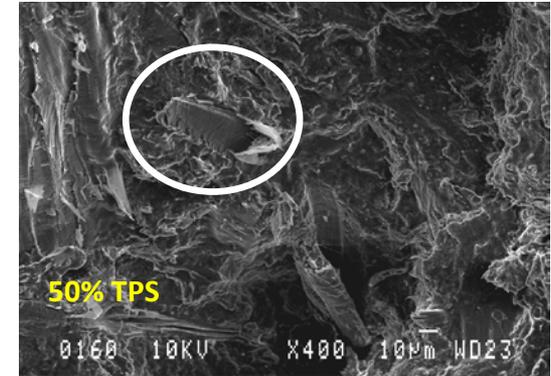
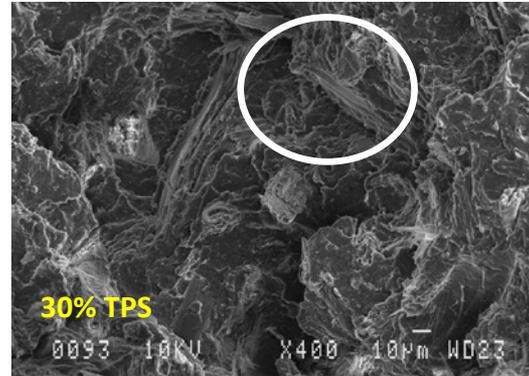
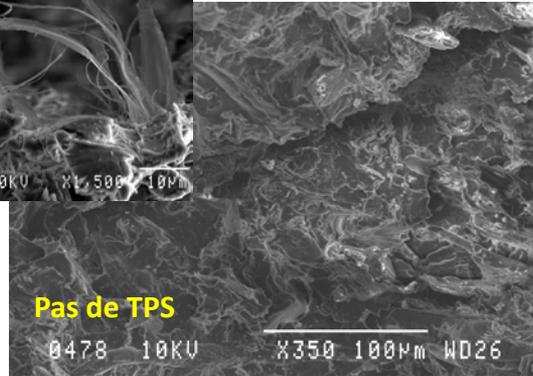
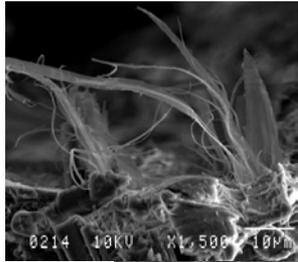


+ Triacetine

- Les fibres de bois et le PLA montrent une bonne affinité, améliorée par la présence de PLA-g-MA et BA
- "Fibre pull out" observé dans le cas du CAcet et TA: confirmation d'une mauvaise adhésion et des faibles propriétés mécaniques

Morphologie des surfaces de rupture des biocomposites à matrice PLA/TPS

Composites aPLA/TPS/PLA-g-MA+BA/SW



- Bonne adhésion entre fibres de bois et matrices PLA/TPS mais la morphologie de surface évolue avec le % de TPS
- Les composites riches en TPS présentent une surface plus lisses dû au comportement plastifiant du TPS

Biodégradation

Jours	aPLA	aPLA+SW	aPLA/TPS (70/30)	aPLA/TPS+ MAPLA+BA+SW	SW	Contrôle
0						
14						
21						
35						
63						

- Compostabilité selon la norme ASTM D5338-98(2003): *Aerobic Biodegradation of Plastic Materials Under Controlled Composting Conditions*
- **58°C, compost actif, humidité**
- Biodégradation des composites étudiés commencent après 2 semaines
- PLA pur et les mélanges PLA/TPS semblent avoir des taux de dégradation plus rapides.



Conclusions

- Les conditions de mise en œuvre choisies sont adaptées à la production de biocomposites
 - ✓ Distribution homogène des fibres dans le jonc d'extrusion
 - ✓ La longueur moyenne des fibres a été réduite lors de l'extrusion de 1.5 à 0.23 mm dans les biocomposites peu importe la matrice
 - ✓ La vitesse de cristallisation est augmentée par la présence des fibres, mais elle reste assez faible pour que le temps du procédé de mise en forme ait un effet sur la cristallinité de composites
- L'ajout des fibres de bois permet d'améliorer la performance mécanique des matériaux
 - ✓ Excellentes propriétés en traction des biocomposites par rapport aux matrices correspondantes
 - ✓ La performance en impact des biocomposites est comparable à celle des matrices de départ
- Faibles différences par rapport à l'espèce de bois (HW vs. SW) et le grade de PLA sur les propriétés des biocomposites
- L'ajout d'un agent compatibilisant (BA et BA+PLA-g-MA) augmente d'avantage la performance des biocomposites. Les compatibilisants TA et CAcet ont eu un effet négatif.
- Les biocomposites PLA/50%TPS présentent des performances mécaniques très semblables à ceux des biocomposites aPLA et cPLA → avantage économique

Applications potentielles

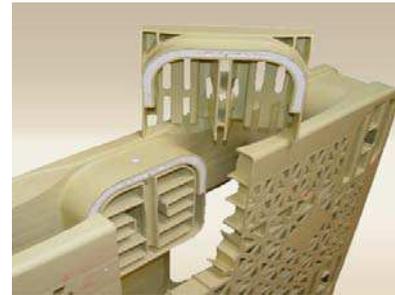
- **Emballage primaire rigide non-alimentaire**

- ✓ Contenants biodégradables pour botanique (pépinière)
- ✓ Boitiers pour CD,...



- **Emballage secondaire rigide**

- Caisses, cageots, boîtes, palettes...



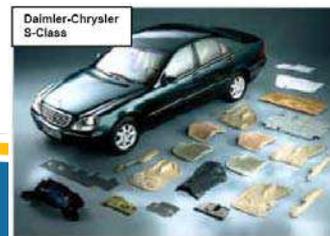
- Boitiers/emballages pour dispositifs électroniques (remplacement de l'ABS)

- **Produits à valeur ajoutée** (objets de décoration, téléphone, boomerang..)



- **Meubles/fournitures** de bureau et pièces non structurales

- **Automobile:** composants intérieurs



Kenaf reinforced PLA phone case



Preuve de concept - Prototypes

- Moulage par injection de pièces en biocomposites avec 15% et 30% de fibres de bois
- Conditions de procédés semi-industriels



PLA



PLA+15% SW



PLA+30% HW



Remerciements

- Équipe technique de l'IMI: Yves Simard, Michel Carmel, Éric Cloutier, Éric Patenaude, Manon Plourde
- Dr. Hongbo Li de l'IMI pour la préparation du TPS

Questions?

Science et technologie
Des solutions
pour l'avenir des
Canadiens

Insérez le nom de votre I/D/P, titre ou slogan

