



Deliverable n°1.2.1

CATALOGUE DES PROPRIETES DES  
MATIERES PREMIERES SELECTIONNEES  
2019, October

PP LEADER INRA



European Regional Development Fund



## Partenaires

PP Leader : INRA

Partenaires impliqués : UBS

## Contenu

### ❖ Matières :

Deux lots différents d'étoupes de lin et un lot de fibres de lin cultivé en Normandie ont été fournis par notre partenaire DEPESTELE (Figure 1). Le premier lot est une variété Bolchoï considérée de bonne qualité avec une faible quantité d'anas (<5%). Le second est également une variété de Bolchoï avec beaucoup d'anas (>5%) considérée comme de moindre qualité. Le dernier lot (n°8072) est une variété Bolchoï de fibres de lin qui sont teillées.



Figure 1 : Images des matières fournies par DEPESTELE : a) Des étoupes de haute qualité b) Des étoupes avec des anas c) Des fibres de haute qualité 8072es

Les fibres de PLA ont également été étudiées. Le PLA est le deuxième composant des préformes non tissées pour les produits de PLV. L'objectif de ce WEB est de quantifier leur morphologie, leurs performances mécaniques et leur comportement rhéologique.

### ❖ Analyse biochimiques :

Des analyses biochimiques ont été réalisées à l'INRA de Nantes afin de déterminer la composition en monosaccharides des différents lots par chromatographie en phase gazeuse (CPG). Les résultats sont présentés dans la figure 2.



Le monosaccharide majoritaire dans les trois lots de lin est le glucose, les résultats sont exprimés en pourcentage de la masse sèche utilisée. Le glucose est sensiblement le même pour les étoupes de haute qualité et les fibres 8072 avec 78% et 81% respectivement. Les étoupes avec anas ont un peu moins de glucose avec 71%. Entre les deux lots d'étoupes, il y a une autre différence : les étoupes avec anas ont une proportion plus élevée de xylose, caractéristique des anas. En ce qui concerne les étoupes de haute qualité et les fibres 8072, il y a quelques légères différences (arabinose, mannose) mais non significatives et qui peuvent être attribuées à l'année de récolte différente.

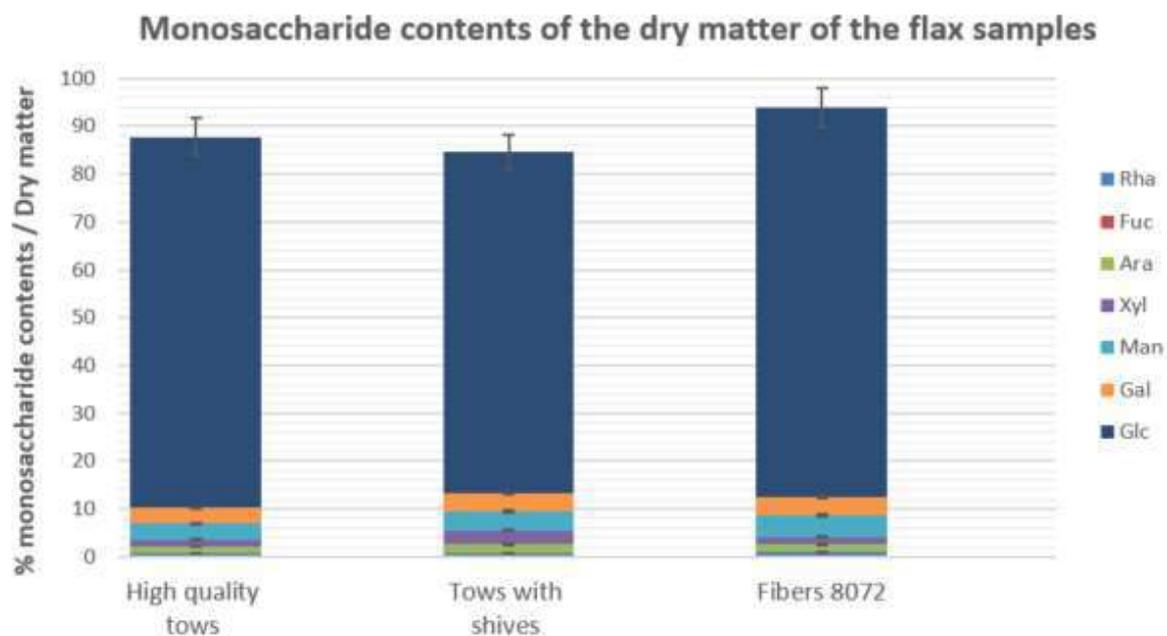


Figure 2 : Le contenu de monosaccharide des différents lots de lin

Les éléments d'azote et de carbone sont dosés selon la méthode de Dumas. L'échantillon est chauffé à 1000°C en présence d'oxygène pour la combustion. Il est alors possible de quantifier l'azote et le carbone.

Le pourcentage de protéines peut être ramené au pourcentage d'azote par la formule suivante :

$$N (\%) * 6.25 = Proteins (\%) \text{ où } 6.25 \text{ est facteur de conversion.}$$

Samples	N [%]	C [%]	Proteins [%]
High quality tows	0,35 (± 0,01)	42,45 (± 0,38)	2,21 (± 0,02)
Tows with shives	0,4 (± 0,01)	42,27 (± 0,14)	2,49 (± 0,01)
Fibers 8072	0,19 (± 0,01)	41,79 (± 1,11)	1,17 (± 0,07)

Table 1 : Dosage d'éléments de C et N et protéines

Le pourcentage de carbone est stable et similaire pour les trois lots de lin. En revanche, le pourcentage d'azote est différent. Un facteur 2 est noté entre les fibres 8072 et les deux

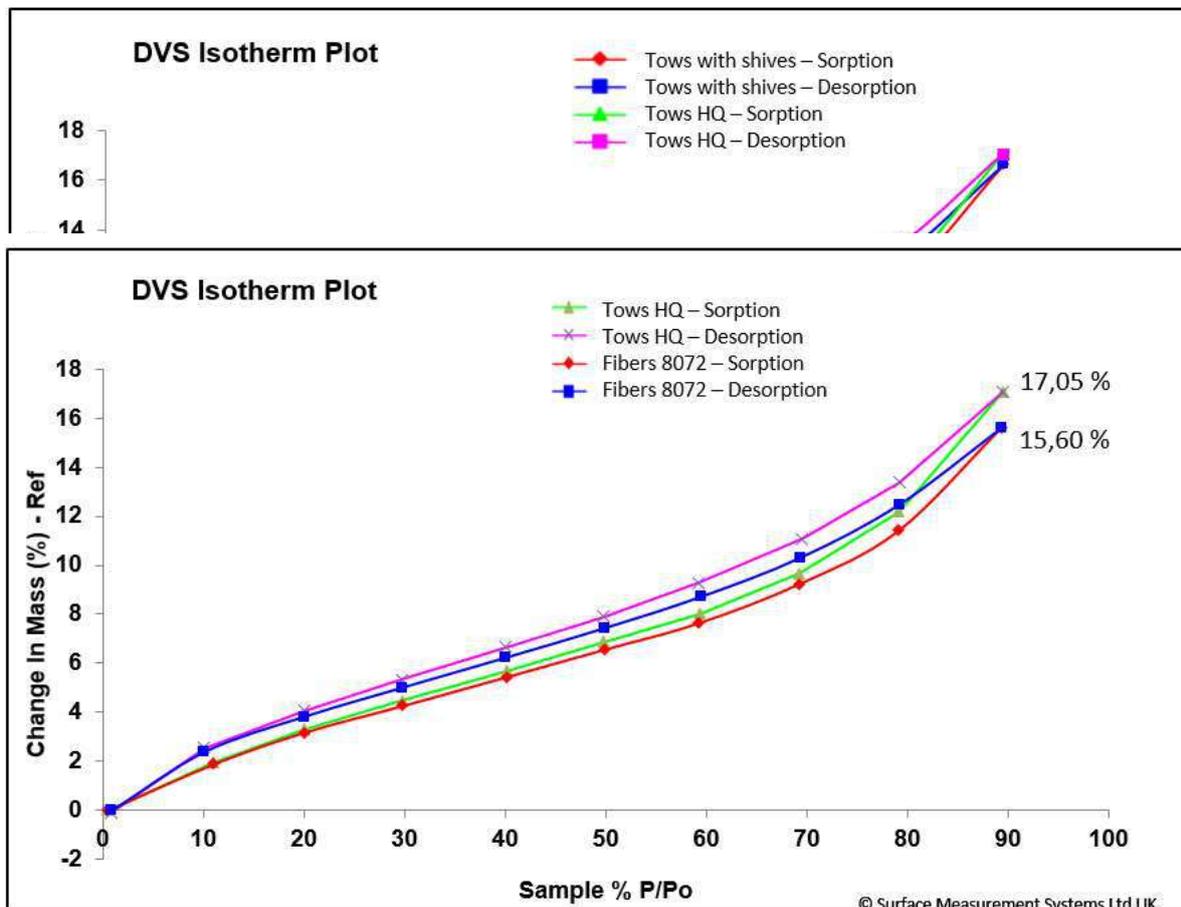


lots d'étoupes. Le résultat est le même pour les protéines : les étoupes ont deux fois plus de protéines que les fibres teillées.

❖ Comportement hygroscopique :

Des tests de sorption dynamique de la vapeur ont également été réalisés sur les trois lots afin de déterminer les isothermes de sorption de l'eau. Les mesures ont été effectuées à 25°C avec un cycle de sorption (0% à 90%) puis un cycle de désorption (90% à 0%). Dans les deux cas, les paliers sont constitués de 10% par 10% avec un temps d'équilibre compris entre 120 minutes et 200 minutes. Pour chaque mesure, entre 5 et 10mg de matière ont été placés dans la microbalance à l'intérieur de l'équipement

Tout d'abord, les deux graphiques sont caractéristiques des fibres naturelles. Les deux lots d'étoupes présentent un comportement similaire malgré leur quantité différente d'anas. Il est possible que dans l'échantillon pesé, la quantité d'anas soit très faible. Ensuite, les étoupes HQ ont été comparées à la 8072. Et une différence est observée pour 90% où les étoupes HQ sont plus sensibles à la sorption que les 8072. Cette différence pourrait s'expliquer par la présence d'anas dans les étoupes. Enfin, il existe trois zones différentes dans la gamme d'humidité relative. De 0% à environ 10%, les différentes courbes se superposent ; l'eau est fortement liée sous l'effet des forces de van der Waals et forme une monocouche sur l'échantillon. De 10% à 65-70%, l'eau est modérément liée ; les molécules continuent à s'adsorber et s'empilent sur la





monocouche déjà existante en formant une multicouche. Et au-delà de 70%, l'eau est dite libre.

Figure 3 : Isotherme DVS des deux lots d'étoupes (en haut) et isotherme DVS des fibres 8072 et des étoupes HQ (en bas)

❖ Finesse :

La finesse des différents lots a été évaluée par analyse morphologique en utilisant l'équipement Qicpic. Les fibres ont été coupées en 1-2 mm et dispersées dans l'eau (50mg dans 1L). La géométrie de millions de particules a été analysée, conduisant à des résultats statistiques résumés dans la figure.

Pour chaque échantillon, trois répétitions ont été effectuées au QICPIC ; c'est la courbe moyenne que l'on peut voir sur la figure 4. Les fibres 8072 ont un diamètre moyen plus important que les deux lots d'étoupes. En même temps, les deux lots d'étoupes sont relativement similaires du point de vue du diamètre. La présence d'anas en quantités différentes ne semble pas influencer la mesure du diamètre. Et le graphique de densité de distribution montre un plus grand nombre de faisceaux pour la fibre 8072. Des investigations complémentaires seront menées pour expliquer l'origine de cette différence de diamètre.

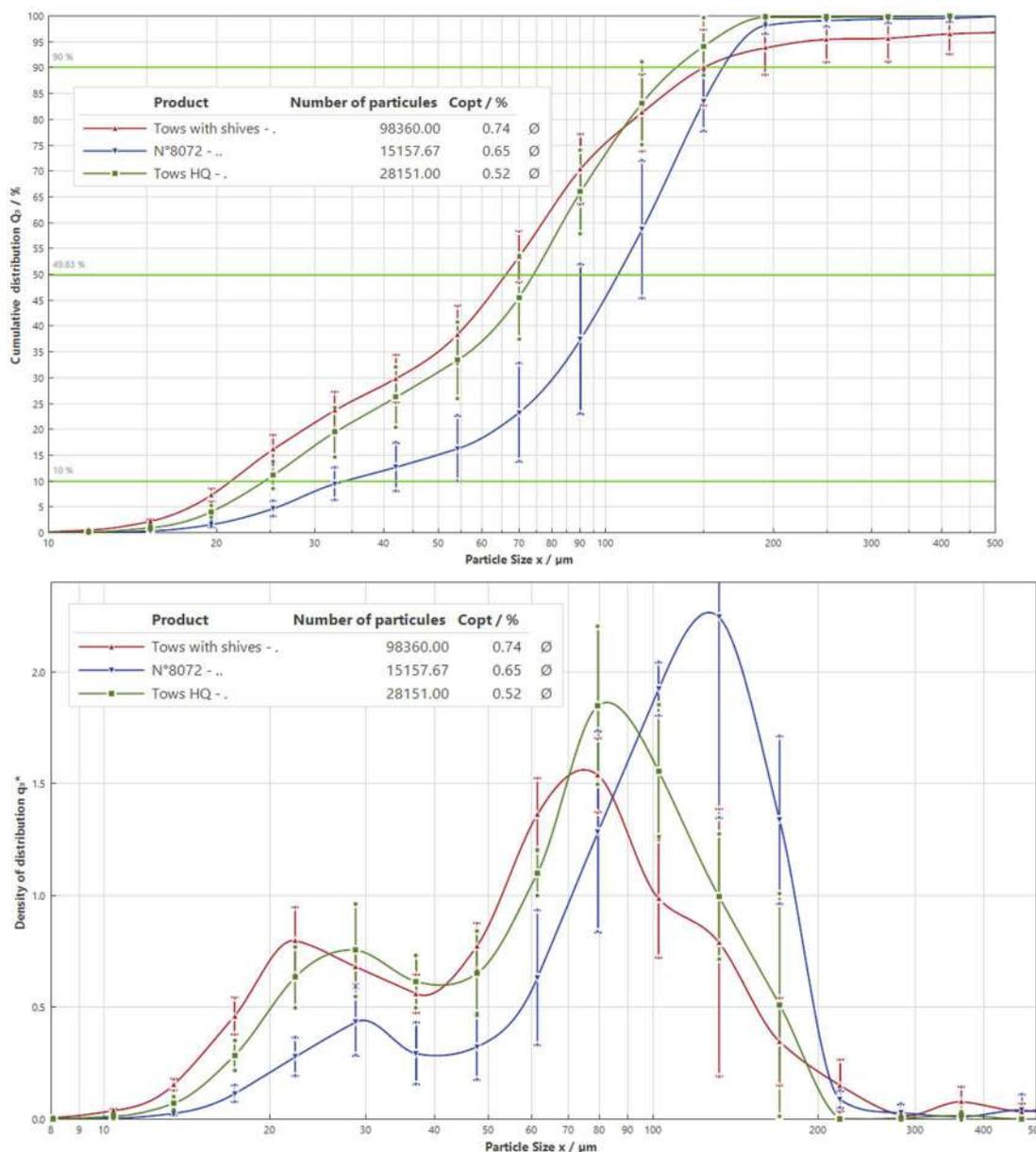


Figure 4 :

Cumulative distribution (upper) and density of distribution (lower) of the diameters of the fibres

❖ Caractérisation des fibres PLA :

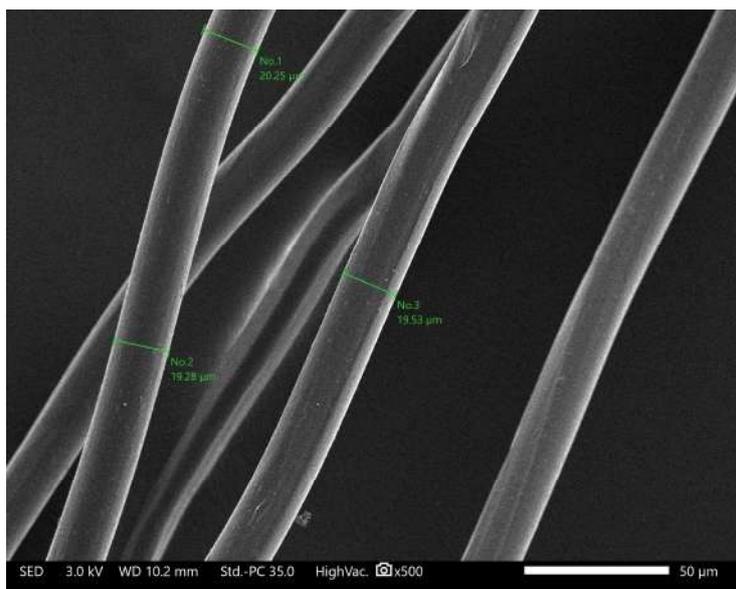
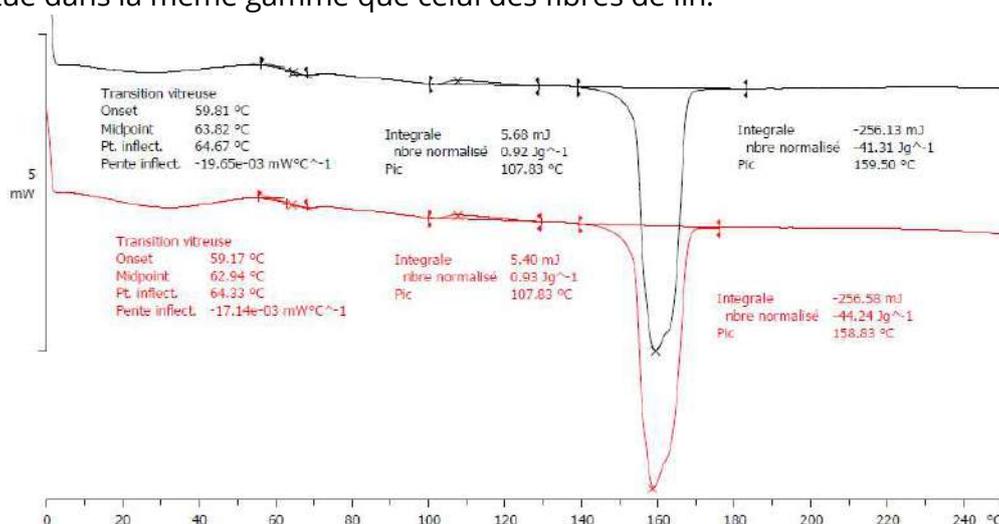


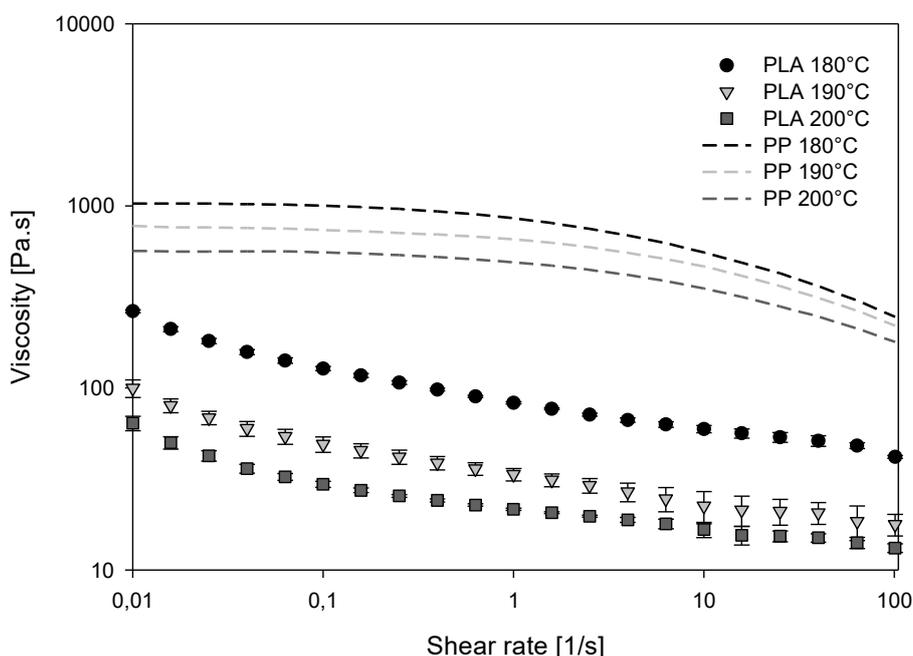
Image SEM de fibres PLA

Avec un diamètre moyen de  $19,7 \pm 0,3 \mu\text{m}$ , le diamètre des fibres de PLA est reproductible et se situe dans la même gamme que celui des fibres de lin.



Thermogramme DSC de fibres PLA

Les études DSC mettent en évidence une température de fusion de 159°C. Cette température est tout à fait compatible avec la température de dégradation des fibres de lin. Le PLA peut être utilisé pour la fabrication de pièces industrielles faites de PLA et de lin et traitées par des cycles de thermocompression.



*Evolution de la viscosité des fibres PLA selon la température sélectionnée. Comparaison avec le PP*

De manière intéressante, pour une même température et un même taux de cisaillement, le PLA présente une viscosité plus faible que le PP, montrant l'intérêt de cette matrice en terme d'imprégnation. Par exemple, la viscosité du PP et du PLA à 190°C est de 551 Pa.s et 27 Pa.S, respectivement. Ces valeurs sont données pour un taux de cisaillement de 4s-1, représentatif d'un procédé de moulage par compression. En raison de la faible valeur de la viscosité du PLA, une adaptation des conditions du procédé sera probablement obligatoire pour obtenir une qualité satisfaisante des pièces ou des plaques.

	<b>Young' modulus [GPa]</b>	<b>Max. strength [MPa]</b>	<b>Strain at failure [%]</b>
PLA (DS fibres)	3.04 ± 0.06	43.5 ± 1.2	2.6 ± 0.47
PLA (3001D)	3.80 ± 0.14	61.5 ± 0.8	3.85 ± 1.15
PLA (Oksman 2003)	3.4 ± 0.1	50.3 ± 2.4	2.0 ± 0.2

*Performances mécaniques des fibres PLA (après un cycle de moulage par compression)*

Une plaque a été fabriquée par moulage par compression à partir des fibres fournies, des éprouvettes ont ensuite été mises en forme et caractérisées par traction. Les résultats sont nettement inférieurs aux propriétés mécaniques habituelles du PLA.



## PROCHAINES ETAPES

- ❖ Dosage de lignines par la méthode du bromure d'acétyle
- ❖ Courbes de sorption dynamique de la vapeur pour les anas
- ❖ Plus de recherches avec le QICPIC