



Université Cadi ayyad
Faculté des sciences et techniques
Marrakech, Maroc

Université du Québec
à Trois-Rivières
Canada



Effet du temps d'acétylation sur la mouillabilité et la structure de forme des fibres lignocellulosiques

82e Congrès de l'Association francophone pour
le savoir (Acfas)
(du 12 au 16 mai 2014)

M.EL BOUSTANI (LCBM,CRML,LMEM), A.BELFKIRA (LCBM),
F.BROUILLETTE (CRML), G.LEBRUN (LMEM).

13/05/ 2014

PLAN

- **OBJECTIF — INTRODUCTION — PROBLEMATIQUE**
- **ACETYLATION DES FIBRES LIGNOCELLULOSIQUES**
 - **Fibres de kraft**
 - **Fibres de PTM**
- **CARACTERISATION DES FIBRES ACETYLEES**
 - **Fibres de lin**
 - **Effet sur la mouillabilité**
 - **Effet sur la structure de forme**
- **CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES**



OBJECTIF

Objectif global:

Valorisation de la biomasse en élaborant des matériaux composites à partir de fibres lignocellulosiques modifiées.

➔ Objectif :

Effet de la durée d'acétylation sur l'hydrophobicité des **fibres de lin, de kraft et de PTM.**

 Améliorer leur compatibilité avec des matrices polymériques.

 Préformes efficaces.  Composite performant.

Enjeu : Acétylation dans des conditions respectueuses de **l'environnement** et convenables pour un usage industriel.

INTRODUCTION - PROBLÉMATIQUE



Préservation de l'environnement
(Moteur principal des travaux de recherche)



Incorporer des matériaux d'origine naturelle aux matières plastiques

- Cellulose: représentante principale de cette classe de matériaux.
- Fibres végétales: Caractéristiques intéressantes: légèreté, rentabilité, robustesse, biodégradabilité...



Bois



Lin



Chanvre



Sisal



Jonc



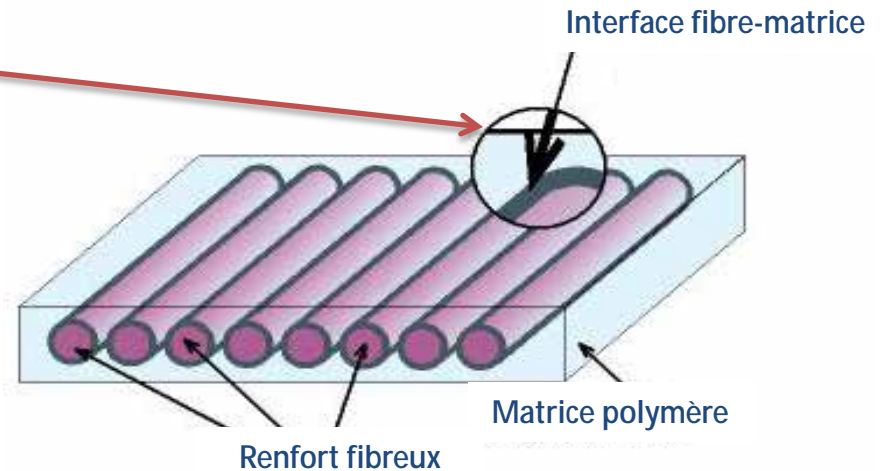
Transfert de contraintes efficace.

PROBLÉMATIQUE

Evaluation de la compatibilité



Mouillabilité



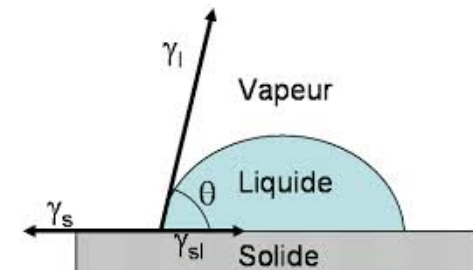
La mouillabilité est caractérisée par l'angle de contact (θ) du liquide sur la fibre.



Goutte à équilibre entre les trois phases.

→ Apparition de θ .

→ θ faible à mouillabilité à compatibilité.



NB: La mouillabilité est influencée par la texture de la surface.



ETUDE EXPERIMENTALE



ETUDE DE L'INFLUENCE DE L'ACÉTYLATION SUR LA MOUILLABILITE ET LA STRUCTURE DE FORME DES FIBRES LIGNOCELLULOSIQUES

- Acétylation des fibres végétales.
- Caractérisation des fibres acétylées.

ACETYLATION DES FIBRES LIGNOCELLULOSIQUES

Fibres végétale étudiées

➤ Fibres de kraft

Bois (résineux)

Processus chimique

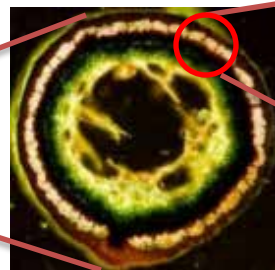


➤ Fibres de PTM

Bois (résineux)

Processus mécanique

➤ Fibres de lin:



Processus mécanique



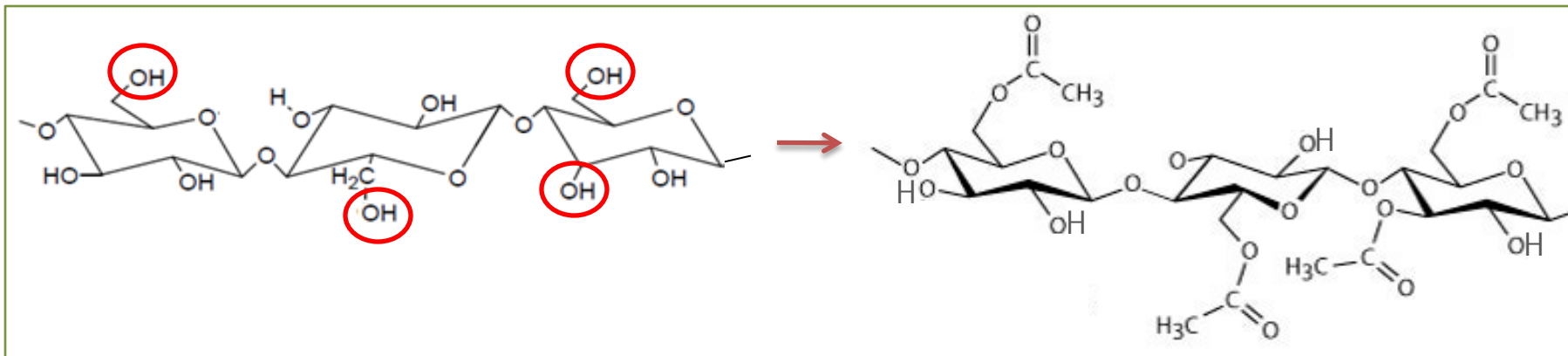
ACÉTYLATION DES FIBRES LIGNOCELLULOSIQUES

Réaction d'estérification des fibres

L'acétylation des fibres de kraft, de PTM et de lin est effectuée en masse et à température ambiante pendant 30min, 1h, 2h, 3h, 4h, 11h et 24h.



Conditions respectueuses de l'environnement et convenables pour un usage industriel.



Analyse IR des fibres



Estérification réussie

ACÉTYLATION DES FIBRES LIGNOCELLULOSIQUES

Analyse IR des fibres de kraft acétylées

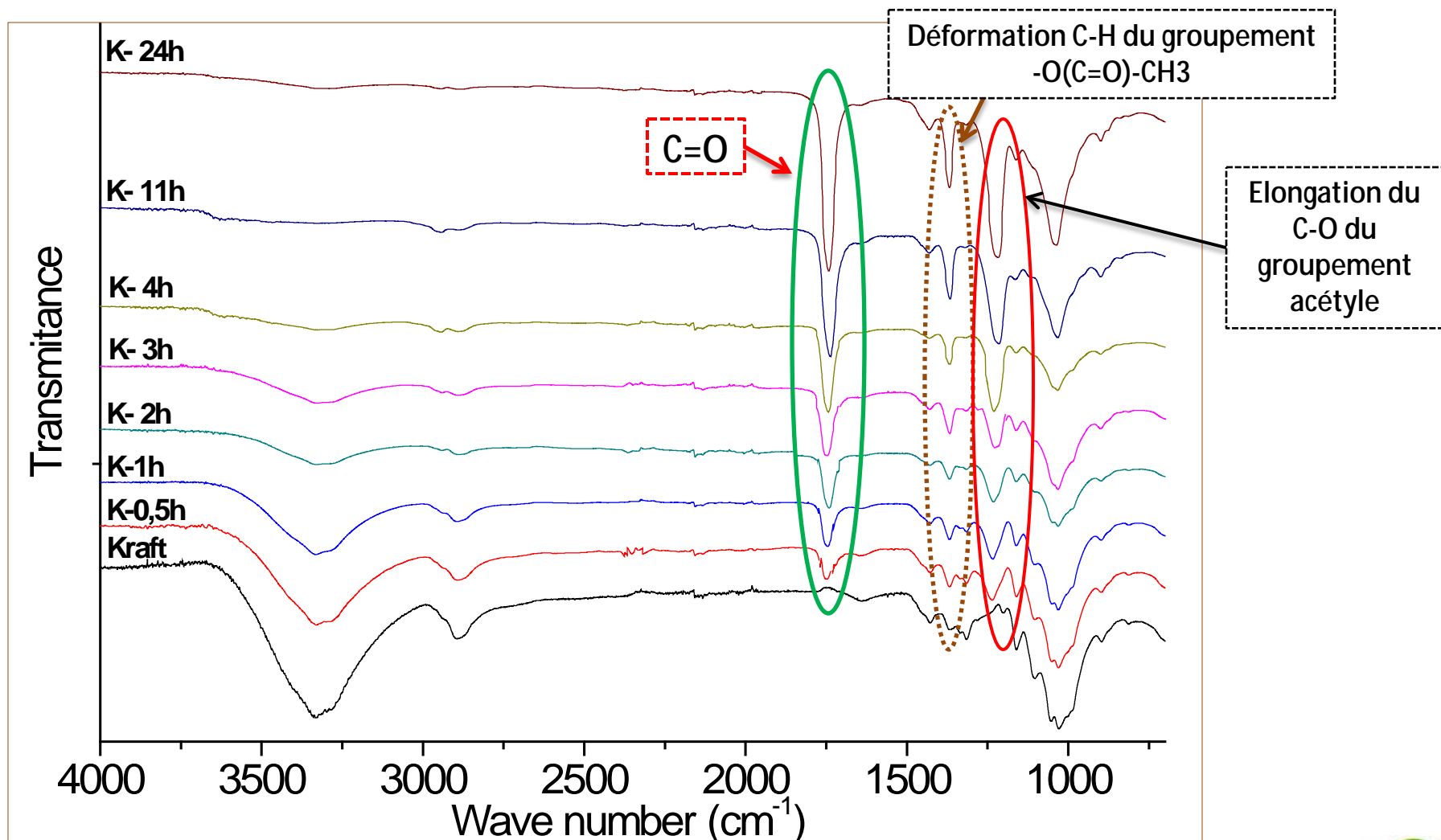


Fig. 1: Spectres IR-ATR des fibres de kraft avant et après acétylation.

ACÉTYLATION DES FIBRES LIGNOCELLULOSIQUES

Analyse IR des fibres de PTM acétylées

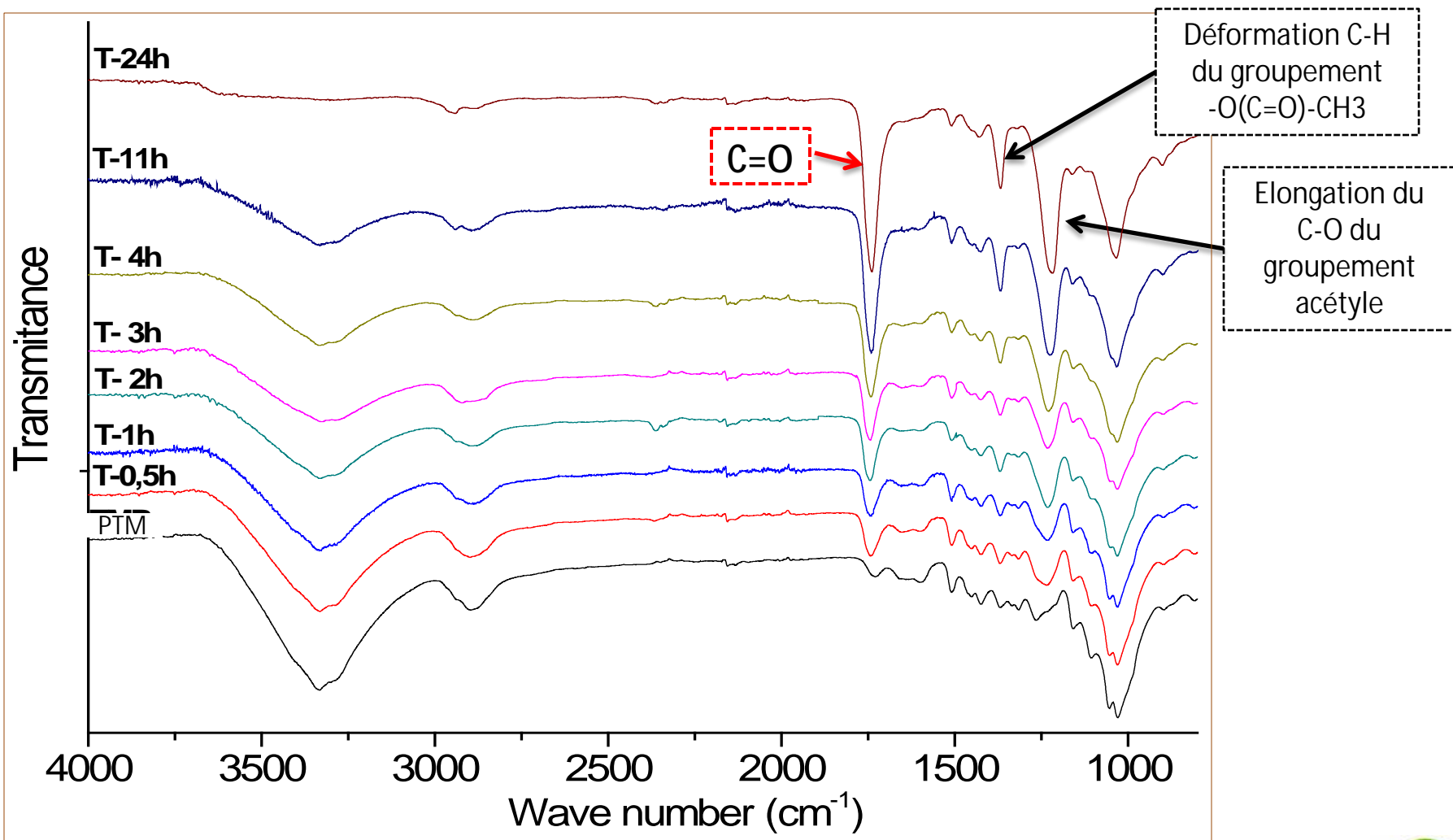


Fig.2 : Spectres IR-ATR des fibres de PTM avant et après acétylation.

ACÉTYLATION DES FIBRES LIGNOCELLULOSIQUES

Analyse IR des fibres de lin acétylées

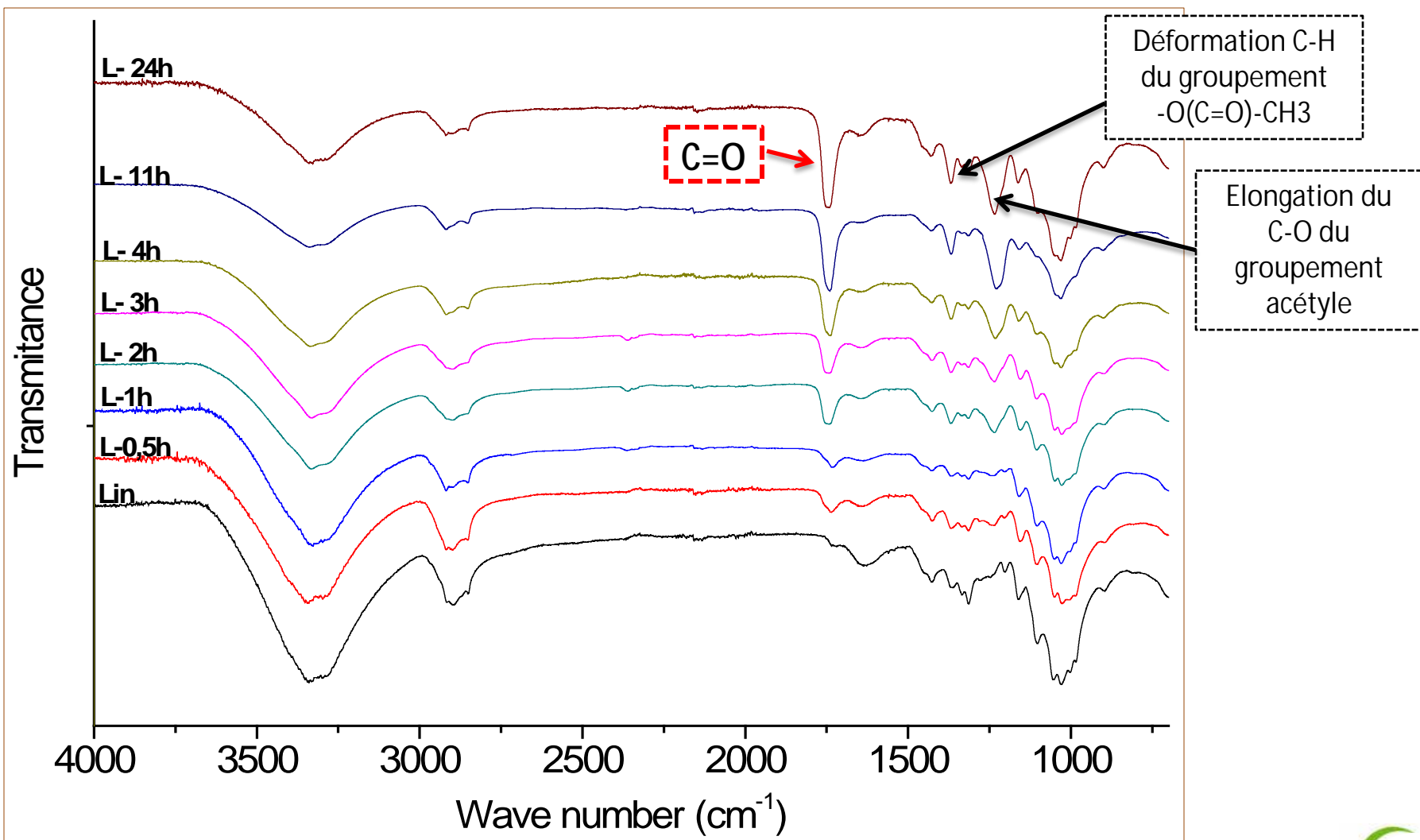
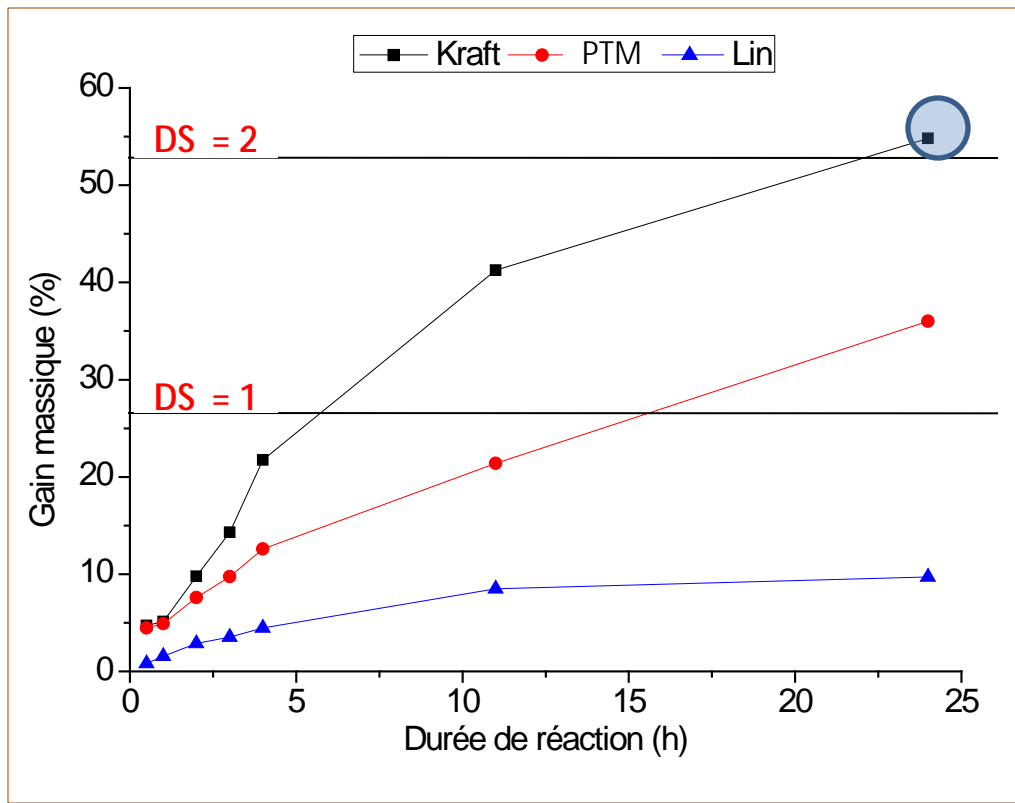


Fig.3 : Spectres IR-ATR des fibres de lin avant et après acétylation.

ACÉTYLATION DES FIBRES LIGNOCELLULOSIQUES

Gain massique des fibres acétylées

$$GM (\%) = [(gain\ massique/masse\ initiale)] * 100$$



GM significatif
Kraft et PTM. Kraft plus réactive que PTM à présence de la lignine

DS satisfaisant
(même avec une perte de masse)

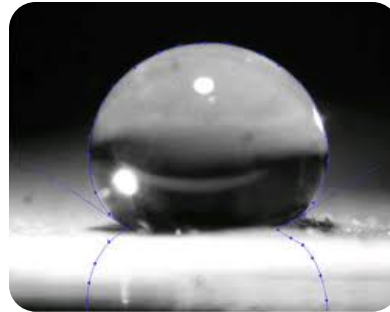
Lin: GM faible à sites réactifs masqués
Caractère hydrophile des fibres
(extractibles, lignine...).

Fig.4 : Evolution du gain massique des fibres en fonction du temps d'acétylation

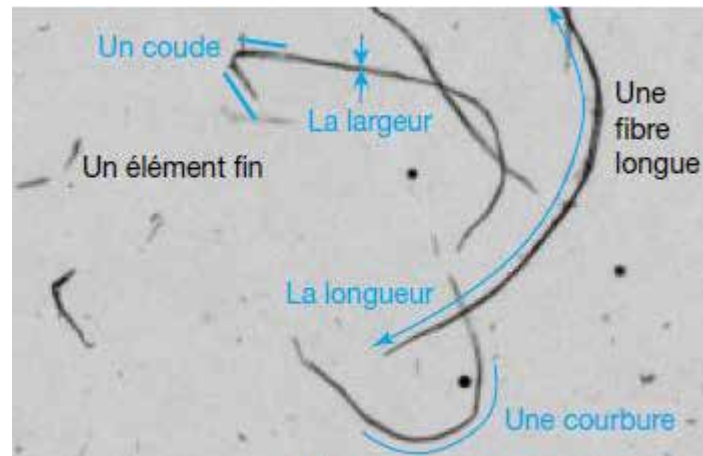
CARACTERISATION DES FIBRES VEGETALES ACETYLEES

Etude de l'effet du temps d'acétylation sur:

Mouillabilité



Structure de forme



EFFET DU TEMPS D'ACÉTYLATION SUR LA MOUILLABILITÉ DES FIBRES DE KRAFT. DE PTM ET DE L'ANGLI

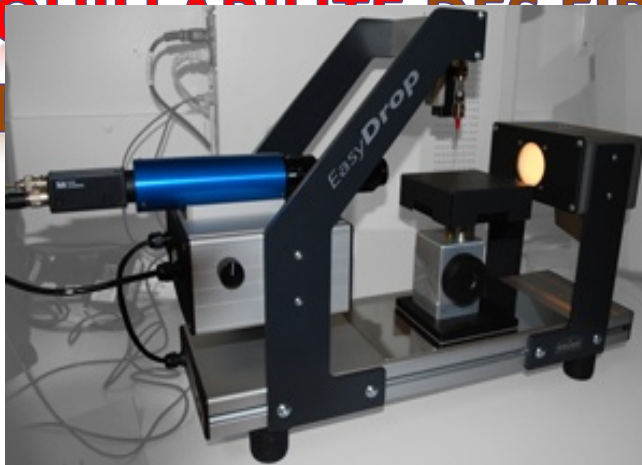
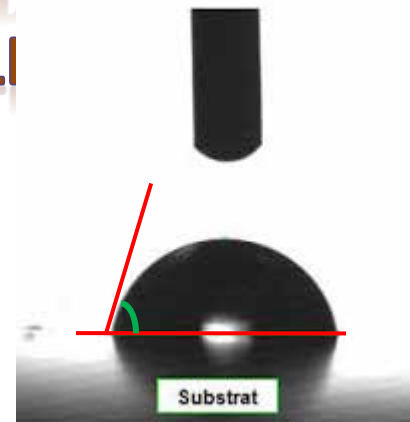


Fig. Goniomètre Kruss DSA1



CARACTERISATION DES FIBRES VEGETALES ACETYLEES

Effet du temps d'acétylation sur la mouillabilité des fibres

■ Angle de contact à l'équilibre

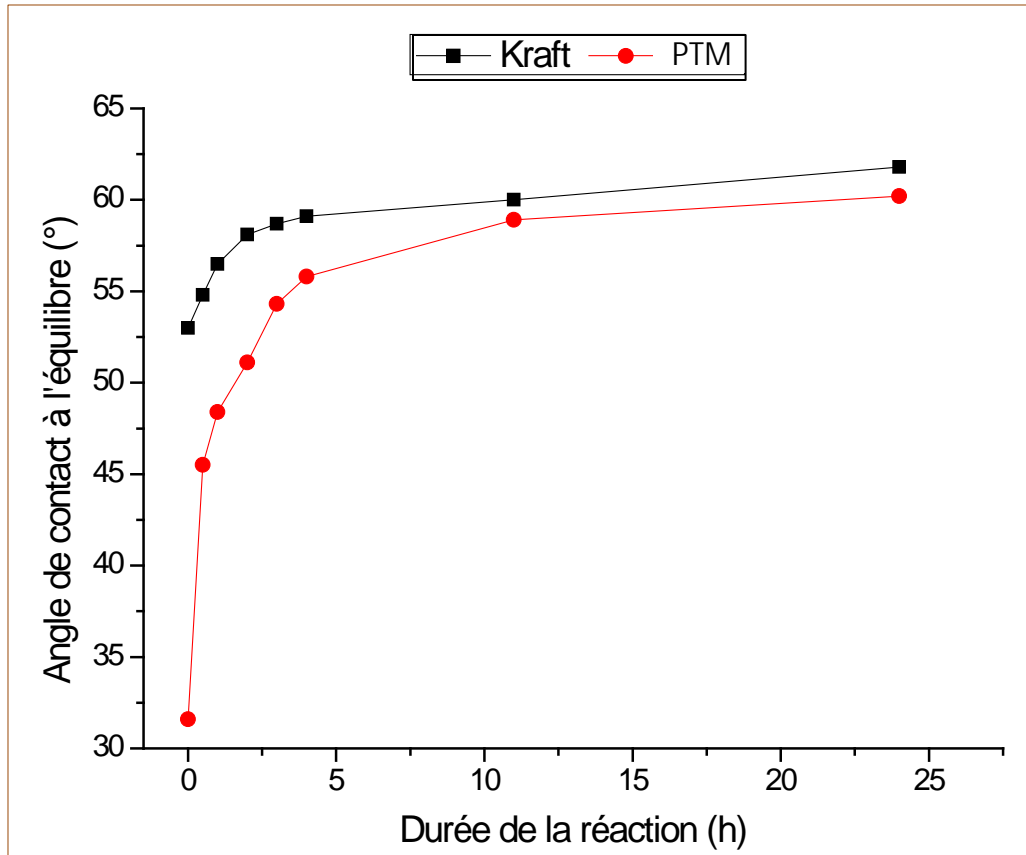


Fig.5: Evolution de l'angle de contact à l'équilibre en fonction du temps d'acétylation des fibres de kraft et de PTM.

■ Kraft

Evolution de + en + faible

à $t_r > 11$ h. ~~Majorité partie~~ **Caractère hydrophile des fibres**

→ des OH accessibles dans les conditions expérimentale de la réaction a été substituée.

■ PTM

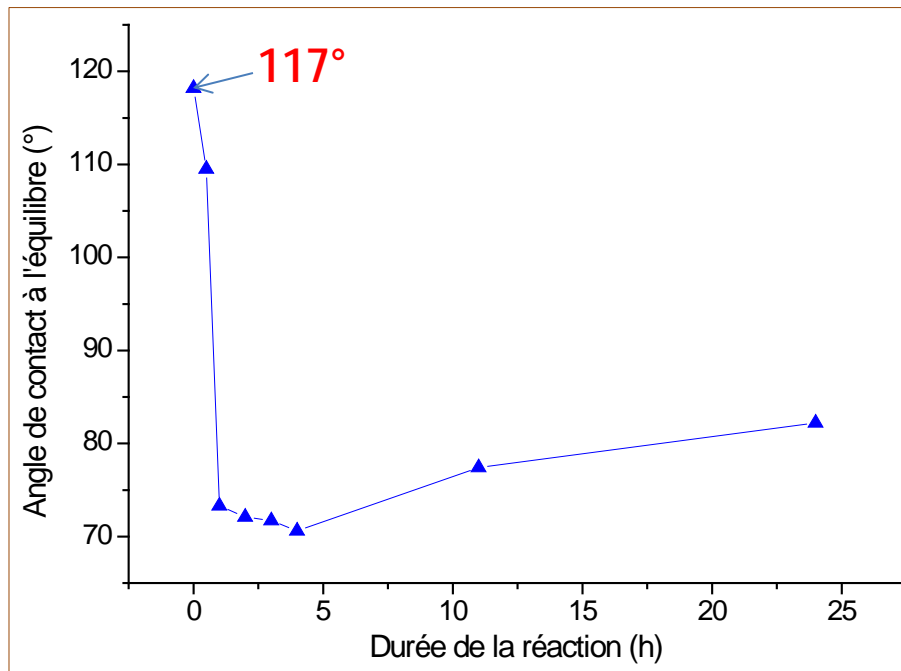
Compatibilité avec les Composites polymériques.

à $t_r > 11$ h.

→ Présence de lignine.

Effet du temps d'acétylation sur la mouillabilité des fibres

■ **Fibre de lin** → **Comportement particulier**



■ $t_r < 4h$: caractère hydrophile ↗.

↻ Hypothèse: présence d'un lubrifiant à la surface des fibres.

■ $t_r > 4h$: Elimination du lubrifiant.

↻ Hydrophobicité ↗.

Fig.6: Evolution de ***l'angle de contact à l'équilibre*** en fonction du temps d'acétylation des fibres de lin.

⇒ **Hypothèse vérifiée** par analyse FTIR des extractibles récupérés après lavage des fibres au soxhlet.

CARACTERISATION DES FIBRES VEGETALES ACETYLEES

Effet du temps d'acétylation sur la mouillabilité des fibres

■ **Fibre de lin**



Comportement particulier

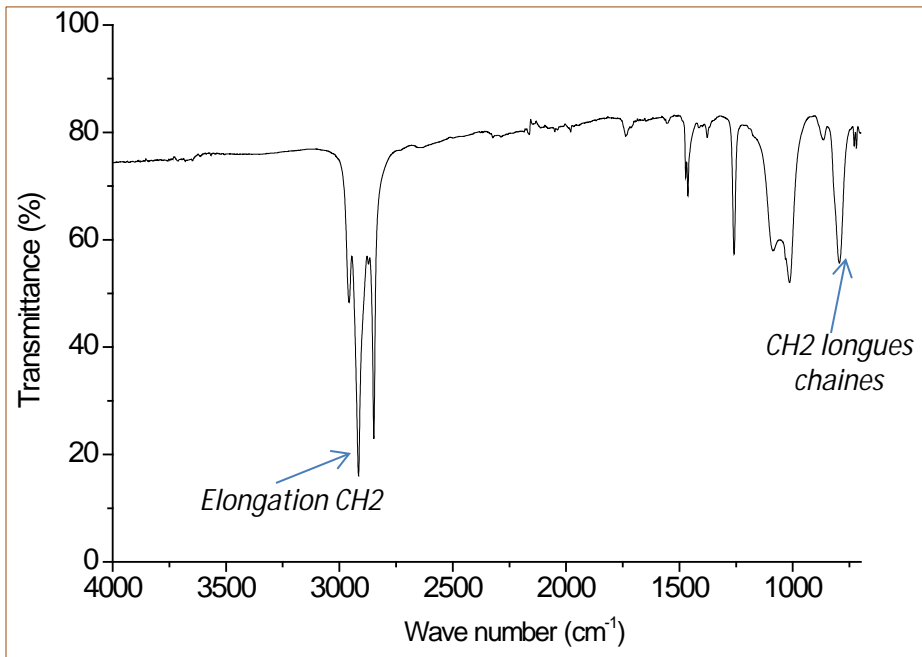


Fig.8 : Evolution d'une goutte d'eau sur le lin non acétylé en fonction du temps.

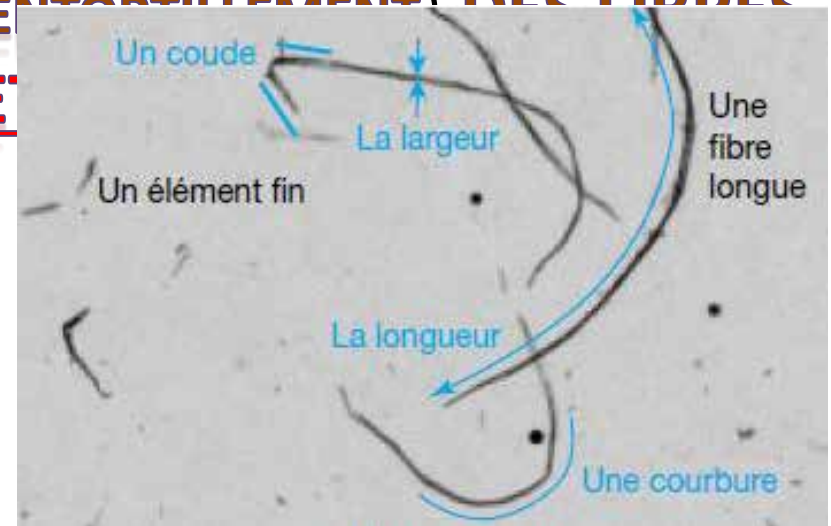
Fig.7 : Spectres IR-ATR des extractibles des fibres de lin.

- Lin non traité: hydrophobe (117°); mauvaise interaction cire-fibre.
- Lin acétylé: moins hydrophobe; pas d'interface <-> **liaison covalente** entre le groupement acétylé et la fibre de lin.

ETUDE EXPERIMENTALE: CARACTERISATION DES FIBRES KRAFT ET TMP ACETYLEES

EFFET DU TEMPS D'ACÉTYLATION SUR LA STRUCTURE DE FORME (L, %F, COURBURE, ENTORTILLEMENT) DES FIBRES

KRAFT ET



Analyseur électronique séquentiel (FQA
(Fiber Quality Analyser))

CARACTERISATION DES FIBRES VEGETALES ACETYLEES

Effet du temps d'acétylation sur la structure de forme des fibres

Taille des fibres

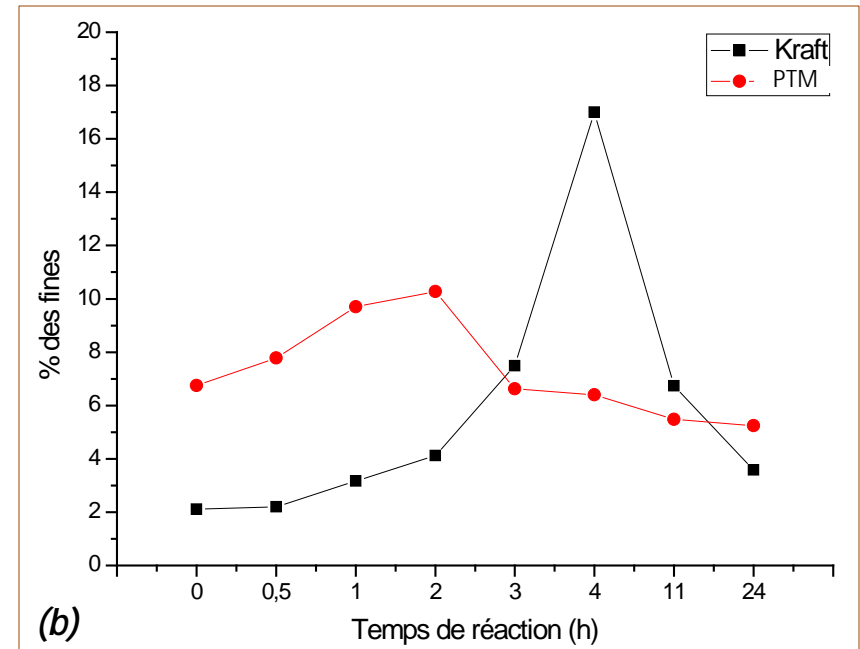
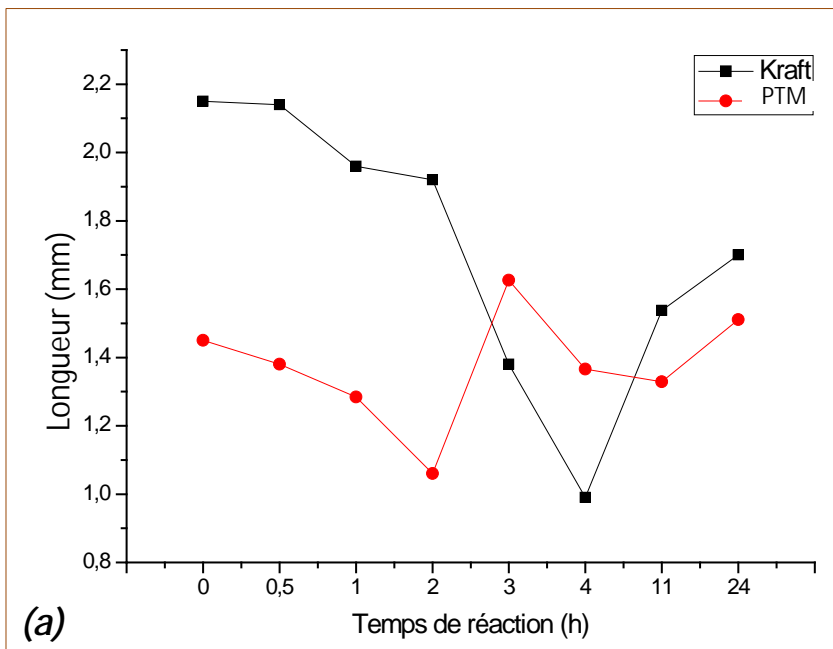


Fig.9: Evolution de la longueur des fibres (a) et du pourcentage des fines (b) en fonction du temps d'acétylation

→ L ↘ à Dégradation des fibres ; L ↗ à association des fibres.

CARACTERISATION DES FIBRES VEGETALES ACETYLEES

Effet du temps d'acétylation sur la structure de forme des fibres

■ Rectitude des fibres

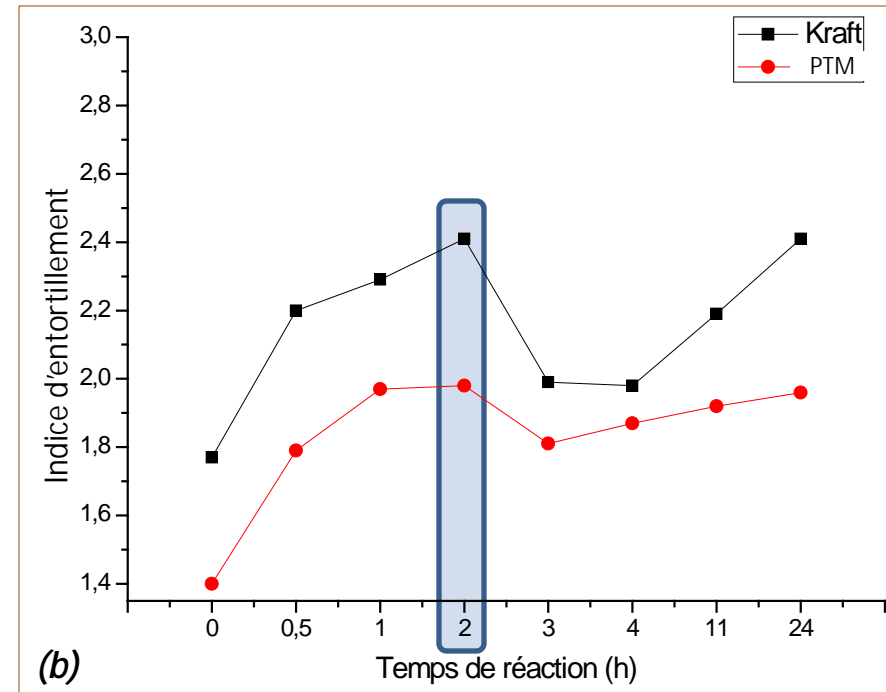
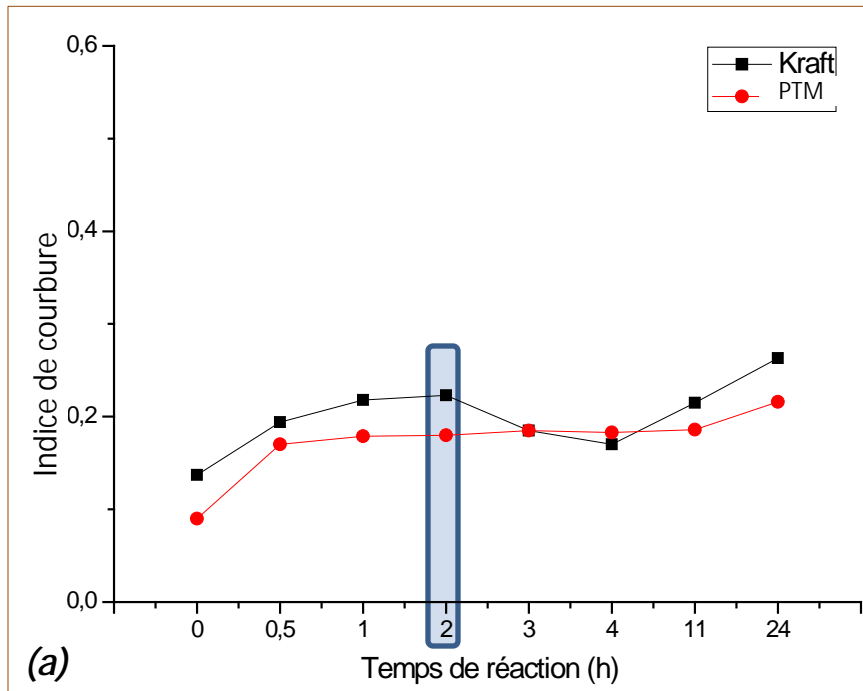


Fig. 10: Evolution de l'indice de courbure (a) et d'entortillement (b) en fonction du temps d'acétylation.

- Incompatibilité (fibres acétylées et non) à Courbure et entortillement ↗
- Fibres très courtes à Courbure et entortillement ↘
- Formation d'agglomérats de fibres à Courbure et entortillement ↗

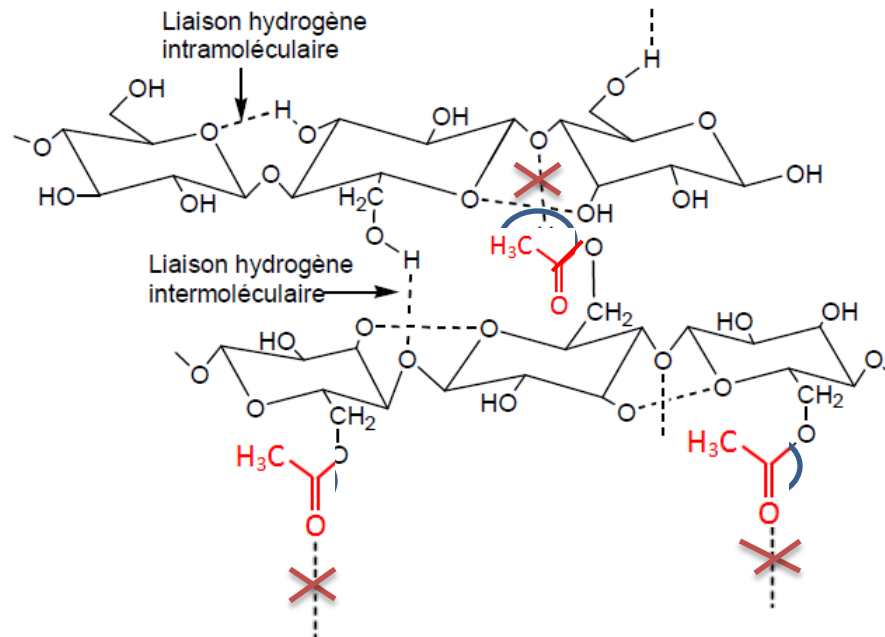
CARACTERISATION DES FIBRES VEGETALES ACETYLEES

Effet du temps d'acétylation sur la structure de forme des fibres

➔ Au-delà de 2h d'acétylation à interactions faibles
à ~~Préforme~~.




● **Interactions physiques:** faible interaction fibre-fibre



● **Interactions mécaniques:** fibres courtes ➔ Faibles enchevêtrements

CONCLUSIONS - PERSPECTIVES

- Modification chimique apporte de nouvelles propriétés aux fibres lignocellulosiques.
 - Acétylation a été réussie dans des conditions **respectueuses de l'environnement et convenables pour un usage industriel.**
 - Acétylation affecte la morphologie des fibres végétales et diminue leur caractère hydrophile .
 - ↪ Elaboration des préformes à base de papier acétylé.
 - ↪ Préformes compatibles avec les matrices polymériques.
-  **Composites performants.**
- Présence de lubrifiant à la surface des fibres de lin commerciales à prétraitement indispensable.



REMERCIEMENT



Université Cadi Ayyad
Marrakech , Maroc

UQTR



Université du Québec
à Trois-Rivières

Canada



**NSERC
CRSNG**

Conseil de recherches en sciences
naturelles et en génie du Canada

Financement



Faculté des sciences et techniques
Marrakech, Maroc

UQTR



Université du Québec
à Trois-Rivières

CRML
Centre de recherche sur les
matériaux lignocellulosiques

Canada



LMEM

Laboratoire de Mécanique
et Éco-Matériaux

Laboratoire de Mécanique et Éco-Matériaux
(UQTR), Canada

Appui scientifique

A white envelope with a green ribbon is the central focus. The ribbon is wrapped around the top-left corner. The text 'MERCI DE VOTRE ATTENTION' is printed on the envelope. The words 'MERCI DE VOTRE' are in brown, and 'ATTENTION' is in green. The text is reflected on the surface below it. To the right of the envelope, there are two green leaves, one of which has a small water droplet on it.

**MERCI DE VOTRE
ATTENTION**



Université Cadi ayyad
Faculté des sciences et techniques
Marrakech, Maroc

Université du Québec
à Trois-Rivières
Canada



Effet du temps d'acétylation sur la mouillabilité et la structure de forme des fibres lignocellulosiques

82e Congrès de l'Association francophone pour
le savoir (Acfas)
(du 12 au 16 mai 2014)

M.EL BOUSTANI (LCBM,CRML,LMEM), A.BELFKIRA (LCBM),
F.BROUILLETTE (CRML), G.LEBRUN (LMEM).

13/05/ 2014

DIAPO COMPLEMENTAIRES

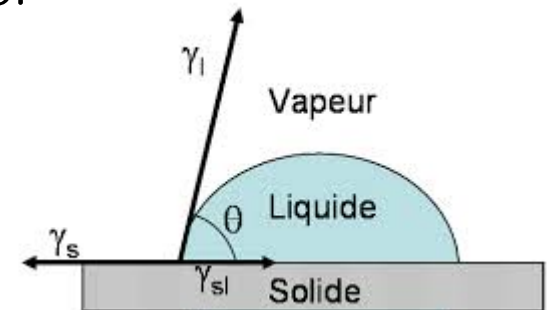
Angle de contact

Lorsque l'on dépose une goutte de liquide à la surface de la fibre, celle-ci adopte une configuration particulière.



Interactions entre la fibre et le liquide.

Un équilibre entre les trois phases
à apparition d'un angle de contact θ .



A l'équilibre, la somme des trois forces appliquées à la surface est nulle. Ce qui conduit à la relation de Young :

$$\gamma_{LV} \cos \theta_E = \gamma_{SV} - \gamma_{SL}$$

DIAPO COMPLEMENTAIRES

Effet du temps d'acétylation sur la mouillabilité des fibres

L'étude des propriétés de surface, particulièrement l'absorption des liquides, est un **phénomène complexe** lié à la porosité, la rugosité et l'affinité chimique.

● Porosité des pastilles

$$Porosité = \frac{V_{vid}}{V_T} * 100 = \frac{V_T - V_F}{V_T} * 100$$

$$V_T = \pi * R^2 * e \quad et \quad V_F = \frac{m_F}{d_F}$$

DIAPO COMPLEMENTAIRES

Effet du temps d'acétylation sur la mouillabilité des fibres

Porosité des pastilles

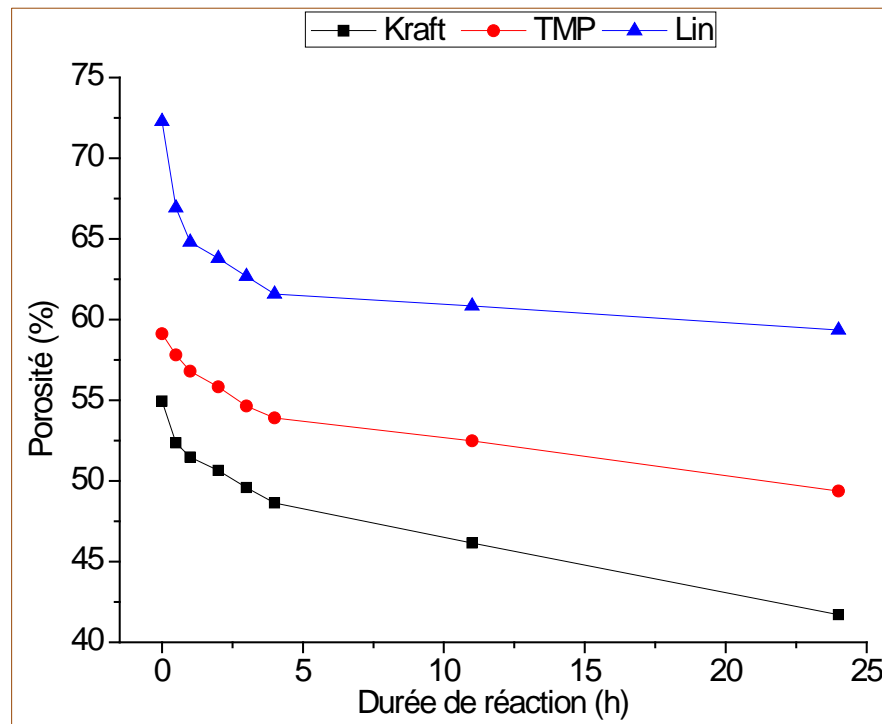
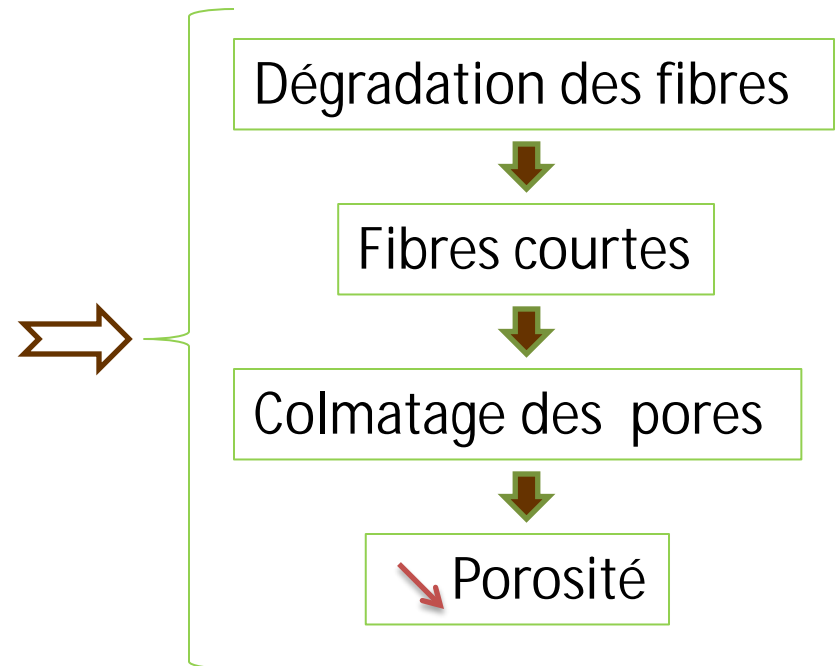


Fig.A: Evolution de la porosité des pastilles de fibres en fonction du temps d'acétylation.



DIAPO COMPLEMENTAIRES

Effet du temps d'acétylation sur la mouillabilité des fibres

■ Cinétique d'absorption de l'eau

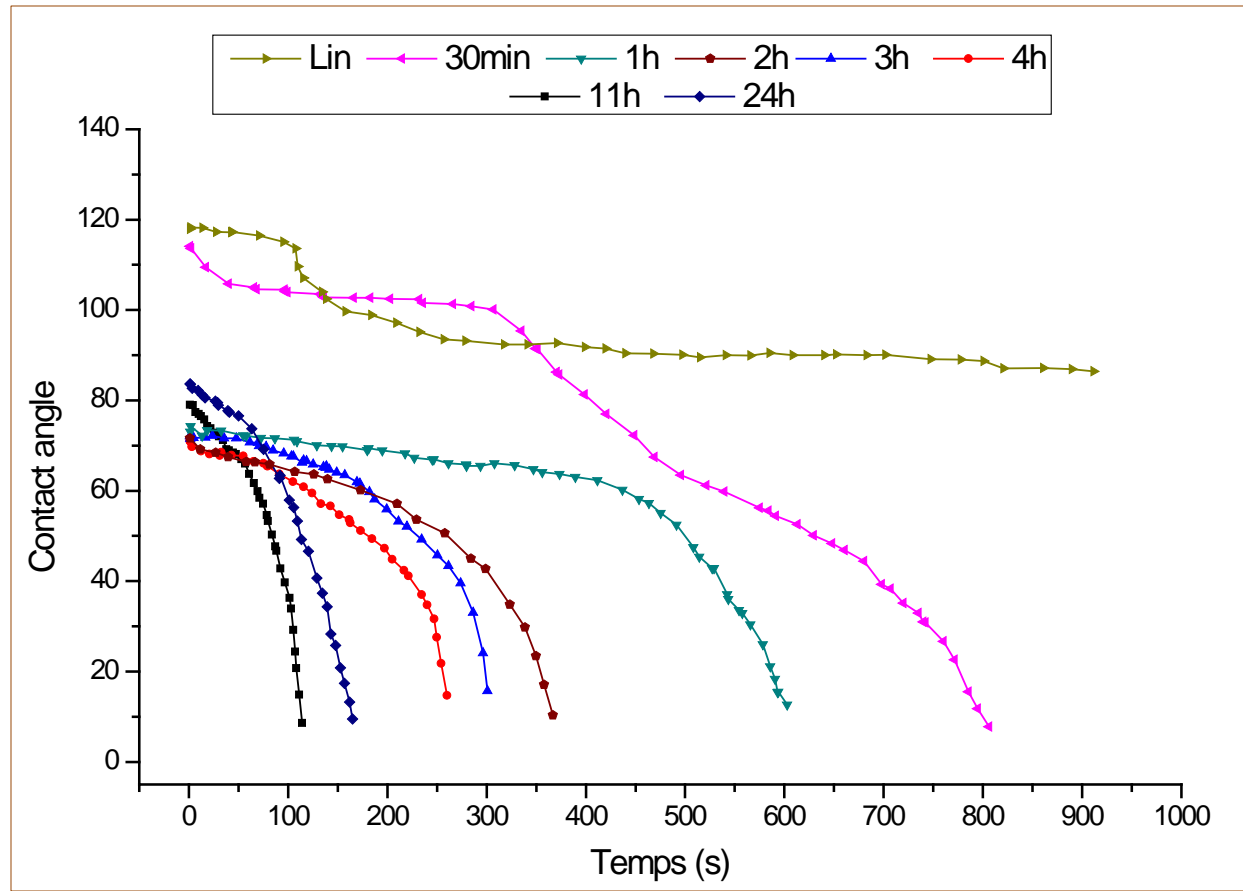


Fig. B : Evolution de l'angle de contact en fonction du temps des fibres de lin.

DIAPO COMPLEMENTAIRES

Effet du temps d'acétylation sur la mouillabilité des fibres

■ Cinétique d'absorption de l'eau

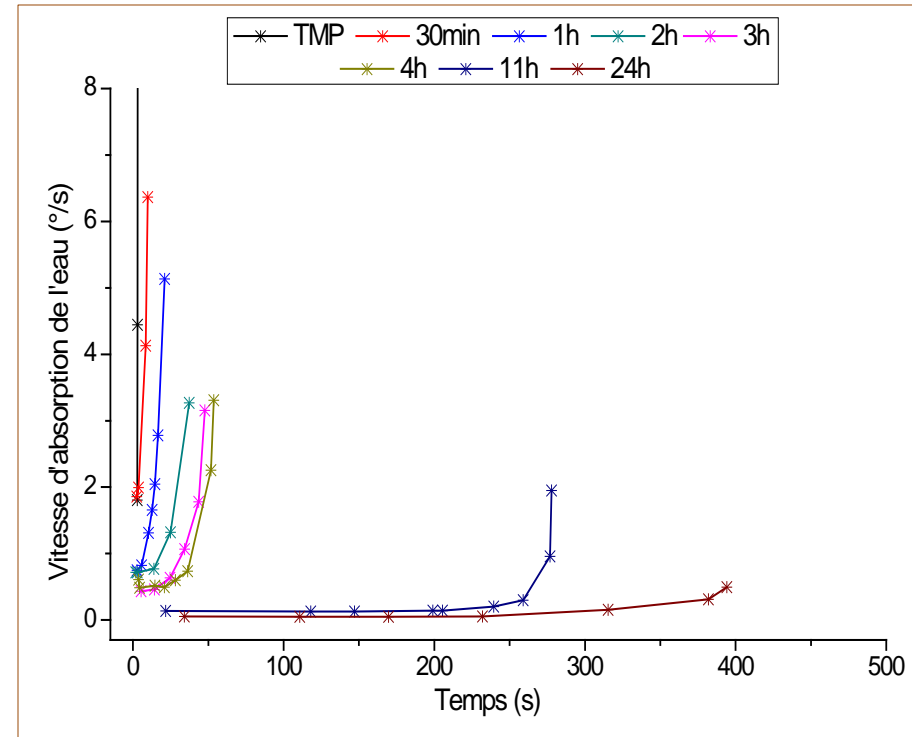
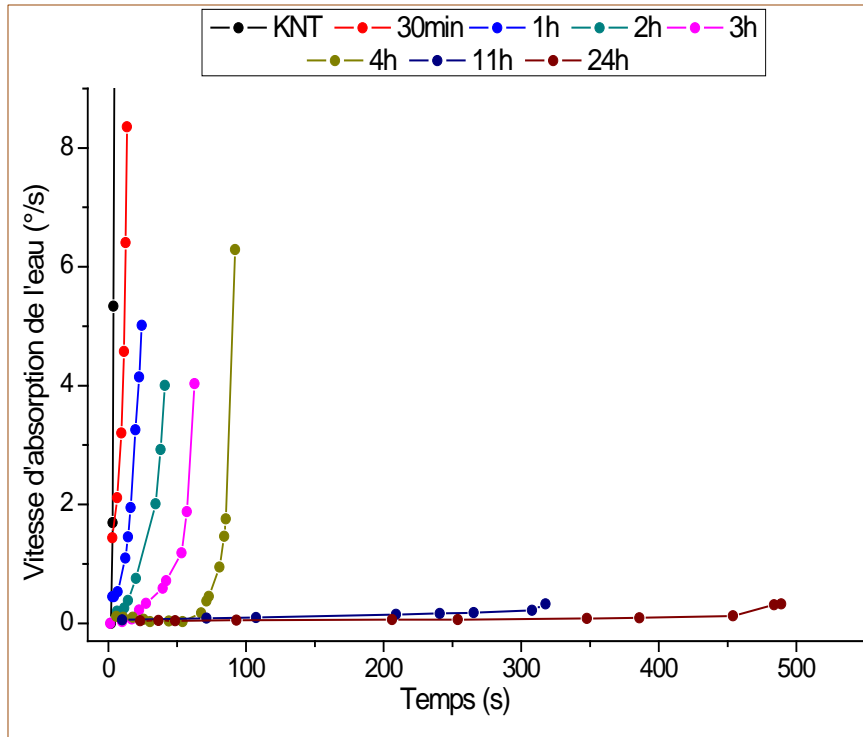


Fig. C : $V = f(t)$ des fibres de kraft et de PTM.

- ∨ Vitesse diminue avec l'augmentation de la durée d'acétylation.
- ∨ TMP moins réactives que kraft; Lignine masque les OH.

DIAPO COMPLEMENTAIRES

Effet du temps d'acétylation sur la mouillabilité des fibres

■ Cinétique d'absorption de l'eau

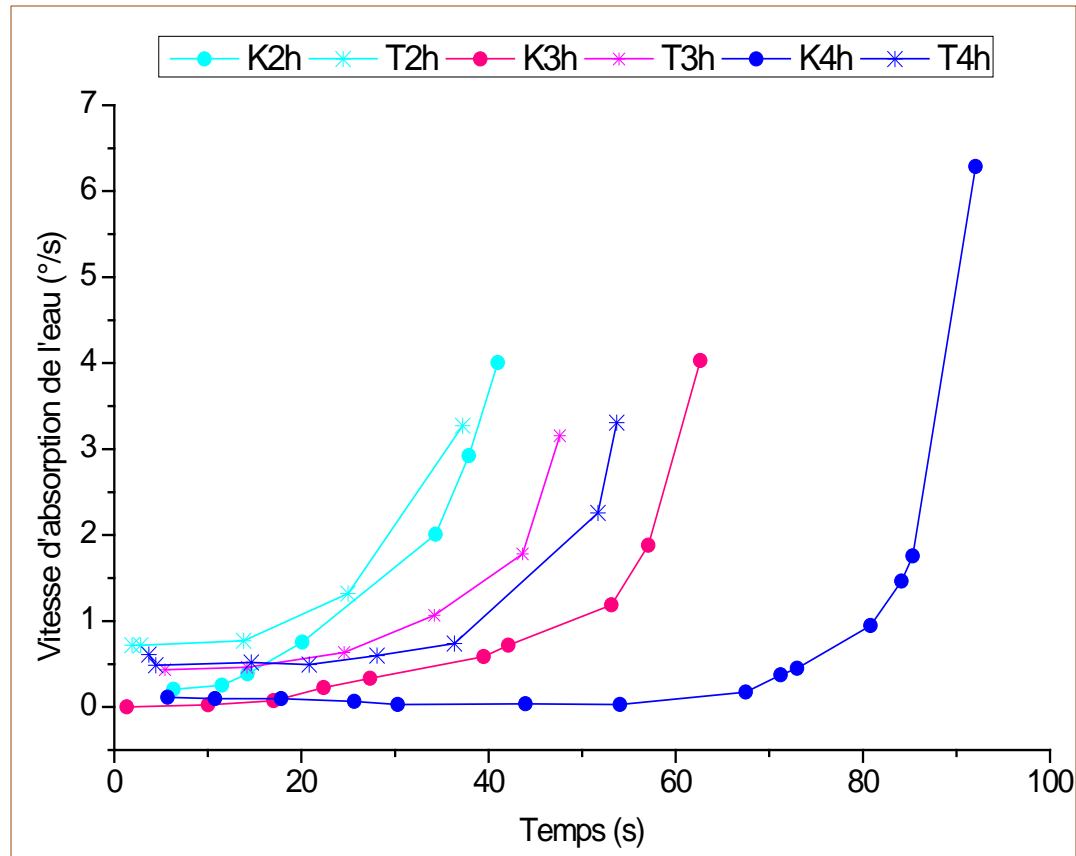


Fig. D : Comparaison entre $V = f(t)$ des fibres de PTM et de kraft.

L'écart devient de + en + importante avec  de la durée d'acétylation.