



Laurence Caramaro,
responsable recherche
et développement,
Fibroline

46

Imprégnation par voie sèche

Les textiles entament leur mue écologique

Le procédé d'imprégnation par voie sèche D-Preg est un moyen économique de produire des revêtements textiles sans latex, sans composites et sans solvant, donc faciles à recycler.

► Fondé sur l'application d'un champ électrique alternatif, le procédé d'imprégnation par voie sèche D-Preg (*document 1*), développé et breveté par Fibroline, s'applique à tout type de structure poreuse, des fibres naturelles ou minérales dans les composites aux mousses à cellules ouvertes, en passant par les papiers ou les lingettes. Les particules de poudres, chargées par ionisation de la lame d'air présente entre les diélectriques, se mettent en mouvement lors de l'application d'un champ électrique alternatif ; ces poudres pénètrent alors en quelques secondes dans les porosités du support.

Les effets de répulsion entre particules lors du traitement en alternatif expliquent le caractère extrêmement homogène de la répartition de la poudre dans la structure.

Le *document 2* présente les étapes du procédé :

- le saupoudrage en surface ;
- la mise en mouvement des particules sous l'effet du champ électrique ;
- l'imprégnation à cœur dans l'épaisseur du support poreux.

L'imprégnation, dans ce cas, est homogène, mais il est possible de la contrôler en fonction des spécifications requises : par exemple, l'imprégnation plus ou moins localisée dans l'épaisseur du substrat (*document 3*).

Des économies d'énergie et de matière

L'imprégnation par voie sèche peut se substituer aux imprégnations liquides, engendrant une économie d'énergie parfois déterminante (dans l'industrie des revêtements textiles, par exemple).

Les aspects écologiques sont, eux aussi, à souligner puisque tous les traitements de dépollution ou de destruction des effluents sont évités, tandis que les solvants et les composés organiques volatils sont absents. La distribution de la résine imprégnée permet aussi de diminuer la quantité de matière nécessaire, tout en maintenant les propriétés mécaniques souhaitées. Les matières premières constituant, en général, une part importante des

dépenses de fabrication, la répercussion sur le coût est immédiate. L'une des particularités du procédé D-Preg est sa grande flexibilité et l'éventail des produits qu'il permet de fabriquer dans l'industrie, l'automobile, le bâtiment, les cosmétiques ou le médical. Si les supports les plus utilisés pour les développements en cours se fondent sur des non-tissés en fibres synthétiques ou des mats de verre, les poudres peuvent être classées en deux grandes catégories. La première comprend les poudres inorganiques ou organiques utilisées pour développer des produits fonctionnels, afin de leur apporter des propriétés spécifiques. Par exemple, les cosmétiques, les poudres pour le maquillage ou pour les soins, développées par des sociétés de cosmétiques, sont imprégnées localement sur un support mousse ou textile. Autre exemple, dans l'hygiène ou le médical, les principes actifs (les savons, les désinfectants, les antalgiques) imprégnés à sec dans un non-tissé très fin de type lingette, permettent d'éviter les imprégnations par voie aqueuse et l'utilisation de conservateurs dans la formulation liquide.

La deuxième catégorie concerne les poudres organiques thermoplastiques ou thermodurcissables, utilisées comme matières liantes ou matrices, afin de donner de la cohésion en reliant tout ou partie des fibres du support entre elles. Elles sont utilisées pour développer des matériaux composites et des revêtements de sol. Deux applications sont présentées dans cet article : les revêtements de sol non tissés et les composites chargés en fibres de verre ou préimprégnés en feuilles.

Non-tissés : des revêtements pour l'événementiel ou pour l'automobile

L'industrie des non-tissés pour les applications de revêtements de sol constitue un marché extrêmement important dans les domaines du bâtiment, des transports et d'autres domaines industriels. La moquette est imprégnée avec une solution aqueuse à base, en général, d'une colle en latex (caoutchouc butadiène styrène, SBR) permettant de fixer les fibres

Tous les traitements de dépollution ou de destruction des effluents sont évités, tandis que les solvants, et les composés organiques volatils sont absents

1 Schéma simplifié du procédé d'imprégnation par voie sèche D-Preg.

2 Les trois étapes du procédé d'imprégnation par voie sèche D-Preg.

3 Section transversale d'un revêtement de sol non tissé, imprégné par le procédé D-Preg, selon deux configurations différentes.

Face extérieure

Liant

Imprégnation plein bain

Face extérieure

Liant

Imprégnation localisée

4 Comparaison des caractéristiques obtenues à partir de granulés et de compounds

Type	Résistance (MPa)	Contrainte maximale (%)	Module (MPa)	Résistance à l'impact entaillé, ISO 179 1A (kJ/m ²)
Polypropylène (référence)	31	300	815	8,5
50 % compound	35	20	895	8,8
100 % compound	34	7	935	-

47

à l'arrière de la moquette et d'apporter la résistance à l'usure et autres caractéristiques en fonction de l'application.

Outre l'utilisation d'importantes quantités d'eau, nécessitant des fours de grandes longueurs et des coûts énergétiques élevés pour le séchage, ces produits imprégnés de latex sont difficiles à valoriser et, en général, enfouis en fin de vie.

Depuis plusieurs années, la société Fibroline travaille sur le développement des revêtements de sol pour expositions, et a développé un concept 100 % polyoléfinés. La maîtrise de la localisation de l'imprégnation permet de minimiser la quantité de poudres utilisées, donc de diminuer fortement le prix par rapport à des solutions de type enduit en poudre, où des quantités importantes de liant sont nécessaires pour obtenir les performances requises. Une étude des possibilités de recyclage des produits réalisés a été menée en collaboration avec la société Mapea, et montre la facilité de valorisation de ces produits 100 % polyoléfinés qui peuvent être condi-

tionnés, extrudés pour réaliser des compounds utilisables en mélange avec des matières vierges.

Le **document 4** montre les caractéristiques obtenues au **test de Charpy**, ainsi que ses propriétés en traction sur des éprouvettes injectées obtenues à partir de granulés ou de compounds issus de :

- moquettes obtenues par le procédé D-Preg (100 % compounds) ;
- moquettes obtenues par le procédé D-Preg en mélange à 50 % avec des granules polypropylène (PP) (50 % compounds)
- granules de PP référence (MFI 25)

Les résultats montrent qu'il est possible d'utiliser les déchets de fabrication, mais aussi les produits en fin de vie, pour produire une nouvelle famille de plastiques avec des propriétés et des performances intéressantes. Une licence exclusive pour le marché européen a été signée, en 2009, avec un acteur important dans ce domaine. La machine de fabrication de 6 m de laize devait entrer en production au début 2011.

Test de Charpy

Essai de flexion par choc sur éprouvette entaillée Charpy a pour but de mesurer la résistance d'un matériau à la rupture brutale. Il est aussi appelé essai de résilience Charpy. Il porte le nom de l'ingénieur français Georges Charpy (1865-1945).

Côté automobiles, les revêtements textiles sont fabriqués en non-tissés aiguilletés ou tuftés, principalement de fibres de polyester imprégnés également sur l'envers d'un liant en latex. Les caractéristiques de ces colles sont différentes, car ces revêtements sont, en général, thermoformés, découpés, puis insérés dans l'automobile. On les trouve dans la partie habitacle (les tapis de sol, la tablette arrière, le pavillon), mais aussi dans le fond de coffre. Les tapis automobiles sont, jusqu'à présent, détruits après le démontage du véhicule. Les directives européennes vont dans le sens du recyclage maximum des véhicules hors d'usage (85 % depuis 2006) avec des exigences de plus en plus importantes (avec un objectif de 95 % en 2015). Une solution sans latex ouvre donc de nouvelles voies de valorisation. Fort de son expérience dans l'exposition, Fibroline a commencé, en 2009, à développer des revêtements sans latex pour l'automobile pouvant être utilisés pour l'habitacle ou pour le coffre.

Dans ce cadre, étant donné les spécifications techniques et économiques demandées pour ces revêtements, une solution fondée sur l'utilisation de poudres recyclées est en cours de développement, en collaboration avec des producteurs de poudres. L'enjeu est de taille afin d'accélérer et d'optimiser le programme collaboratif en cours établi avec Mapea et le laboratoire des matériaux macromoléculaires de l'Institut national des sciences appliquées (Insa) de Lyon. Ce programme, baptisé Novaplast, a été retenu dans le cadre de l'appel à projets éco-industrie et sera soutenu par l'Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie (Ademe). L'objectif de ce programme est le développement de revêtements pour l'automobile, mais aussi pour d'autres applications, comme le bâtiment. Un autre aspect important est le travail sur la valorisation de ces revêtements en fin de vie afin de proposer une solution, comme dans l'exposition, avec une valeur ajoutée, donc valorisable, en particulier, dans la plasturgie.

Les composites à matrice thermodurcissable chargée

La seconde application présentée ici concerne les composites à matrice thermoplastique chargée en fibres de verre, ou préimprégnée en feuilles. Ainsi, un développement de composites à matrices thermoplastiques chargée en fibres de verre a été réalisé en collaboration entre Fibroline et SolVin. Les développements des formulations sont en phase d'optimisation, avec des premiers résultats très encourageants en performances mécaniques, et notamment une rigidité proche de celles des préimprégnés en feuilles traditionnels. Dans ce cadre, le **document 5** présente les caractéristiques de feuilles de pré-imprégnés en verre/polychlorure de vinyle

(PVC) obtenues par calandrage et comportant 40 % de fraction massique de fibres. L'objectif est d'établir des partenariats avec des transformateurs et des utilisateurs de ce produit qui peut trouver de nombreuses applications dans le bâtiment ou d'autres secteurs industriels. Il peut être utilisé comme les composites chargés en fibres de verre traditionnels, par empilement de différents plis, suivi d'un chauffage infrarouge et d'un stampage, ou en association avec d'autres matériaux (des renforts de pièce plastiques par surmoulage, des peaux dans des structures sandwich).

Du côté des composites de type pré-imprégnés en feuilles, Fibroline a engagé, à la fin 2008, un programme collaboratif avec Roctool et avec le laboratoire d'ingénierie des matériaux polymères (IMP) de l'Insa de Lyon, soutenu dans le cadre d'une convention avec le Fonds européen de développement régional (Feder). Sélectionné pour son caractère fortement novateur et pour ses retombées potentielles importantes, le programme composites thermodurcissables secs innovants (IDTCO, *Innovative Dry Thermoset Composites*) a pour objet de développer de nouvelles formulations en poudre à base de résines thermodurcissables. Il s'agit de proposer à l'industrie du composite grande diffusion de nouvelles solutions de pré-imprégnés et des modes de transformation répondant à des critères de développement durable, pouvant s'adresser à différents secteurs.

L'enjeu est d'offrir une voie inédite pour produire des demi-produits composites à matrices thermodurcissables :

- sans solvant, ni composés organiques volatils ;
- sans problématique de stockage ;
- avec des coûts minimes de consommation énergétique ;
- des cadences élevées pour une gamme de produits de grande diffusion.

Afin d'atteindre cet objectif, Fibroline s'est rapproché de différents experts dans le domaine des résines pour composites, mais aussi pour peinture en poudres, en essayant de faire converger ces deux secteurs. Le développement se focalise sur des formulations spécifiques, dont certaines sont très prometteuses, tant en propriétés qu'en ratio performance/coût. Des difficultés observées, telles que l'adhésion sur moule, sont en train d'être traitées. Le **document 6** présente quelques résultats obtenus avec certains types de résines en poudres dans le cas de préimprégnés comportant 30 % de fraction massique de fibres. Les valeurs de produits commerciaux en polyester (UP) ou époxydes (EP) sont données à titre indicatif, sans informations précises sur la composition ou la nature des constituants ré-

Le développement se focalise sur des formulations spécifiques, dont certaines sont très prometteuses, tant en propriétés qu'en ratio performance/coût

5 **Caractéristiques de feuilles de pré-imprégnés en verre/polychlorure de vinyle (PVC) obtenues par calandrage comportant 40 % de fraction massique de fibres**

Caractéristiques	Valeurs	Méthode de test
Poids (0,9 mm d'épaisseur) (kg/m ²)	1	-
Gamme d'épaisseur (mm)	0,5 à 2	-
Module de tension (GPa)	11	ISO 527
Résistance à la traction (MPa)	200	ISO 527
Énergie d'impact (choc multi-axial) (- 20 °C) (J/mm)	17	ISO 6603
Température de ramollissement sous charge (1,8 MPa de côté) (°C)	90	ISO 75

Source : SolVin

6 **Caractéristiques de résines en poudres dans le cas de pré-imprégnés comportant 30 % de fraction massique de fibres**

Référence	Poudre recyclée 1	Poudre recyclée 2	Formulation à façon 1	Formulation à façon 3	Composite pré-imprégné en feuilles (polyester)	Composite pré-imprégné en feuilles (époxyde) à 35 %
Résistance thermique	80 °C	105 °C	110 °C	120 °C	> 160 °C	-
Module de flexion 3 points	9 000 Mpa	11 200 Mpa	10 900 Mpa	13 000 Mpa	Environ 9 000 Mpa	18 000 Mpa
Contraintes maximum en flexion	180 MPa	250 MPa	300 MPa	350 MPa	Environ 180 MPa	Environ 400 MPa
Résistance au choc Charpy	55 kJ/m ²	-	-	120 kJ/m ²	Environ 80 kJ/m ²	Environ 160 kJ/m ²
Limites	Tenue thermique	Gisement trop faible	Dégazage obligatoire	Adhésion sur moule à solutionner	Voie solvant (styrène)	-
Coût	-	+	++	++	+	++++

Source : SolVin

sines et poudres. L'objectif est de pouvoir, avant la fin de l'année 2011, présenter des solutions viables industriellement aux compoundeurs et transformateurs de matériaux composites.

Vers un procédé clef en main

Fibroline a développé et breveté un procédé d'imprégnation D-Preg, avec l'objectif de proposer un procédé clef en main, c'est-à-dire une technique associée à des produits aboutis techniquement et économiquement. Hors ces développements à court terme, l'avenir de la société passe par deux programmes européens dans le cadre du septième Programme cadre recherche développement (PCRD) européen :

- un projet sur les matériaux et procédés plastiques autorenforcés et économes en matière (Esprit, *Resource-Efficient Self-Reinforced Plastic Materials and Processing*), avec de nombreuses PME euro-

péennes, qui consiste à développer des composites monomatières, donc faciles à recycler, fondés sur des fils de renforcement et des matrices thermoplastiques de nature voisine ;

- un projet sur les renforts des feuilles thermoplastiques semi-cristallines et des structures en nid-d'abeilles (MRECT, *Multiscale Reinforcement of semi-crystalline thermoplastic sheets and honeycombs*) pour développer de nouveaux composites à renforts carbone et de nouvelles matrices hautes performances (en polyétheréthercétone - PEEK -, en polysulfure de phénylène - PPS), renforcés par des nanotubes. Participent à ce projet les sociétés EADS, Volvo, Astrium, Tencate, Victrex et différents laboratoires européens.

Le procédé D-Preg n'est pas encore adapté aux fibres conductrices comme le carbone. Fibroline travaille sur la modification et sur l'adaptation de sa technologie à ces composites hautes performances. ■